

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

UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA-BOUMERDES



Faculté des Sciences de l'Ingénieur

## Mémoire de Magister

Présenté par :

**Mr SEKOUR Belkacem**

En vue de l'obtention du diplôme de **MAGISTER** en :

**Filière : Génie-Alimentaire**

**Option : Technologie Alimentaire**

**Titre du mémoire :**

**Phytoprotection de l'huile d'olive vierge (H.O.V) par ajout des  
plantes végétales (thym, ail, romarin)**

### **Devant le jury composé de :**

|               |                      |      |            |
|---------------|----------------------|------|------------|
| Mr A. ZERIZER | Professeur           | UMBB | Président  |
| Mr M. HACHEMI | Professeur           | UMBB | Rapporteur |
| Mr K. LOUHAB  | Professeur           | UMBB | Examineur  |
| Mr A. NOUANI  | Maître de conférence | UMBB | Examineur  |
| Mr R. FEGAS   | Maître de conférence | ENS  | Examineur  |

Année universitaire 2011/2012

| <b>Chapitre :</b>  | <b>Page :</b> |
|--|---------------|
| <b>Introduction</b>  | 1             |
| <b>Résumé</b>  | 2             |
| <b>Abstract</b>  | 4             |
| <b>ملخص</b>  | 6             |
| <b>Nomenclature</b>  | 7             |
| <b><u>Chapitre I : Etude de l'olivier :</u></b>  |               |
| I-1- Historique, répartition et classification   | 8             |
| I-2- Aire de répartition   | 8             |
| I-3- Classification botanique de l'olivier   | 12            |
| I-4- Composition des olives mûres  | 13            |
| I-5- Biologie de l'olivier   | 13            |
| I-5-1- Cycle de développement  | 13            |
| I-5-2- Les techniques culturales   | 14            |
| I-5-3-Cycle végétatif annuel   | 15            |
| I-6-Description des principes variétés d'olive d'Algérie   | 16            |
| I-6-1-Une amélioration de qualité  | 16            |
| I-6-2-La maturité optimale   | 16            |
| I-6-3-La maturité organoleptique   | 16            |
| I-7- Description de principales variétés d'oliviers en Algérie   | 17            |
| I-7-1-Les variétés d'oliviers à l'huile  | 17            |
| I-7-1-1-Chemlal de Kabylie   | 17            |
| I-7-1-2-Azeradj ou Adjerez   | 17            |
| I-7-1-3-Aberkane   | 17            |
| I-7-1-4-Limli  | 17            |
| <b><u>Chapitre II: Importance économique de l'huile d'olive</u></b>  |               |
| II-1- Répartition géographique de la production d'olive  | 19            |
| II-1-1-Production de l'huile d'olive en Algérie  | 20            |
| II-1-2-Production  | 20            |
| II-1-3-Répartition de la production  | 20            |
| <b><u>Chapitre III : Extraction de l'huile d'olive</u></b>   |               |
| III-1-Extraction de l'huile d'olive  | 25            |
| III-2- Processus d'extraction des huiles d'olives par voie traditionnelle  | 26            |
| III -2-1- Processus d'extraction des huiles d'olives par pression à froid  | 27            |
| III -2-2- Processus technologiques d'élaboration des huiles d'olive  | 28            |
| III -2-3- Définition des types d'huiles  | 36            |
| III -2-4- Quelques caractéristiques de l'huile d'olive vierge obtenue  | 36            |
| III -2-4-1- Composition en acide gras  | 36            |
| <b><u>Chapitre IV: Caractérisation physico-chimique de l'huile d'olive vierge</u></b>  |               |
| IV -1- Composition en acides gras par chromatographie en phase gazeuse   | 39            |
| IV -1-1- Détermination de la densité, indice de réfraction et le point de fusion   | 40            |
| IV -1-2- Indice d'acide, indice d'iode, indice de saponification, détermination en fraction insaponifiable, indice de peroxyde | 40            |
| IV -1-3- Détermination des extinctions spécifiques ( $E_{232}$ , $E_{270}$ ) ou absorbance                                     | 45            |
| IV -1-3-1- Détermination de la couleur par spectrophotométrie ultra-violet   | 45            |
| <b><u>Chapitre V: Caractérisation des plantes végétales proposées pour</u></b>   |               |

|   |     |
|---|-----|
| <b>l'incorporation dans l'huile l'olive vierge</b>  | 50  |
| V-1- Le thym  | 51  |
| V-2- L'ai   | 52  |
| V-3- Le romarin   |     |
| <b>Chapitre VI: Etude de l'altération de l'huile d'olive vierge</b>   |     |
| VI-1-Dosage des produits d'oxydation  | 53  |
| VI-2-Substrats lipidiques exposé au phénomène d'oxydation   | 55  |
| VI-3-Oxydation de l'huile d'olive   | 56  |
| VI -3-1- Composés exposés à subir l'oxydation   | 56  |
| VI -3-2- Mécanismes réactionnels d'oxydation  | 57  |
| *Auto-oxydation   |     |
| *Initiation   |     |
| *Propagation  |     |
| *Terminaison  |     |
| VI -3-3- L'impact de l'oxydation des huiles d'olives  | 60  |
| VI -3-4- Facteurs influençant l'oxydation   | 61  |
| VI -3-5- Inhibition de l'oxydation de l'huile d'olive vierge  | 62  |
| VI -3-6- Action anti-radicalaire des antioxydants   | 63  |
| VI -3-7- Evaluation de la susceptibilité à l'oxydation et du niveau d'oxydation                                       | 64  |
| VI -3-8- Méthodes d'évaluation de la stabilité oxydative de l'H.O.V.  | 66  |
| <b>Chapitre VII : Partie expérimentale : Analyse sensorielle de l'huile d'olive vierge</b>                            |     |
| Résultats et interprétation   | 76  |
| VII-1- Test statistique applicable à l'analyse organoleptique   | 86  |
| *Test de Friedman   | 86  |
| VII-1-1- Test de degustation (panel – test)   | 87  |
| <b>Chapitre VIII : L'huile d'olive vierge et la santé humaine</b>   |     |
| VIII-1- L'huile d'olive en nutrition humaine  | 98  |
| VIII -2- Intérêt nutritionnel de l'huile d'olive vierge   | 99  |
| VIII -3- Effets des radicaux libres, du Malon- dialdéhyde (M.D.A) et d'autres produits peroxydés sur la santé humaine | 100 |
| <b>Conclusion générale</b>  | 104 |
| <b>Annexe</b>   | 106 |
| <b>Références bibliographiques</b>  | 116 |

# Remerciements :

Le présent travail est réalisé au niveau du laboratoire de physico-chimie département technologie alimentaire sous la direction du professeur **Messaoud HACHEMI**.

Je tiens à exprimer toute ma gratitude au professeur **HACHEMI** pour m'avoir encadré. Ses conseils, ses orientations et sa patience pour mener à bien mon mémoire de magister m'ont été précieux.

Mes remerciements sont adressés à **Mr : D. ALIOUCHE** doyen de la faculté des sciences de l'ingénieur pour son soutien et à **A. NOUANI** chef du département technologie alimentaire **F.S.I U.M.B.B;**

**Mme : H. GOUGAM** à la confiance qu'elle m'a témoignée, qu'elle trouve l'expression de toute ma sincère reconnaissance;

**Mlle : L .HADERBACHE** qui n'a ménagé aucun effort pour m'apporter son soutien indéfectible et aussi **Mmes : YELLES et N. BENMALEK**

Mes remerciements vont aux membres de jury qui ont bien voulu juger ce travail : - **Mr le professeur A. ZERIZER**, au **professeur K. LOUHAB** ainsi qu'aux **Mrs: Dr A. NOUANI, Dr R. FEGAS.**

Je tiens à remercier particulièrement **Lakhdar MEKIMENE**, enseignant chercheur, INA .El-Harrach.

Mr B. SEKOUR

## **Dédicace :**

À la mémoire de mon père tombé glorieusement au champ d'honneur pour la libération de la patrie, à ma mère qui a tant partagé avec lui les séquelles de la torture.

À mon épouse qui m'a amplement soutenu durant toute cette période de préparatifs, à mes fils (Abdelhakim, Adel, Yanis) et ma fille Camellia, à mes frères et sœurs, et à mes oncles Ali et Mouloud.

SEKOUR Belkacem

# Introduction

## Introduction

L'huile d'olive est un produit très polyvalent, elle est un élément clé du régime méditerranéen et préconisée par de nombreux diététiciens, elle a acquis par ailleurs une place essentielle dans la recherche de ses propriétés médicinales et cosmétiques.

La production d'olive et sa transformation en huile ont un impact socio-économique en Algérie, classée parmi les pays producteurs après l'Union Européenne. Il est donc impératif pour notre pays du point de vue économique de garantir des conditions optimales pour obtenir des huiles de haute qualité.

Cependant, à l'instar d'autres huiles végétales, les huiles d'olives vierges (HOV) subissent une oxydation pendant leur stockage, résultant de l'auto-oxydation et de la photo-oxydation.

L'auto-oxydation dépend de plusieurs facteurs qui sont entre autre, le degré d'insaturation de l'huile, les acides gras libres, la présence des ions métalliques et de l'eau, l'emballage utilisé, la température ambiante, l'oxygène de l'atmosphère et l'exposition à la lumière du jour pour les emballages transparents.

Les recommandations nutritionnelles conseillent d'augmenter la part relative en acides gras polyinsaturés (AGPI) en raison de leur rôle comme source d'énergie, apport vitaminique (vitamines liposolubles), leur rôle dans la prévention de pathologie du système cardiovasculaire et de l'obésité [1], or la présence dans les H.O.V. de ces AGPI particulièrement sensibles à l'oxydation pose le problème de la stabilité de tel système.

La conséquence la plus perceptible est l'apparition d'odeurs et de saveurs désagréables souvent qualifiées de rance. Ces odeurs qui conduisent au rejet de l'aliment par le consommateur. Elles sont liées à la formation de composés secondaires volatiles signe d'une forte peroxydation lipidique.

Donc la lipoperoxydation est un phénomène néfaste pour l'organisme, conduisant à de multiples maladies, à cet effet, notre étude consiste à trouver un moyen de retarder la période de l'induction et réduire la vitesse de l'oxydation de l'huile et prolonger sa durabilité. Ceci peut être réalisé selon notre étude par l'incorporation dans la masse d'huile d'olive des plantes végétales (thym, ail et romarin) contenant des molécules naturelles dotées d'activité antioxydante.

Notre travail consiste aussi à mesurer la résistance à l'oxydation de l'huile antioxydée et non antioxydée (témoin) en procédant à vieillir prématurément l'huile (test de vieillissement accéléré), parallèlement à cet essai, nous avons effectué un panel test pour une analyse sensorielle des échantillons préparés pour obtenir une meilleure formulation du mélange, détecter les préférences du descripteur, identifier la perception des produits oxydés.

## Résumé

Les recommandations nutritionnelles dans le domaine des matières grasses visent à accroître la consommation de produits riches en acides gras insaturés au détriment des produits plus saturés.

La lipoperoxydation est un phénomène complexe qui peut conduire à de multiples maladies, donc il est impératif d'envisager une solution pour interrompre les réactions radicalaires en chaîne (composés secondaires oxydés).

Dans notre étude on s'est intéressé à l'ajout dans la masse d'huile d'olive des plantes sélectionnées (thym, ail et romarin) contenant des substances ayant une activité antioxydante vis-à-vis des espèces radicalaires lipidiques.

Notre travail est subdivisé en deux parties :

-Le premier « théorique » est consacré à une synthèse bibliographique sur la caractérisation physicochimique et biochimique de l'H.O.V. selon les spécificités pédoclimatiques et de leurs zones de production (variété Chemlal de Tazmalt-Bejaia campagne oléicole 2011), additionnée à la caractérisation des plantes choisies et étudiées.

La production d'olive et sa transformation en huile ont un impact socioéconomique important en Algérie, son poids économique nécessite une volonté impérieuse de promouvoir le développement de la filière oléicole.

-Le seconde partie pratique consistait à l'analyse physicochimique et biochimique de l'HOV (dosage de la fraction saponifiable et insaponifiable) et la détermination des indices analytiques (indice d'acide, indice d'Iode, indice de saponification, indice de peroxyde).

L'absorbance dans de l'ultraviolet (U.V.) :

Les valeurs de l'indice de peroxyde (IP)  $\leq 20$  meq O<sub>2</sub>/kg d'huile ne signifie pas toujours l'absence du phénomène d'oxydation.

Le recours à la détermination des coefficients d'extinction spécifique (K<sub>232</sub>, K<sub>270</sub>) renseigne sur la présence ou l'absence des produits d'oxydation secondaires tels que les cétones insaturés- dicétones qui absorbent au voisinage de 270nm [2,3,4].

Nos essais sont basés essentiellement sur l'efficacité d'un antioxydant qui peut être mesurée selon des tests de vieillissement accéléré dans le cas des matrices complexes, d'oxydabilité accélérée dans le cas des corps gras [5]. Ces tests permettent une première approche prédictive de la stabilité au rancissement oxydatif des produits.

Les conditions opératoires de ces tests accélérés sont volontairement poussées : test sur couche mince à 55° en présence d'une lampe UV et d'aération régulière, test au Rancimat dont la température est réglée à 98°, avec un bullage intensif d'air, ce test a été utilisé selon



la norme internationale ISO/DIS.pr 6886 afin de déterminer le temps de résistance de l'échantillon de H.O.V. en présence des plantes sélectionnées.

Un suivi de l'indice de peroxyde des composés volatiles, de l'état d'hydrolyse ou de la flaveur par un jury de dégustation peu entraîné est réalisé durant le déroulement du test.

Ces tests sont intéressants pour comparer différents produits entre eux, une nouvelle formulation par rapport à un produit de référence ou l'efficacité d'un antioxydant.

Les résultats comparatifs obtenus sont en effet directement transposables aux conditions normales d'utilisation.

La méthode au Rancimat a remplacé d'autres tests compte tenu de ses avantages, ce test a été réalisé à l'entreprise CEVITAL Bejaia en exposant les échantillons préparés aux conditions poussées du Rancimat.

Les résultats ont révélé que l'ajout du romarin est plus préférable par rapport à d'autres plantes.

Le temps d'induction au test Rancimat (TIR) exprimé en heure correspond au temps pendant lequel l'échantillon d'huile a résisté au stress oxydatif, le tir obtenu en présence du romarin est considérable.

**Mots clés :** L'huile d'olive, lipides, acides gras polyinsaturés, oxydations, antioxydants, stabilité oxydative, nutrition.

## **Abstract:**

Nutritional recommendations in the field of fat aim to increase the consumption of products rich in unsaturated fatty acids at the expense of more saturated products.

Lipid peroxidation is a complex phenomenon that can lead to many diseases, so it is imperative to consider a solution to stop the radical chain reactions (secondary compounds oxidized).

In our study we are interested in adding to the mass of olive oil selected plants (thyme, garlic and rosemary) containing substances having antioxidant activity towards lipid radical species.

Our work is divided into two parts:

-The first "theoretical" is devoted to a review of the literature on the physicochemical and biochemical characterization of VOO depending on pedoclimatic specificities and their production areas (Chemlal variety of olive crop Bejaia Tazmalt-2011), added to the characterization of selected plants and studied.

Production and processing olive oil have a significant socio-economic impact in Algeria; its economic requires an imperative willingness to promote the development of the olive oil sector.

-The second part was to practice physicochemical and biochemical analysis on VOO (determination of unsaponifiable and saponifiable fraction) and the analytical determination of the indices (acid, iodine index, saponification value, peroxide).

The absorbance in the ultraviolet (UV):

The values of the peroxide (IP)  $\leq 20$  meq O<sub>2</sub>/kg oil do not always mean the absence of oxidation.

Use in the determination of specific extinction coefficients (K<sub>232</sub>, K<sub>270</sub>) indicates the presence or absence of secondary oxidation products such as ketones unsaturated diketones that absorb in the vicinity of 270 nm [2,3,4].

Our tests are based essentially on the effectiveness of an antioxidant that can be measured by the accelerated aging tests in the case of complex matrices, accelerated oxidizability in the case of fat [5]. These tests provide a first approach to predictive stability in oxidative rancidity products.

The operating conditions of these accelerated tests are deliberately pushed: test on thin

layer to 55 ° in presence of UV light and regular airing, the Rancimat test, the temperature is set to 98°, with intensive air bubbling this test was used according to the international standard ISO/DIS.pr 6886 to determine the resistance time of the sample of VOO in presence of selected plants.

Monitoring of the peroxide volatile compounds, the hydrolysis state or flavor by a little trained taste panel is made during the course of the test.

These tests are interesting to compare different products, a new formulation regarding a reference product or the effectiveness of an antioxidant.

The comparative results are indeed directly transferable to normal use.

The Rancimat method has replaced other tests given its advantages, this test was conducted at the company Bejaia CEVITAL exposing the samples prepared with stringent conditions of Rancimat.

The results showed that the addition of rosemary is more preferable compared to other plants.

The induction time in the Rancimat test (TIR) expressed in hours is the time during which the oil sample has stood oxidative stress; firing obtained in the presence of rosemary is considerable.

**Key words** : olive oil, lipids, unsaturated fatty acids , oxidation, antioxidants, oxidant stability, nutrition.

## ملخص:

إن تخزين عينات من زيت الزيتون من نوع شمالال الصادرة من تازمالت ولاية بجاية و المحتواة على نباتات تتضمن في تركيبها مواد كيميائية ذات خصائص مضادة لتفاعلات أكسدة الماد الدسمة المدروسة في وسط طبيعي و شروط عادية من هواء و ضوء و درجة حرارة لن تفضي لنتائج منتظرة بعد وقت يناهز ستة أشهر لهذا الشأن ومن باب المقاربة العلمية في الجانب التجريبي حيث تم استحداث شروط إلزامية من تزويد مكثف من الهواء و تحت حالة تسخين 98° للتمكين من تفكيك و انشطار الهيدروكسيدات جرت هذه التحاليل في جهاز يسمى الرنسمات المتواجد بمؤسسة سبيتال (بجاية) هذا الجهاز يمكننا من حساب مدى مقاومة زيت الزيتون المحتواة على النباتات المذكورة أعلاه و تحديد الزمن اللازم الذي من خلاله استطاعت العينات أن تقاوم الأكسدة

في الخلاصة استخلصنا أن نبات إكليل الجبل المضاف إلى عينات زيت الزيتون أدى دوره كمضاد للأكسدة و سمح بتوقيف ظاهرة التعفن لدى الزيت خلال فترة معينة مما يؤدي إلى حفظها منذ وقت ملحوظ و الحفاظ على نوعيتها في ميدان الميزات المغذية

## **Nomenclature** :

°C : degré Celsius

Kg : Kilogramme

µg : Microgramme

meq : milliéquivalent

Ppm : Partie par million

COI : Conseil Oléicole International

AGPI: acides gras polyinsaturés

TG: Triglycérides

CG: corps gras

IA: indice d'acide

II: indice d'iode

IP: indice de peroxyde

IS: indice de saponification

CG: chromatographie en phase gazeuse

CCM: chromatographie sur couche mince

ATB: acide thiobarbiturique

MDA: Malondialdéhyde

BHT:Butyl hydroxytoluene

BHA: Buthyl hydroxyanisole

TBHQ: Tertiobuthylhydroquinone

nm: nanomètre

$K_{232}$ : coefficient d'extinction spécifique à 232 nanomètre

$K_{270}$ : coefficient d'extinction spécifique à 270 nanomètre

H.O.V.: huile d'olive vierge / V.O.O.: virgin olive oil

# Chapitre I :

# Etude de l'olivier

## **I-1-Historique :**

L'arbre est cultivé depuis le IV<sup>e</sup> millénaire avant JC en Afrique du Nord, Phénicie et Syrie. Il se diffuse ensuite dans d'autres territoires de méditerranée orientale (Palestine, Égypte, Chypre) [2] grâce aux échanges commerciaux des Phéniciens. Les Grecs participent aussi à l'extension de l'aire oléicole avec leurs colonies d'Émilie et de Provence. L'olivier se répand donc au gré des grandes vagues civilisatrices. Les Romains permettent ensuite une grande extension des oliveraies et un essor des échanges d'huile d'olive apparaît une 1<sup>ère</sup> spécialisation oléicole dans certaines provinces comme la Bétique (Andalousie) ou l'Apulie (Pouilles) [3].

## **I-2-Aire de répartition :**

L'olivier est l'un des rares arbres qui occupent une place importante dans l'arboriculture fruitière méditerranéenne. Actuellement, il est considéré comme un élément majeur de l'économie agricole dans certains pays de cette région et surtout dans notre pays.

Ses vertus nutritives et curatives ne sont pas à démontrer vu que son huile est utilisée en consommation directe, et aussi dans les domaines de la médecine et de la cosmétologie.

**En Algérie**, l'olivier de son nom scientifique *Olea Europaea*, occupe une superficie de 165000 ha de plantation en rapport soit 36<sup>e</sup> la superficie arboricole. Les rendements qui sont de l'ordre de 08 quintaux / ha demeurent les plus faibles des pays oléicoles et cela en vue du vieillissement des sujets, et du non remplacement des anciens vergers par de nouveaux, la culture étant restée selon les méthodes ancestrales [4].

**Dans le monde** L'olivier est considéré comme une espèce caractéristique de la région méditerranéenne car l'implantation des oliveraies en Europe méditerranéenne est limitée au Nord au 45<sup>ème</sup> degré de latitude, limite imposée par les froids hivernaux et les fréquentes gelées printanières, c'est-à-dire qu'il ne dépasse pas le cap du Sud de la France, de la Yougoslavie, ainsi que certaines superficies des territoires de la Grèce, Portugal, et autres pays de la rive Nord de la méditerranée [5].

Dans la rive Sud de la méditerranée en Afrique du Nord, l'olivier n'est pratiquement plus cultivé au-delà du 30<sup>ème</sup> degré de latitude, limite imposée par les rigueurs du climat présaharien vers le Sud [5].

Globalement, l'aire de répartition de l'olivier forme une bande étroite et relativement régulière le long des rivages Nord et Est de la Méditerranée, qui s'y interrompt au niveau de l'Égypte; couvre la région septentrionale de la Tunisie et de l'Algérie, s'étale enfin, largement au Maroc et dans la péninsule Ibérique en débordant sur une partie de leur

façade atlantique, atteignant l'Archipel des Iles Canaries [5].

**Dans notre pays** l'oliveraie algérienne se répartit sur trois zones oléicoles importantes :

La zone de la région Ouest, représentant 31 400 hectares répartis entre 5 wilayas : Tlemcen, Ain Timouchent, Mascara, Sidi Belabes et Relizan. Cette zone représente 16,40 du verger oléicole national [6].

La zone de la région centrale du pays, de loin la plus importante, couvre une superficie de 110200 hectares répartis entre les wilayas d'Ain Defla, Blida, Boumerdès, Tizi Ouzou, Bouira et Bejaia : cette zone représente 57,5 du verger oléicole national.

La région du centre, Kabylie (Bouira, Bejaia et Tizi-Ouzou) détient à elle seule près de 44% de la superficie oléicole nationale, il s'agit surtout des vergers extensifs situés sur des sols à forte déclivité, ce qui constitue une contrainte à tout recours à l'intensification.

La zone de la région Est est représentée par des oliveraies de 49900 hectares, représentant 26,1 du patrimoine national, et répartis entre les wilayas de Jijel - Skikda - Mila et Guelma.

Même avec ces superficies assez importantes et malgré l'importance du patrimoine oléicole, qui constitue 40% du verger arboricole national, et qui occupe 2,5% de la S.A.U du pays, cette culture ne participe pas suffisamment aux besoins de la consommation nationale en huile, car elle ne représente que 4% des besoins en huile d'olive, de ce fait le recours aux importations massives d'huile à graines est important.

#### **Les principales variétés d'oliviers qui existent dans notre pays par ordre d'importance :**

Parmi les variétés locales, donc rustiques c'est-à-dire ne nécessitent pas de gros moyens pour leur maintien, nous avons la variété Chemlal qui se rencontre dans toute la Kabylie du littoral au Sud de Mchedallah, et la vallée de la Soummam, elle est considérée comme étant bonne productrice d'huile de bonne qualité. Les variétés Limli, Azaradj et Bouchouk, se rencontrent surtout dans la vallée de la Soummam, ces quatre variétés à elles seules représentent le trois quart de la production oléicole nationale.

Une autre variété mais plus de consommatrice que productrice d'huile est la Sigoise, de la région de Sig, donc de l'Ouest du pays, elle produit d'excellentes olives de table.

Les variétés introduites, pour la majorité durant l'époque coloniale (la Cornicabra, la Sevillane la Lucque, La frontoio et la Leccino) sont d'origine italienne ou française et se sont bien adaptées aux conditions climatiques de notre pays.

En vue de toutes ces données, nous remarquons que le verger oléicole national est des plus compétitifs, mais reste au deca des aspirations car les arbres sont vieillissants et méritent une meilleure attention, et cela par une opération de rajeunissement pour rendre à notre pays la place de leader dans le domaine de la production oléicole, qui maintenant est d'actualité internationale. En vue des vertus de l'huile d'olive qui est assimilée à un aliment, les consommateurs, à l'instar des Crétois, possèdent une longévité des plus grandes de la planète.



La recherche de la qualité est le seul objectif permettant de tirer parti des avantages de notre verger algérien. Une démarche et une attitude valable, pour l'ensemble de l'oléiveraie mondiale.

Une politique de qualité commence avec des pratiques agronomiques autour de l'arbre, pratiques impliquant l'intervention et la contribution de l'oléiculteur.

Les olives de variétés Chemlal récoltées sont acheminées le jour même, vers le moulin de Tazmalt au moyen des caisses ou palox. Progressivement, la normalisation des pratiques en matière d'hygiène conduit à stocker les olives en vue de leur transport dans des contenants de qualité alimentaire exempts de matière végétale telle que les fibres tissées. Les olives récoltées, conduites au moulin sont ensuite identifiées par lot et ce, conformément à la réglementation européenne qui exige cette identification.

Progressivement est compte tenu de l'efficacité croissante des méthodes analytiques et de leur capacité d'identification de traces de produits indésirables, un conseil en matière d'itinéraires techniques garantissant l'absence de résidus est mis en place par les oléiculteurs, conseil partant également sur les conditions de stockage et de transport à l'abri des contaminants. Une fois agréées, les olives sont stockées au moulin dans des contenants de qualité alimentaire, notés lot par lot, et sont mises en fabrication entre un et quatre jours. Produit très sensible d'une fermentation immédiate.

La fermentation aérobie confère généralement un mauvais goût d'oxydation à l'huile d'olive, la fermentation anaérobie peut dans certain cas donner naissance à des saveurs particulières. C'est pour cette raison laquelle les olives sont rapidement mises en œuvre.

Au niveau de l'huile Chemlal de Tazmalt, nous avons constaté une meilleure maîtrise du stockage qui a d'ailleurs contribué à une nette amélioration sensible de la qualité de l'huile.

Selon la norme commerciale du conseil oléicole international, la classification des huiles vierges en termes de qualité repose sur le résultat de quatre déterminations qui sont : l'acidité, l'indice de peroxyde, les valeurs d'extinctions spécifiques U.V à 232nm et à 270nm et l'analyse sensorielle (Panel-test). Cependant, l'absorbance UV à 270nm, constitue la résultante, d'une part, de la présence de composés secondaires d'oxydation qui peuvent se former dans le processus d'autoxydation de l'huile vierge.

Concernant l'huile d'olive vierge de variété Chemlal présente des signes de bonne qualité suite à des analyses physico-chimiques effectuées : huile peu insaturée avec des acides gras majoritairement à chaîne octadécane (C18) et une teneur en acides gras mono-insaturés considérables (55 à 43%) ; la partie non glycéridique plutôt faible, l'huile étudiée présente un état d'oxydation presque non décelable avec un indice de peroxyde largement faible inférieur à la norme  $20\text{meqO}_2/\text{kg}$  d'huile, l'extinction spécifique K à 232nm 1,26 absence de produits peroxydiques.

La composition glycéridique, en relation avec celle des acides gras fait apparaître une forte proportion en trioléines alors que les triglycéride plus insaturés de nombre de partition 42 (comme la trinoléine) sont très majoritaires.

En outre, les olives mises en œuvre sont de bonne qualité, saine, à un stade de maturité adéquate, le système de transformation est correct et rationnel, il n'a pas d'influence significative sur l'acidité et les altérations de type oxydatif.

- Les rapports des différents acides gras à savoir saturés/ mono-insaturés et polyinsaturés.
- Le rapport vitamine E/ teneur en acide gras polyinsaturés et la présence de composés polyphénoliques en concentration optimale qui protège les acides gras susceptibles à l'oxydation.
- La teneur en acides gras essentiels, environ 10% est compatible avec les besoins en acides essentiels.

Tableau 1.1 : Indices chimiques des HOV

| Variétés                                       | Chemlal | Sigeoise | Azeradj |
|--|---------|----------|---------|
| Indices:                                       |         |          |         |
| Indice d'iode ( $I_I$ ) (mg / 100g)            | 78      | 87       | 75      |
| Indice de saponification ( $I_S$ ) (mg / 100g) | 194     | 192      | 195     |
| Indice de peroxyde ( $I_P$ ) (meq/Kg d'huile)  | 15      | 18       | 16      |
| Indice d'acide ( $I_A$ ) (mg / 100g)           | 1,8     | 2,0      | 2,3     |
| Indice d'esters ( $I_E$ ) (mg / 100g)          | 192,2   | 190      | 192,7   |

Tableau 1.2 : Composition des variétés étudiées en acides gras

| Acides gras(%)/ variétés | Chemlal     | Sigeoise | Azeradj |
|--------------------------|-------------|----------|---------|
| Palmitique (16 : 0)      | 11,8 - 20%  | 6,0      | 11,8    |
| Palmitoléique (16 : 1)   | 0,18 - 2,5% | 0,34     | 1,0     |
| Stearique (18 : 0)       | 2,2 - 5%    | 3,8      | 3,5     |
| Oléique (18 : 1)         | 55 - 80%    | 82,0     | 72,0    |
| Linoléique (18 : 2)      | 4,0 - 20%   | 7,4      | 10,0    |
| Linoléique (18 : 3)      | 0,3 - 0,9%  | 0,5      | 0,5     |
| Archidique (20 : 0)      | 0,0 - 0,6%  | 0,4      | 0,4     |
| Marganique               | 0,08 - 0,9% | Trace    | Trace   |

Tableau 1.3 : Teneur en insaponifiable

| Variétés           | Chemlal | Sigeoise | Azeradj |
|--------------------|---------|----------|---------|
| Insaponifiable (%) | 1,27    | 1,21     | 1,31    |

Tableau 1.4 : Teneur en stérols

| Variétés          | Chemlal | Sigeoise | Azeradj |
|-------------------|---------|----------|---------|
| Stérols (mg/100g) | 176     | 207      | 208     |

Tableau 1.5 : Etat comparatif de la composition stérolique

| Variétés               | Chemlal | Sigeoise | Azeradj |
|------------------------|---------|----------|---------|
| Stérols :              |         |          |         |
| Campestérol (%)        | 27,3    | 14,4     | 25,5    |
| Stigmastérol (%)       | 0,3     | 0,3      | 0,2     |
| $\beta$ -sitostérol(%) | 71,4    | 64,2     | 72,6    |

|                              |     |     |     |
|------------------------------|-----|-----|-----|
| $\Delta 5$ - avénostérol (%) | 0,9 | 1,2 | 1,8 |
|------------------------------|-----|-----|-----|

Tableau 1.6 : Teneur en tocophérols totaux des variétés étudiées

| Variétés            | Chemlal | Sigeoise | Azeradj |
|---------------------|---------|----------|---------|
| tocophérols (mg/Kg) | 190     | 205      | 209     |

### I-3- Classification botanique de l'olivier :

Comme le troène, le lilas et le frêne, l'**olivier** appartient à la famille des Oléacées qui compte parmi elle une vingtaine de genres différents.

L'olivier est du genre **Olea** qui comprend une huitaine d'espèces dont l'**Olea Europaea** qui nous intéresse principalement. Celle-ci se divise en deux sous-espèces :

**Olea Europaea Sylvestris** ou **Oléastre**, c'est-à-dire l'olivier sauvage, et **Olea Europaea Sativa** ou l'olivier cultivé.

En France l'olivier vit sur les bords de la méditerranée mais on le retrouve fréquemment à l'intérieur des terres dans des départements aussi comme l'Ardèche, l'Aude ou la Drôme. Il se plaît entre le 25e et le 45e degré de latitude, ce qui a d'ailleurs permis de l'introduire avec succès au Japon, aux Etats Unis (Californie), au Mexique pour l'hémisphère Nord, en Australie et dans divers pays de l'Amérique du Sud pour l'hémisphère Sud [7].

Le tronc de l'olivier est bas, généralement de couleur grise d'un aspect rugueux et tortueux lorsqu'il est dans la force de son âge. L'olivier s'accommode facilement de sols ingrats, caillouteux et arides. Grâce à ses racines qui peuvent plonger profondément, l'olivier trouve les éléments nécessaires à sa croissance. Croissance qu'il à lente mais peut facilement atteindre **15 à 20 mètres** de haut selon son environnement.

Le feuilletage de l'olivier est persistant et toujours vert. Si on le laisse végéter, il prend souvent une forme pyramidale. Le système racinaire de l'olivier forme sous le tronc une souche ligneuse dans laquelle s'accumulent des réserves, (la matre).

Les rameaux peuvent êtres des gourmands vigoureux et verticaux. Il existe aussi des rameaux de prolongement portant à leur extrémité un bouquet de pousses feuillées de deux ans. Les feuilles de l'olivier sont persistantes (durée de vie, trois ans) leur situation sur le rameau est dite "opposée", le pétiole est court. La face supérieure des feuilles doit être luisante de couleur vert foncé, tandis que la face inférieure présente un aspect argenté dû à la pruine. Les feuilles font de 3 à 8 centimètres selon l'espèce. La face inférieure de la feuille d'olivier est recouverte de petits poils qui lui permettent de retenir la plus infime quantité d'humidité. Les fleurs se présentent le plus souvent en grappe naissant à l'aisselle des feuilles. Elles sont petites et ovales, les pétales sont de couleur blanche, légèrement odorantes, très sensibles au froid et de surcroît au vent. Seulement 5% des fleurs donneront naissance à un fruit, l'**olive**.

#### **I-4-Composition des olives mûres :**

| Composition des olives : statistiques sur les <b>valeurs moyennes</b> de 60 variétés françaises (pulpe et noyau) |                 |         |         |
|--|-----------------|---------|---------|
|  | Moyenne centrée | Minimum | Maximum |
| Poids moyen des fruits (g)   | 2,54            | 1,11    | 5,50    |
| Teneur en huile (%)  | 18,5            | 12,4    | 27,5    |
| Teneur en eau (%)  | 55,2            | 39,0    | 67,2    |
| Teneur en matière sèche non grasse (%)   | 26,3            | 18,1    | 38,4    |
| Rendement biologique <sup>1</sup>  | 0,72            | 0,43    | 1,05    |
| Poids moyen de matière sèche par fruit (g)   | 1,14            | 0,56    | 2,11    |
| Rendement moulin calculé <sup>2</sup> (%)  | 17,1            | 10,8    | 27,0    |

#### **I-5-Biologie de l'olivier [7]:**

##### **I-5-1-Cycle de développement :**

Au cours de son cycle annuel de développement, l'olivier passe par les phases suivantes:

- (1) Janvier, Février: induction, initiation et différenciation florale;
- (2) courant Mars: croissance et développement des inflorescences à l'aisselle des feuilles que portent les rameaux de l'année précédente;
- (3) Avril: pleine floraison;
- (4) Fin Avril-début Mai: fécondation et nouaison des fruits;
- (5) Juin: début de développement et grossissement des fruits;
- (6) Septembre: véraison;
- (7) Octobre: maturation du fruit et son enrichissement en huile
- (8) Mi-novembre à Janvier: récolte des fruits.

La période la plus intense du cycle annuel se déroule de Mars à Juin. Au cours de cette phase, les besoins en eau et en nutriments de l'arbre sont les plus intenses. La durée de vie de l'olivier s'étale sur plusieurs dizaines d'années à des siècles. Les rendements sont variables en fonction de l'âge des arbres, des densités de plantation et des soins culturaux. Pour des vergers de 400 arbres/ha conduits en irrigué, les rendements sont de 3 T/ha à 4-5 ans et de 15 T/ha à 8-9 ans.

##### **I-5-2-Les techniques culturales**

## **Multiplication, plantation et entretien de la culture :**

L'olivier se multiplie selon deux types de procédés:

- (1) les méthodes traditionnelles (bouturage ligneux, division de souchets, greffage sur oléastre)
- (2) les méthodes intensives (semis de noyau suivi de greffage, bouturage semi-ligneux avec traitement hormonal des boutures, leur élevage en serre équipée de nébulisation et leur endurcissement en serre d'adaptation). C'est ce dernier procédé qui tend à se développer dans les pépinières modernes. La plantation doit être précédée d'une étude de faisabilité incluant les contraintes climatiques, agro-pédologiques et l'analyse des tendances du marché. Les travaux préparatoires à la plantation comprennent la plantation des brise-vents (cyprés, Casuarina, Olivier Dahbia), un sous-salage croisé à une profondeur de 60-80 cm, l'épierrage, un labour moyen (30-40 cm) et un cover-cropage. En culture moderne, les densités de plantation sont de 6x4 m, soit 416 arbres/ha. La fumure de fond se compose respectivement de 5 kg de fumier, de 100 g de superphosphate et 100 g de sulfate de potasse par pied. Ces apports sont enfouis par un labour à 30-40 cm de profondeur. L'azote sera apporté en fin d'hiver (février) à raison de 2 q/ha de sulfate d'ammoniaque à 21% N et de 2 q/ha ammonitrate à 33% N en avril. Le désherbage et l'irrigation seront réalisés dès la première année. La taille de formation commencera la 2ème ou 3ème année après plantation. L'état sanitaire doit aussi être contrôlé [8].

### **I-5-3-Cycle végétatif annuel :**

| Mois    | Stades          | détails        | traitements | Observations |
|---------|-----------------|----------------|-------------|--------------|
| Janvier | repos végétatif | fin de récolte | /           | /            |

|           |                          |  |  |   |
|-----------|--------------------------|--|--|---|
|           |                          | vers le 15   |  |   |
| Février   |                          |  | fumure organique + labour  | /   |
| Mars      | réveil de la végétation  | différenciation florale - taille   | /  | /   |
| Avril     |                          | taille (en fonction du réveil)   | traitement contre l'œil de paon  | /   |
| Mai       | Floraison                | formation des boutons  | apport d'engrais spécifique + labour avant floraison, surveiller l'apparition de la teigne   | début période à risque (formation des olives)               |
| Juin      |                          | chute des pétales  | surveiller l'apparition de la teigne   | risque modéré   |
| Juillet   | développement de l'olive | <b>nouaison</b> (formation des olives)   | <b>fin juillet</b> : traitement contre la mouche   | /   |
| Août      |                          | durcissement des noyaux + grossissement des olives   | supprimer les gourmands (éclaircissage éventuel)<br><b>fin août</b> : traitement contre la mouche  | /   |
| Septembre |                          | grossissement des olives   | traitement contre la mouche (éventuel)<br><b>suivre les bulletins d'alerte "mouche" préventifs *</b><br><b>fin septembre</b> : traitement contre la mouche | période à haut risque mouche (chute prématurée des olives ) |
| Octobre   |                          |  | <b>suivre les bulletins d'alerte "mouche" curatifs *</b>   |   |
| Novembre  |                          | <b>maturation des olives.</b><br>début de récolte aux environs du 20 selon directives du moulin. | <b>arrêt de tous les traitements 3 semaines avant la récolte.</b><br>( en fonction du <u>D</u> élai <u>A</u> vant <u>R</u> écolte)                         |   |
| Décembre  | repos végétatif          | récolte  |  |   |

**I-6-Variabilité organoleptique des huiles d'olive en fonction de la maturité et des techniques culturales [8] :**

### **I-6-1-Une amélioration de qualité :**

La configuration actuelle de matrices des matières grasses conduit la plus grande part des acteurs de la filière oléicole a soulevé une amélioration de la qualité de l'huile d'olive.

Cette volonté exprime au travers d'organismes spécifiquement oléicoles, comme oléicole international qui développe de multiples actions pour l'amélioration de la qualité et au travers de structures territoriales, comme l'union européenne qui met en place des dispositions réglementaires favorables à l'amélioration de la qualité.

Les actions, en synergie avec la production, se manifestent par une diminution globale de la défektivité organoleptique des huiles d'olive, et une amélioration de leurs caractéristiques physico-chimiques.

### **I-6-2-La maturité optimale :**

Il importe avant tout de préciser le terme «maturité» dont le contenu peut varier en fonction des principes de production. Principalement on résume quatre points distincts d'observation de la maturité :

- Le rendement en huile
- Le détachement du fruit
- La qualité organoleptique de l'huile
- Le couleur des fruits

### **I-6-3-La maturité organoleptique :**

Lorsqu'on a opté pour le choix de la maturité organoleptique comme critère prioritaire, de nouvelles techniques de choix se sont présentées en fonction de la définition même de l'idéal.

## **I-7- Description de principales variétés d'oliviers en Algérie [7]:**

### **I-7-1-Les variétés d'oliviers à l'huile :**

La description des variétés d'olives cultivées en Algérie ayant déjà fait l'objet de nombreuses études, nous ne ferons que rappeler les noms de variétés de base des principales régions oléicoles.

**I-7-1-1-Chemlal de Kabylie** : c'est l'une des plus estimées pour la fabrication de l'huile, le fruit est moyen de masse : 2,5 g. Nous pensons qu'elle se rapprocherait plutôt d'olivier de l'Hérault.

**I-7-1-2-Azeradj ou Adieraz** : cette olive à deux fins pèse environ 5 grammes. Elle est très estimée pour la conservation en vert, mais moins recommandable pour l'huilerie.

**I-7-1-3-Aberkane** : est une autre olive de conserve qui s'emploie à pleine maturité dans la région de Seddouk, mais peut également procurer des résultats satisfaisants en huilerie.

**I-7-1-4-Limli** : donne un fruit de 2 g pour la fabrication de l'huile.

Ces diverses variétés ont une répartition géographique Assyf tranchée. Larsen l'a étudié pour la vallée de la Soummam, qu'il partage en quatre. Il ne reste qu'une solution pour vivre : produire.

Les huiles des variétés Chemlal, Azeradj qui constituent près de 80% du verger oléicole Algérien sont étudiées dans ce travail afin de déterminer leur composition chimique, leur valeur nutritionnelle notamment leurs apports respectifs des acides gras essentiels (linoléique  $C_{18} : 2$ , acide linoléique  $C_{18} : 3$ ) en tocophénol (vitamine E) ses propres caractéristiques vous permet de la comparer à d'autres variétés d'huiles végétales.

Néanmoins, en matière de valeur marchande conformément à sa qualité « extra » nécessite une approche sur son importance économique dans le marché mondial, un aperçu explicite est illustré dans ce présent chapitre.



## **Chapitre II :**

### **Importance économique de l'huile d'olive**

## **Introduction :**

L'importance des huiles d'olive exprimée en volume de production et de consommation est relativement limitée. Elles n'interviennent qu'à hauteur de 4% de la consommation mondiale alimentaire d'huiles végétales, soit une proportion bien inférieure à celle du soja (27% des consommations), de colza (14%), on retrouve le même écart dans le domaine des échanges internationaux où, en volume, elles n'occupent que 2% du commerce mondial (tableau1).

Exprimée en valeur et compte tenu de leur prix unitaire significativement plus élevé à celui des huiles concurrentes (deux, trois ou quatre fois supérieur, selon les pays, les catégories d'huiles et les années), la part du commerce mondial qui leur revient est de 2% à 15%. Elles constituent ainsi pour les pays producteurs le plus souvent une part significative de la valeur de leurs exploitations agricoles : 38% pour la Tunisie, 5.5% pour l'Espagne, 4.4% pour l'Italie.

Leur importance économique est même fondamentale pour les pays appartenant au Bassin méditerranéen. En Espagne, plus d'un demi-million d'agriculteurs sont des oléiculteurs et le secteur nécessite annuellement 46 millions de journées de travail. En Tunisie, le nombre de personnes vivant totalement ou partiellement de l'oléiculture dépasse le million, soit 10% de la population. Pour la Tunisie, l'huile d'olive constitue même un produit stratégique dévolu essentiellement à l'exportation, la consommation d'huiles végétales de substitution étant parallèlement encouragée et subventionnée.

Tableau 1 : Part des huiles d'olive dans les échanges internationaux :

| Huiles                             | Part en volume (%) | Part en valeur(%) |
|------------------------------------|--------------------|-------------------|
| Palme                              | 45                 | 30                |
| Soja                               | 19                 | 19                |
| Tournesol                          | 11                 | 12                |
| Colza                              | 8                  | 9                 |
| L'auriques                         | 11                 | 9                 |
| Olive                              | 2                  | 15                |
| Mais                               | 2                  | 3                 |
| Autres huiles fluides alimentaires | 3                  | 3                 |

|       |     |     |
|-------|-----|-----|
| Total | 100 | 100 |
|-------|-----|-----|

### **II-1- Répartition géographique de la production d'olive [10]:**

La production d'huile d'olive est fortement concentrée dans le Bassin méditerranéen qui regroupe 99% des plantations et fournit 98% de la production mondiale (tableau 2). La communauté européenne -essentiellement l'Espagne, l'Italie et la Grèce- avec 50% des superficies fournit à elle seule les trois quarts de cette production. Viennent ensuite la Tunisie (18% superficie, 9% de production) et la Turquie (10% et 5%) (tableau3).

La culture de l'olivier est assez localisée dans chaque pays. En Espagne, 60% des surfaces oléicoles sont en Andalousie qui contribue pour 75% à la production espagnole. Il en est de même pour l'Italie où 63% de l'oliveraie nationale est située dans la région méridionale (Pouilles, Calabre, etc.) qui fournit 70% de la production. En Tunisie, le Sud du pays qui ne représente que le quart des plantations contribue à plus de la moitié de la production.

Cette forte concentration s'explique par les conditions climatiques requises pour la fructification de l'arbre mais également par les caractéristiques des régions pour lesquelles l'olivier offre la seule opportunité de valorisation en eau et sol.

Tableau 2 : Importance du secteur oléicole dans le Bassin méditerranéen :

| <b>Pays</b> | <b>Part dans le PIBA*</b> | <b>Part dans agriculture</b> | <b>Les surfaces arboriculture</b> |
|-------------|---------------------------|------------------------------|-----------------------------------|
| Espagne     | 10                        | 11                           | 49                                |
| Italie      | 5                         | 10                           | 41                                |
| Grèce       | 15                        | 21                           | 66                                |
| Portugal    | n. d                      | 14                           | 57                                |
| Tunisie     | 14                        | 33                           | 83                                |
| Syrie       | 17                        | 8                            | 63                                |
| Turquie     | n. d                      | 3                            | 29                                |
| Maroc       | 3                         | 5                            | 68                                |
| Algérie     | n. d                      | 3                            | 36                                |
| Jordanie    | 15                        | 20                           | 88                                |

Source : conseil oléicole international

\*PIBA : produit intérieur brut agricole.

n.d : non disponible.

### **II-1-1-Production de l'huile d'olive en Algérie [3]:**

L'Algérie fait partie des pays méditerranéens dont le climat est un des plus propices à la culture de l'olivier. Elle se positionne après l'Espagne, l'Italie, la Grèce et la Tunisie qui sont par ordre d'importance, les plus grands producteurs d'huile d'olive au monde.

L'huile d'olive Algérienne est l'une des meilleures du monde, elle est beaucoup utilisée par les consommateurs en cuisine, en thérapie médicale et en tout produit de beauté.

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

### **II-1-2-Production [3]:**

Au cours des dises compagnes oléicoles de 1990/1991 à 1999/2000, la production moyenne annuelle d'huile d'olive a atteint 31250 t, avec un minimum de 6000 t en 1990/1991 et un maximum de 54500 t en 1989/1999. En 2003/2004 la production a atteint un nouveau maximum de 69500 t.

La variété, mais aussi les conditions climatiques (la pluviométrie en particulier), influencent fortement le rendement des diverses régions oléicoles qui varie entre 17% et 24%.

### **II-1-3-Répartition de la production :**

La culture de l'olivier s'étire tout autour de la méditerranée, des côtes les plus humides jusqu'aux frontières des déserts. L'olivier, arbre millénaire, s'adapte à différents terrains et se contente de peu d'eau (moins de 200mm par an) dans les zones arides. Dans de telles régions, l'olivier est considéré comme une simple ressource naturelle, ces cultivars définis par leurs caractères fondamentaux et secondaires sont en pratique classés en fonction de la destination :

- Olives à double aptitude
- Olive à l'huile
- Olive de table

**Le tableau A:** représente le nombre des plus importants cultivars dans le monde.

Environnement cultivar, stade de maturité du fruit, techniques culturales et systèmes d'extraction sont les facteurs dominants qui déterminent la production et les caractéristiques chimiques et organoleptiques du fruit de l'huile.

La technologie de transformation de l'olive à l'huile est assez particulière, la mise en œuvre correcte de cette technologie permet d'avoir une huile d'olive de qualité. L'une des définitions en termes de qualité est l'authenticité de l'huile d'olive et la conformité aux nombreuses caractéristiques chimiques et organoleptiques prévues par les mesures du conseil oléicole international ou par les normes communautaires.

**Tableau A: nombre de variété d'olives dans différents pays oléicoles :**

|                     | <b>Valeur double aptitude</b> | <b>Variété à l'huile</b> | <b>Variété de table</b> |
|---------------------|-------------------------------|--------------------------|-------------------------|
| Algérie             | 5                             | 5                        | 0                       |
| Argentine           | 1                             | 3                        | 1                       |
| Chypre              | 1                             | 2                        | 3                       |
| Espagne             | 16                            | 24                       | 22                      |
| Californie+ Mexique | 2                             | 0                        | 2                       |
| France              | 15                            | 14                       | 1                       |
| Grèce               | 6                             | 10                       | 6                       |
| Irak                | 0                             | 6                        | 0                       |
| Israël              | 3                             | 1                        | 4                       |
| Italie              | 15                            | 36                       | 13                      |
| Maroc               | 3                             | 0                        | 1                       |
| Pakistan            | 0                             | 0                        | 2                       |
| Portugal            | 15                            | 6                        | 4                       |
| Tunisie             | 9                             | 5                        | 4                       |
| Turquie             | 0                             | 4                        | 8                       |
| Syrie               | 5                             | 1                        | 3                       |
| Ex-Yougoslavie      | 4                             | 4                        | 0                       |
| <b>Total</b>        | <b>103</b>                    | <b>122</b>               | <b>76</b>               |

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

### **Consommation [3]:**

Actuellement, l'huile est consommée pratiquement dans sa totalité dans les zones de production.

La consommation par habitant est passée d'une moyenne de 0,85kg au cours des années 1980 et 1990 à 1,43kg en 2000 et 1,53kg en 2004, soit une augmentation de 80%. L'auto consommation dans les zones traditionnelles est très forte.

La consommation d'huile d'olive pourrait facilement doubler si les mesures et dispositions suivantes étaient mises en œuvre :

- Une politique active de promotion de l'huile d'olive.
- Une adéquate formation et un transfert de technologie.
- Un renforcement en matière de soutien au secteur.

### **Huile d'olive Algérienne à la recherche sa voie [12] :**

Comparée à celle de la Tunisie, la production de l'Algérie en huile d'olive ne représente qu'un tiers. La Tunisie produit environ 110,000 tonnes dont elle exporte 70% essentiellement en Europe et 30% réserve à la consommation locale.

La filière oléicole de l'Algérie accuse un retard en matière de développement en amont et en aval.

La sécheresse et les incendies de forêts dans certaines régions du pays ne constituent pas les seuls responsables de ce retard. La culture de l'olivier, le savoir-faire dans ce domaine et aussi des structures d'appui font défiant.

L'absence de laboratoires spécialisés, d'unités de conditionnement, mais aussi la non maîtrise du processus complet, font que l'huile d'olive Algérienne ne peut rivaliser avec les productions des pays concurrent malgré sa qualité indéniable.

### **Evolution de la production :**

Tableau B : Evolution de la production oléicole(en tonnes)

| Campagne      | 96/97 | 97/98 | 98/99 | 99/00 | 00/01 | 01/02 | 02/03 | 03/04 | 04/05 |
|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Huile d'olive | 50000 | 31500 | 54500 | 42000 | 26000 | 25000 | 21000 | 69500 | 38000 |
| Oliver de     | 12000 | 11000 | 30500 | 34500 | 33500 | 48000 | 63500 | 59000 | 77000 |

|       |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|-------|--|--|--|--|--|--|--|--|--|
| table |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|-------|--|--|--|--|--|--|--|--|--|

Source : Ministère de l'Agriculture

La culture de l'olivier est très ancienne, son histoire se confond avec celle du bassin méditerranéen ; Il est généralement admis que son berceau fut la Palestine, la Syrie et le Liban [8]. Bien que son aire de répartition ne cesse de s'élargir, l'olivier reste cependant une culture méditerranéenne par excellence.

La production nationale, bien que modeste de par la qualité et la typicité de ces produits, des atouts sur lesquels pourrait être assis et consolidé son développement.

Pour garantir un développement harmonieux du secteur oléicole, il devient urgent de restructurer et moderniser l'oléiculture et utiliser des technologies appropriées pour l'extraction de l'huile dont la description est illustrée dans le chapitre suivant.

# Chapitre III :

## Extraction de l'huile d'olive



## Extraction de l'huile d'olive [13]:

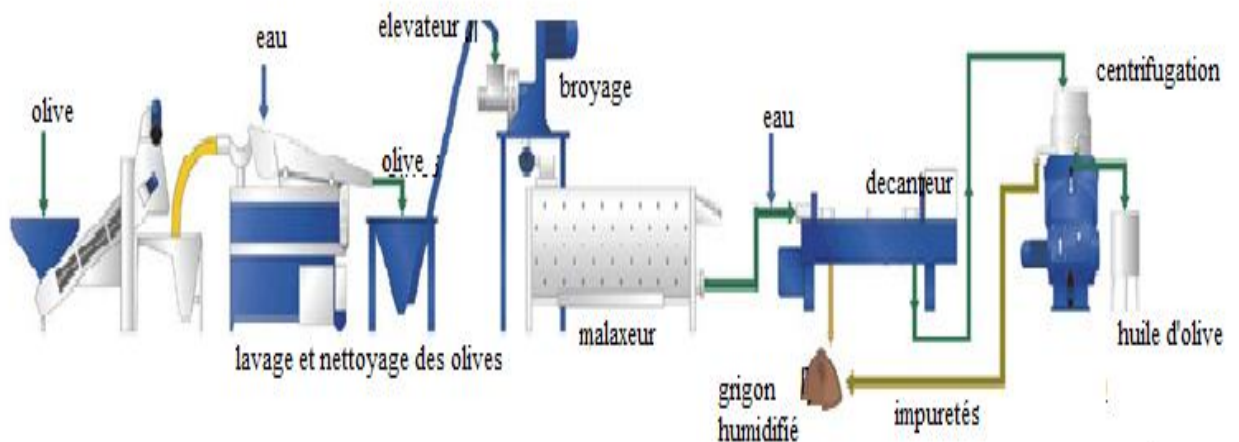
### Introduction :

En vue de garantir un développement harmonieux du secteur oléicole, il devient urgent de restructurer et moderniser l'oléiculture et utiliser des technologies appropriées pour l'extraction de l'huile. de telles technologies aideraient à produire une huile de qualité à un moindre coût.

La qualité de l'huile d'olive vierge, la seule huile alimentaire pouvant prétendre au qualificatif de \*naturelle\* est un atout majeur parce qu'elle est intimement liée aux valeurs nutritionnelles, biologiques, organoleptiques de l'huile.

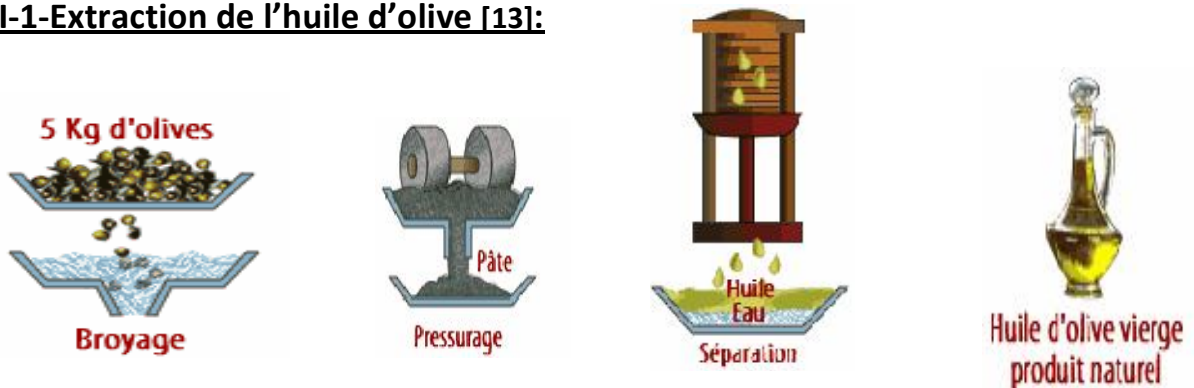
Une moindre qualité des huiles d'olive mures a leur image de marque qui justifiait jusque là pour le consommateur, leur pris relativement élevé par rapport aux huiles de graines.

En plus de l'authenticité de l'huile, le terme « qualité » englobe de nombreuses caractéristiques chimiques, physiques et organoleptiques qui peuvent être mesurées par des méthodes d'analyse tout à fait objectives (tableau ci-dessus) :



**Schéma d'un procédé moderne d'extraction de l'huile d'olive**

### III-1-Extraction de l'huile d'olive [13]:



#### **Dessin : Procédé traditionnel de l'extraction de l'huile d'olive**

La qualité de l'huile d'olive vierge, la seule huile alimentaire pouvant prétendre au qualificatif de \*naturelle\*, est un atout majeur parce qu'elle est intimement liée aux valeurs nutritionnelles, biologiques et organoleptiques de l'huile.

Une moindre qualité des huiles d'olive mûre à leur image de marque qui justifiait jusque là pour le consommateur, leur prix relativement élevé par rapport aux huiles de graines.

En plus de l'authenticité de l'huile, le terme « qualité » englobe de nombreuses caractéristiques chimiques, physiques et organoleptiques qui peuvent être mesurées par des méthodes d'analyse tout à fait objectives (tableau ci-dessous) :

#### **Huile d'olive de qualité :**

| Analyse physico-chimique                           | Valeur                |
|--|-----------------------|
| Acidité libre (%) (m /m) exprimée en acide oléique | ≤ 1                   |
| Indice de peroxyde en meq $O_2$ /Kg d'huile        | ≤ 20                  |
| Absorbance dans l'UV E à 270 nm                    | 0.69                  |
| $\Delta E$   | 0.1                   |
| Caractéristiques organoleptiques:                  | /                     |
| Odeur  | Irréprochable         |
| Goût   | fruité                |
| Couleur  | Claire, jaune à verte |
| Aspect à 20°c pendant 24 heures                    | Limpide               |

### **Huile d'olive de qualité :**

| Analyse physico-chimiques                        | valeur                |
|--|-----------------------|
| Acidité libre % (m /m) exprimée en acide oléique | ≤ 1                   |
| Indice de peroxyde en nec O2/Kg d'huile          | ≤ 20                  |
| Absorbance dans l'UV E à 270 nm                  | ≤ 0.69                |
| DE   | ≤ 0.1                 |
| Caractéristiques organoleptiques                 | /                     |
| Odeur  | Irréprochable         |
| Goût   | Acceptable            |
| Couleur  | Claire, jaune à verte |
| Aspect à 20°c pendant 24heures                   | limpide               |

La qualité de l'huile d'olive varie non seulement en fonction de la variété, du sol et 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.

### **III –2– Processus d'extraction des huiles d'olives par voie traditionnelle [13]:**

La production nationale de l'huile d'olive (estimée à 4500tannes/an) est assurée par les unités traditionnelles qui triturent environ 30% de la production d'olives, le reste de la production (70%) est traité par les unités semi-modernes et modernes discontinues utilisant les super-presses et les unités industrielles, employant un système continue à deux ou trois phases, avec centrifugation.

Les systèmes d'extraction de l'huile d'olive sont essentiellement de trois types : [12]

- ✓ Les unités de trituration qui sont équipées en presses et qui sont classées selon la pression exercée, les unités traditionnelles d'Akbou et de Seddouk : dont la pression est d'ordre  $100\text{kg}/\text{cm}^2$  , unités semi modernes dont la pression est aux environs de  $200\text{kg}/\text{cm}^2$  et les unités modernes équipées en super-presses pouvant développer une pression de  $400\text{kg}/\text{cm}^2$ .
- ✓ Les unités de trituration qui sont équipées en chaînes continues à trois phases avec deux centrifugations, la première pour séparer les grignons et les huiles plus margines et la deuxième pour séparer les huiles et les margines (les trois phases sont les grignons, les margines et les huiles).

#### **III-2-1- Processus d'extraction des huiles d'olives par pression à froid [13]:**

Le système dont le processus d'extraction est illustré dans la figure 1 utilise des presses à vis ou le cas échéant des presses hydrauliques.

La pâte issue de broyage est empilée sur les scourtins, à raison de 5 à 10kg/ scourtin. L'application de la pression sur la charge scourtins doit être réalisée de manière progressive.

La durée totale de l'opération de pressage, réalisée en une seule fois varie entre 45 à 60 minutes.

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

Etant donné que les huileries dotées d'un tel système d'extraction mettent en oeuvre, à l'instar, un broyeur à meule, la qualité des huiles produites par pression est assujettie à la qualité des huiles et de la propreté des scourtins. Les composants persistants dans le fruit se retrouvent intacts dans les olives, qui sont généralement plus \*franches et typiques\*.

Aussi les opérations de broyage et de pressage de la pâte des olives, conduites en pleine air, peuvent entraîner l'altération des huiles de cette pâte qui est exposée à l'air libre durant environ 1 heure, parfois plus. En effet, l'auto-oxydation de l'huile déclenchée par la présence de l'air provoque la dégradation des acides gras insaturés et par conséquent la formation des hydro peroxydes qui peuvent se composer et donner lieu à des produits volatils (aldéhydes, cétones...) conduisant à un état rancissement oxydatif de l'huile.

Un autre inconvénient de ce système, c'est qu'il génère des margines (60 à 70 l/100 kg de l'huile) en plus des huiles et des grignons, ces margines posent un sérieux problème de pollution de l'environnement.

Si la séparation de l'huile se fait dans des cuves de décantation, elle doit être opérée au moins une fois toutes les 8 heures, pour éviter un développement d'acidité et des défauts organoleptiques (défaut lies, putride et margines).

Le système de presse peut donner une huile riche en polyphénols permettant de la conserver convenablement, propre à la consommation selon la caractéristique physico-chimique mise en oeuvre par la réglementation en vigueur, il est utile de rappeler que la capacité de stockage d'une unité doit être adaptée à sa capacité de trituration. Les olives ne doivent pas dépasser plus de trois jours dans l'unité. D'autres paramètres de transformations sont déterminants de la qualité des huiles produites.

### **III-2-2-Processus technologiques d'élaboration des huiles d'olive [13]:**

La production nationale de l'huile d'olive est estimée à 25000 t/an est assurée par les unités traditionnelles qui triturent environ 30% de la production d'olives, le reste de la production (70%) est traitée par les unités semi-modernes et modernes discontinues utilisant les super-presses et les unités industrielles, employant un système continu à deux ou trois phases, avec centrifugation.

Les systèmes d'extraction de l'huile d'olive sont essentiellement de trois types :

- Les unités de trituration qui sont équipées en presses et qui sont classées selon la pression exercée.
- Unités traditionnelles d'Akbou et de Seddouk dont la pression est d'ordre 100kg /cm<sup>2</sup>, unités semi modernes dont la pression est aux environs de 200kg/cm<sup>2</sup> et les unités modernes équipées en super-presses pouvant développer une pression de 400kg/cm<sup>2</sup>.
- Les unités de trituration qui sont équipées en chaînes continues à trois phases avec deux centrifugations, la première pour séparer les grignons et les huiles plus margines et la deuxième pour séparer les huiles et les margines (les trois phases sont les grignons, les margines et les huiles).

#### ❖ **Système discontinu d'extraction par presse [13]:**

Le système dont le processus d'extraction est illustré dans la figure 1 utilise des presses à vis ou le cas échéant des presses hydrauliques.

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

Les scourtins doivent être lavés, selon la norme internationale en vigueur et à raison d'une fois par semaine, pour éviter l'augmentation de l'acidité de l'huile ou de lui conférer un défaut organoleptique (défaut dénommé \*scourtin\*) le choix de type de scourtin est un nettoyage approprié et régulier pour éviter ce goût de \*scourtin\* des huiles.

Etant donné que les huileries dotées d'un tel système d'extraction mettent en œuvre, à l'amant, un broyeur à meule, la qualité des huiles produites par pression est assujettie à la qualité des huiles et de la propreté des scourtins. Les composants persistants dans le fruit se retrouvent intacts dans les olives, qui sont généralement plus franches et typiques.

Aussi les opérations de broyage et de pressage de la pâte des olives, conduites en plein air, peuvent entraîner l'altération des huiles de cette pâte qui est exposée à l'air libre durant environ 1 heure, parfois plus. En effet, l'auto-oxydation de l'huile déclenchée par la présence de l'air provoque la dégradation des acides gras insaturés et par conséquent la formation des hydroperoxydes qui peuvent se décomposer et donner lieu à des produits secondaires volatils (aldéhydes, cétones etc.) conduisant à un état de rancissement oxydatif de l'huile.

Un autre inconvénient de ce système, c'est qu'il génère des margines (60à70l/100kg de l'huile) en plus des huiles et des grignons, ces margines posent un sérieux problème de pollution de l'environnement.

Si la séparation de l'huile se fait dans des cuves de décantation, elle doit être opérée au moins une fois toutes les 8 heures pour éviter un développement d'acidité et des défauts organoleptiques (défaut lies, putride et margines).

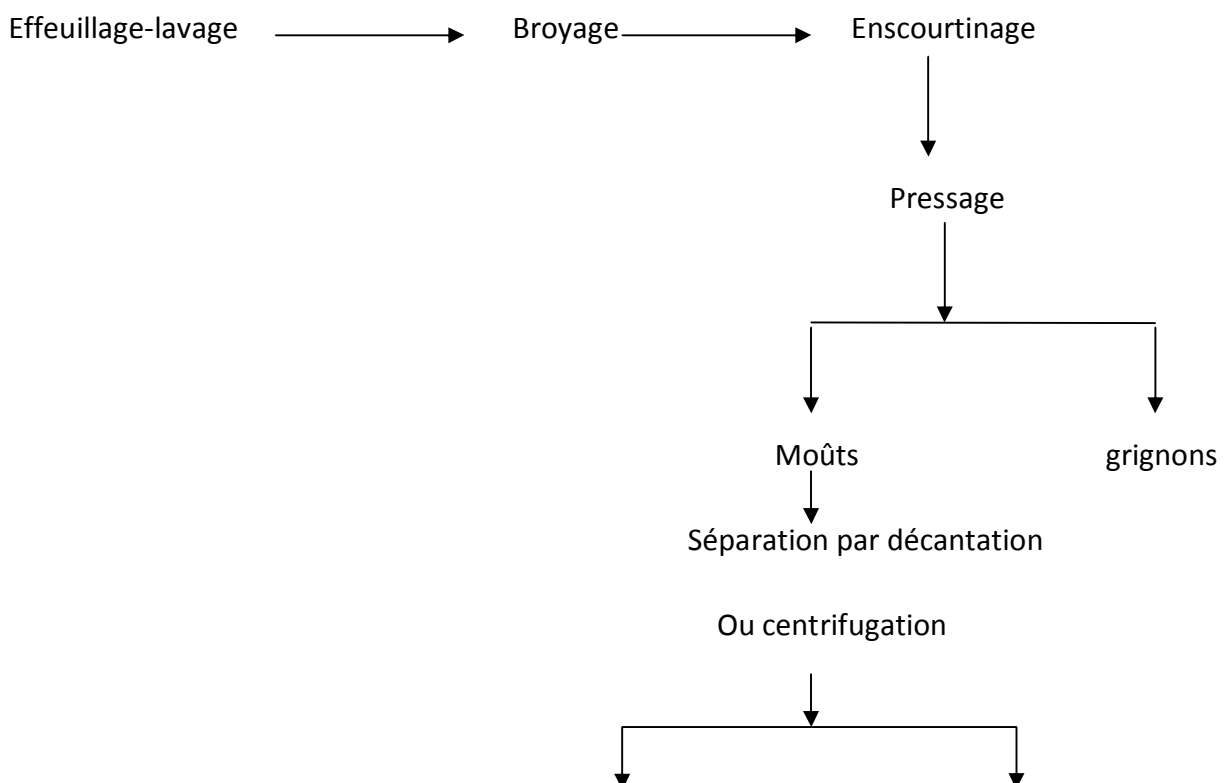
Le système de presse peut donner une huile riche en polyphénols permettant de la conserver convenablement, propre à la consommation selon la caractéristique physico-chimique mise en œuvre par la réglementation en vigueur, il est utile de rappeler que la capacité de stockage d'une unité doit être adaptée à sa capacité de trituration. Les olives ne doivent pas dépasser plus de trois jours dans l'unité. D'autres paramètres de transformations sont déterminants de la qualité des huiles produites par la pression. (Bulletin mensuel d'information et de liaison du PINTA MADRPM/DERD Juin 2006- Som N°41).

De part ses avantages sus-indiqués, le système d'extraction de l'huile d'olive par pression à froid est considéré rentable car il préserve les qualités organoleptiques et nutritionnelles de l'huile.

### Schémas technologiques de trois types d'extraction de l'huile d'olive [13]:

- 1) par presse
- 2) avec centrifugation à 3 phases
- 3) avec centrifugation à 2 phases

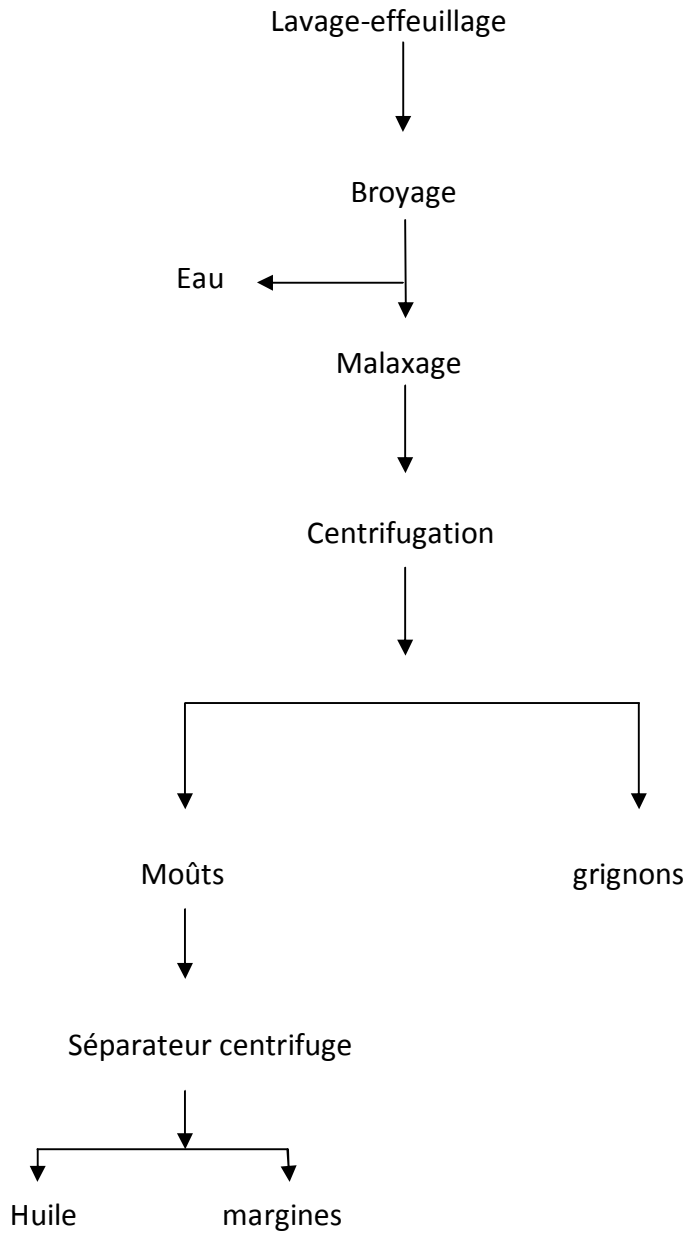
**Figure 1** : système discontinue d'extraction par presse



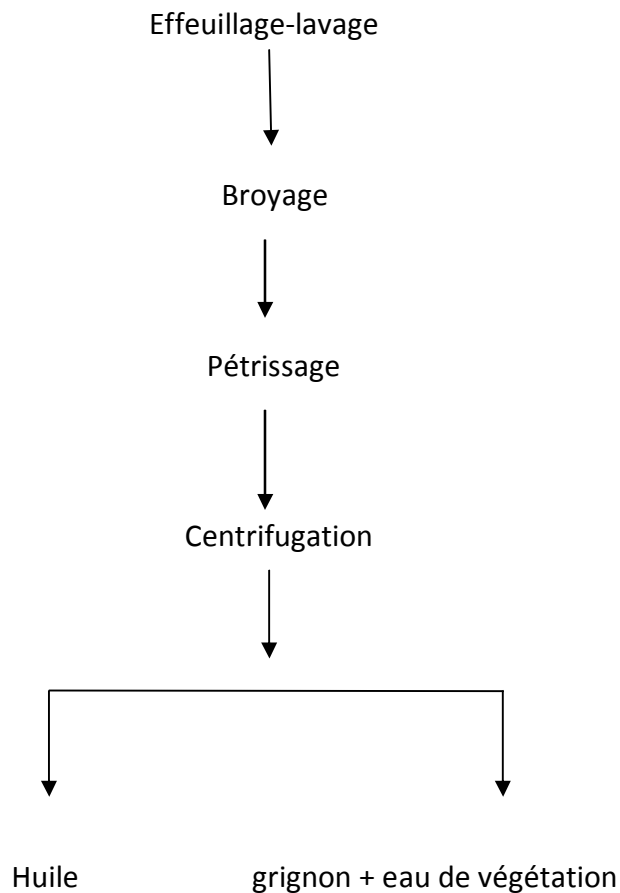
Huile

margines

**Fig. 2 :** système continu d'extraction avec centrifugation à 3 phases



**Fig.3 :** système continu d'extraction avec centrifugation à 2 phases



Le système d'extraction de l'huile d'olive par pression à froid, ne nécessite pas pléthore d'équipements de transformation, la ligne de fabrication est uniforme et homogène.

En outre, les machines sont peu coûteuses, peu encombrantes, disponibles dans le marché, présentent les avantages de robustesse et de simplicité de construction, assurant une bonne maîtrise de processus technologique. Ce système d'extraction est doté d'un procédé mettant en œuvre à l'amont, un broyeur à meules, donc la qualité des huiles d'olives obtenues produites est assujettie à la qualité des olives et de la propreté des scrutins lavés selon la norme internationale en vigueur (AFNOR) et à raison d'une fois par semaine pour éviter d'augmenter l'acidité de l'huile (altération par hydrolyse) ou de lui conférer un défaut organoleptique.

Si la séparation de l'huile se fait dans des cuves de décantation, elle s'est opérée au niveau de l'huilerie une fois toute les 8 heures, afin d'éliminer les eaux de végétation (margine) source de pollution, développement de défauts « lies, Putride ».

Par ailleurs, le système de presse peut donner une huile riche en polyphénols permettant de prolonger la durabilité de l'huile et la mettre à l'abri du phénomène



d'oxydation. L'huile obtenue par ce système dispose des critères suivants : propre à la consommation, préservant les qualités organoleptiques, nutritionnelles et sensorielles.

Le système d'extraction avec centrifugation à trois phases, de part sa capacité élevée de traitement (jusqu'à 300 tonnes d'olives/jour) des systèmes continus. Cependant, étant donné les apports élevés en eaux chaudes (40 à 60% du poids de la pâte), l'huile extraite se trouve appauvrie en composés aromatiques et en composés phénoliques avec comme conséquences une résistance plus faible à l'oxydation.

Comme il ressort du schéma sus-indiqué, le système de la centrifugation directe des pâtes nécessite l'addition d'eau tiède (20-25°C), ce qui est à l'origine d'un certain nombre d'inconvénients (Hammadi Chimi)

- Le système génère un volume considérable de margines
- Une consommation élevée d'eau et d'énergie thermique
- Les polyphénols, les tocophénols et le  $\beta$  carotène étant relativement hydrosolubles passent partiellement dans les margines.

### **Impact de processus d'extraction par les super presses [13]:**

L'extraction des huiles par les presses (3 produits obtenus huiles, margines, grignons) ne valorise pas au mieux la production du fruit d'olivier.

En effet les rendements en huile ne dépassent pas 20% (masse d'huile, masse de fruit entier dans les meilleurs cas).

Au niveau de la qualité des huiles produites, elles sont essentiellement de qualité moindre par rapport celles produites par le système de centrifugation à 2 phases.

Parfois les facteurs liés aux bonnes pratiques de fabrication ne sont pas respectés surtout que la majorité des opérations de transformation se passent en pleine air et affectant la qualité de l'huile produite de plus l'euscourtinage et la décantation peuvent conférer à l'huile le goût \*scourtin\* et \*margines\*.

L'huile aussi se trouve appauvrie en composés phénoliques totaux (183 ppm) et diphenols (105 ppm) par rapport à celle extraite par le système de centrifugation à 2 phases.

Le taux de dégradation des polyphénols de l'huile extraite par les presses est de 25,5 plus grand à celui des huiles produites par le processus de centrifugation à 2 phases (20,0) et par conséquent cette dernière huile résiste mieux à l'oxydation suite à la réaction favorisée des polyphénols surtout des diphenols (acide caféique, hydroxytyrosol).

L'huile extraite par les presses est donc caractérisée par un degré d'oxydation et une acidité élevée, ces défauts organoleptiques, une durée de conservation réduite et l'huile sera déclassée.

### **L'impact du processus d'extraction par centrifugation à deux phases [13]:**

L'extraction de l'huile dans les unités équipées de centrifugation à 2 phases (huiles et grignons) n'altère pas la qualité de l'huile produite. Les opérations de transformation se passent en clos et sont optimisées. L'huile ainsi extraite se trouve riche en substances naturelles de conservation (198 ppm pour les polyphénols totaux et 116 ppm pour les ortho-diphénols) par conséquent elle serait caractérisée par une durée de conservation, de 269 jours. L'huile résiste mieux à l'oxydation car le taux de polyphénols dégradés est faible (20,0)

Cependant l'huile produite peut présenter une amertume plus prononcée totalement pour certaines variétés ou une récolte précoce.

Tableau2 : Caractéristiques de qualité des huiles obtenue avec les différents systèmes d'extraction d'huile. [13]

| Déterminations                       | Décanteurs à 2 Phases | Décanteurs à 3 phases | Système super-presse |
|--------------------------------------|-----------------------|-----------------------|----------------------|
| -Acidité                             | 0,5                   | 0,6                   | 0,8                  |
| -Indice de peroxyde (mg/kg)          | 5,3                   | 5,0                   | 8,3                  |
| -Polyphénols totaux (mg/tyrosol)     | 198                   | 100                   | 183                  |
| -o-diphénols (mg/l d'acide caféique) | 116                   | 79                    | 105                  |
| -stabilité oxydative (jour)          | /                     | /                     | /                    |
| -Polyphénols totaux dégradés         | 26,9                  | 146                   | 210                  |
| - $K_{270}$                          | 0,17                  | 0,18                  | 0,25                 |
| - $\Delta k$                         | 0,01                  | 0,01                  | 0,01                 |
| -évaluation organoleptique           | /                     | /                     | /                    |
| -perception des défauts              | /                     | /                     | /                    |
| -acide                               | absence               | absence               | absence              |
| - lies                               | absence               | absence               | absence              |
| - margines                           | absence               | absence               | absence              |

|            |         |         |         |
|------------|---------|---------|---------|
| -rancidité | absence | absence | absence |
| -Scourtin  | absence | absence | absence |

### III-2-3- définition des types d'huiles [14]:

- ✓ **l'huile d'olive** : est l'huile obtenue a partir du fruit de l'olivier (*oléoeuropea sativa* Hoffin et Link) n'ayant subit aucune manipulation ni aucun traitement non autorisé aux sections 2-2et 2-3 de la présente norme.
- ✓ **l'huile d'olive vierge** : est l'huile obtenue a partir du fruit de l'olivier par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques, dans des conditions thermiques notamment, n'entraînent pas l'altération de l'huile.  
L'huile d'olive vierge est une huile propre à la consommation à l'état naturel.
- ✓ **l'huile d'olive raffinée** : est l'huile obtenue a partir de l'huile d'olive vierge, que son acidité et/ou ces caractéristiques organoleptiques rendent impropre a la consommation a l'état naturel, par des techniques de raffinage n'entraînant aucune altération de la structure glycéridique initiale.

### III-2-4- Quelques caractéristiques de l'huile d'olive vierge obtenue [8] :

#### III-2-4-1- Composition en acide gras :

La composition de l'huile d'olive révèle une nette prédominance de l'acide oléique mono insaturé, un faible pourcentage d'acides gras saturés et un pourcentage acceptable d'acides gras polyinsaturés. Ces derniers ont une grande importance biologique, du fait qu'ils ne peuvent être bio synthétisés par l'homme, et par conséquent ils doivent être apportés par le régime alimentaire. Dès lors, l'huile d'olive constitue une bonne source alimentaire de ces acides gras essentiels. Les résultats de recherche épidémiologiques récents sur la corrélation entre la nature des matières grasses du régime alimentaire et l'incidence des maladies cardiovasculaires et de l'athérosclérose, ont mis en évidence le rôle important de l'huile d'olive de par la basse fréquence de ces pathologies observées chez les populations traditionnellement consommatrices du produit.

La consommation d'huile d'olive favorise une modification des HDL corrélée à une augmentation la capacité d'efflux de cholestérol de ces HDL ; ceci représente un effet bénéfique sur le premier maillon de la chaine du transport reverse du cholestérol, d'ou potentiellement, une meilleur protection contre l'athérosclérose.

L'huile d'olive présente une composition qui varie, non seulement en fonction de la variété des olives, mais aussi, de la latitude de culture et de l'époque de récolte. Les limites variabilité de teneur des principaux acides gras de l'huile d'olive exprimée en % des acides gras totaux sont les suivantes :

- Acide palmitique : 7,5-20 %
- Acide palmitoléique : 0,3-3,5 %
- Acide stéarique : 0,5-5,0 %
- Acide oléique : 55-83 %
- Acide linoléique : 3,5-21 %
- Acide linoléique : < 1 %

#### **Les composés mineurs**

Comme il a été déjà indiqué l'huile d'olive contient un grand nombre de composés mineurs de nature glycéridique et non glycéridique.

**Les hydrocarbures, alcools linéaires et cycliques** : les alcools linéaires de la série ISO et ANTI-ISO avec des quantités importantes de squalène et de bêta carotène. Les différentes composées de cette fraction décroissent au fur et à mesure de la maturation, le squalène diminue de 80 à 77 % (par rapport aux insaponifiables totaux) alors que les autres composés disparaissent en fin de maturation.

**Les alcools terpéniques** : la présence d'alcools cycliques dans l'huile d'olive se limite à des taux très faibles (généralement inférieurs à 5 ppb)

**Les alcools tri-terpéniques** : le composant dominant de cette famille est le 24-méthylène-cycloarthéol. Il y a aussi le cycloarthénol et la bêta-amirine. Le premier tri-terpène synthétisé chez l'olivier est le cycloarthénol qui est obtenu suite à une cyclisation du squalène.

**Les Stérols** : les stérols sont des composés tétra cycliques comportant le plus souvent 27 - 28 ou 29 atomes de carbone. Les stérols constituent une fraction importante de l'insaponifiable ; ils en représentent entre 10 à 15 %. Le patrimoine en phytostérols de l'huile d'olive est singulier en effet, c'est la seule huile qui contient une quantité particulièrement élevée de bêta-sitostérol, substance qui s'oppose à l'absorption intestinale du cholestérol. L'analyse par chromatographie en phase gazeuse de l'huile d'olive, montre la présence d'une dizaine de phytostérols dont leur composition en % est la suivante :

- Cholestérol < 0,5 %
- Bêta-sitostérol : 80-90 %
- Brassicastérol : 0 %
- Delta 5 avenastérol : 3-14 %
- Campesterol : 2-4 %
- Delta 7 stigmastérol < 0,5 %
- Stigmastérol < 2 %
- Delta 7 avenastérol < 1 %

Le niveau de certains composés stéroliques ne doit pas dépasser les valeurs limites indiquées dans la réglementation CE 1997. Quelques composés ne sont pas présents dans l'huile d'olive vierge, mais peuvent apparaître après des opérations de raffinage comme le  $\Delta 5,24$  stigmastadiénol. Certains stérols peuvent subir une déshydratation au cours du raffinage

pour donner le stigmastadiénol .Ainsi, la détection de ce type d'hydrocarbure peut servir à la détection des huiles raffinées dans l'huile d'olive.

Les dialcools tri terpénique : la fraction insaponifiable de l'huile d'olive contient deux composés alcooliques tri terpéniques penta cycliques : l'erythrodiol et l'uvaol .la détermination de ces deux composés peut être utile pour la détection de l'huile de grignon dans l'huile d'olive vierge .D'après la réglementation CE97, le taux de l'erythrodiol + uvaol ne doit pas excéder 4,5% pour une huile d'olive vierge

Les Tocophérols : Les tocophérols sont des composés hétéro-acides ayant des poids moléculaires élevés plusieurs formes isolées ont été identifiées et désignées par :  $\alpha$ ,  $\beta$ , et  $\delta$  tocophérol .la teneur moyenne de huile d'olive est de l'ordre de 150 à 600 ppm .dans l'huile d'olive les tocophérols existent essentiellement sous forme  $\alpha$  .leur distribution dans les différentes parties anatomiques de l'olive est variable .Ces composés sont plus concentrés dans l'endosperme et l'épicarpe avec des différences substantielles dans la distribution des différents isomères. Dans l'endosperme il y a une prédominance de  $\beta$  et  $\gamma$  tocophérols.

Ces composés jouent un rôle important sur le plan nutritionnel : ils ont une activité vitaminique Les tocophérols sont aussi des antioxydants efficaces.

Les composés phénoliques : l'une des caractéristiques les plus importantes de l'huile d'olive est sa richesse en composés phénoliques. La teneur de ces composés varie d'un composé à un autre. Le tyrosol et l'hydroxytyrosol et leurs dérivés sont les composés les plus importants du point de vue de leur concentration. Les composés phénoliques de l'huile sont originaires du fruit. La feuille n'accumule que les formes glucosidiques. Les principaux composés phénoliques qui existent dans le fruit de l'*Olea europea* sont l'oleuropeine, la dimethyloleuropeine, l'ligstroside et la verbascoside. Les composés phénoliques sont transférés dans l'huile durant le processus de trituration. Ce passage dans l'huile, se passe déjà au niveau des tissus, mais le processus de l'extraction ne fait que réduire leur concentration. Les composés phénoliques existant dans l'huile sont des phénols simples (tyrosol et hydroxytyrosol), des phénols acides, particulièrement les dérivés des acides hydroxybenzoïque et hydroxycinnamique et d'autres produits de dégradation des glucosides.

Ces composés phénoliques sont généralement liés aux goûts amer et astringent de l'huile.

Pour obtenir une huile d'olive vierge aux bonnes caractéristiques de qualité il faut veiller à ce que toutes les opérations technologiques soient effectuées avec soin, cependant la caractérisation physicochimique de l'huile d'olives s'avère indispensable ainsi elle sera traitée dans le chapitre suivant.

# Chapitre IV

Caractérisation physico-chimique

de l'huile d'olive vierge

## **IV-1-Composition en acides gras de l'huile d'olive par chromatographie en phase gazeuse : Méthode standard préconisée par le conseil oléicole international**

### **Principe et définition :**

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

### **Mode opératoire :**

-Fabrication des esters méthyliques (applicable aux huiles et graisses d'acidité  $\leq$  4%) :

Dans un tube de 10 ml, introduire 0,2g d'huile, ajouter 5 ml d'hexane.

Ajouter 0,2 ml de KOH méthanolique à 2N

Agiter énergiquement puis laisser décanter.

-Injection :

Prélever, à l'aide d'une seringue de 10 ml, 0,1ml d'ester méthylique.

Injecter et démarrer la programmation, rincer la seringue à l'hexane (solvant de forte solubilité utilisé fréquemment dans les analyses des matières grasses).

| Conditions Opératoires pour les esters méthyliques |                        |
|--|------------------------|
| Chromatographie                                    | Chrompack CP 9002      |
| Détecteur  |                        |
| Injecteur  | SPLIT 1/100 (250°C)    |
| Gaz vecteur  | Azote                  |
| Colonne capillaire                                 | DB23 (50% Cyanopropyl) |
| Longueur (m)                                       | 30                     |
| Diamètre intérieur (mm)                            | 0,32 *0,25UM           |
| Epaisseur (µm)                                     | 0,25                   |
| Températures Injecteur (°C)                        | 250                    |
| Détecteur (°C)                                     | 280                    |
| Four (°C)  | 200                    |

| <b>Composition en acides gras des huiles d'olive (%)</b> |                      |                  |           |
|--|----------------------|------------------|-----------|
| Déterminée par chromatographie en phase gazeuse          |                      |                  |           |
| Acide gras   | Dénomination         | Moyenne normes % | Echant. % |
| C16 :0   | Acide palmidique*    | 11,8-----20      | 15        |
| C16 :1 $\omega$ 7  | Acide palmitoléique* | 0,81-----2,5     | 2,25      |
| C17 :0   | Acide margarique*    | 0,08-----0,9     | Trace     |
| C18 :0   | Acide stéarique*     | 2,2-----5        | 2,34      |
| C18 :1 $\omega$ 9  | Acide oléique**      | 55-----80        | 64,16     |
| C18 :2 $\omega$ 6  | Acide linoléique***  | 4-----20         | 14,62     |
| C18 :3 $\omega$ 3  | Acide linoléique***  | 0,3-----0,9      | 0,62      |
| C20 :0   | Acide arachidique*   | 0,00-----0,6     | 0,52      |
| Acides gras saturés *                                    |                      |                  |           |
| Acides gras monoinsaturés **                             |                      |                  |           |
| Acides gras polyinsaturés ***                            |                      |                  |           |

|                     |     |
|---------------------|-----|
| Quantité injectée : |     |
| ( $\mu$ l)          | 0,1 |
| (cm/mn)             | 0,5 |

**IV-1-1- détermination de la densité, indice de réfraction et le point de fusion :**

- ✓ **densité relative (20°C/eau a 20°C)** (Normes Codex STAN 33-1981(9))

|                                    |   |               |
|------------------------------------|---|---------------|
| Huile d'olive vierge               | } | 0,910 - 0,916 |
| Huile d'olive raffinée             |   |               |
| Huile de grignons d'olive raffinée |   |               |

- ✓ **indice de réfraction (n<sup>20</sup>)** (Normes Codex STAN 33-1981(9))

|                                    |   |                 |
|------------------------------------|---|-----------------|
| Huile d'olive vierge               | } | 1,4677 - 1,4705 |
| Huile d'olive raffinée             |   |                 |
| Huile de grignons d'olive raffinée |   |                 |

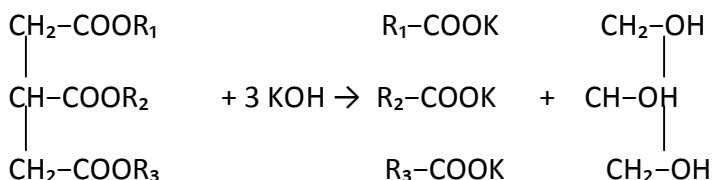


#### IV-1-2- Indice d'acide, indice d'iode, indice de saponification, détermination en fraction insaponifiable, indice de peroxyde :

✓ **Indice de saponification de l'huile d'olive :** (Normes Codex STAN 33-1981(9))

##### **Principe et définition :**

Les bases fortes réagissent avec les esters de glycérol selon la réaction :



Cette opération est longue et incomplète, pour l'accélérer et la rendre aussi complète que possible, il faut opérer en phase homogène, à température élevée en présence d'un excès de base.

✓ **L'indice de saponification (IS) :** (Normes Codex STAN 33-1981(9))

C'est la quantité de potasse exprimée en mg nécessaire pour transformer en savons les acides gras libres liés contenus dans 1g de corps gras.

##### **Mode opératoire :**

Dans un ballon à fond plat, on pèse 2g d'huile

-ajouter 25ml de potasse alcoolique et porter à l'ébullition sous réfrigérant à reflux (en présence d'un régulateur d'ébullition) pendant une heure en agitant de temps en temps.

-Titrer l'excès d'alcali dans la solution savonneuse chaude avec l'acide chlorhydrique en présence de phénolphaléine.

-Réaliser parallèlement, un essai à blanc dans les mêmes conditions mais sans l'huile.

##### **Expression des résultats :**

L'indice de saponification en mg de KOH est donné par :

$$IS = (C_1 - C_2 / M) \times 28$$

M : masse de la prise d'essai

C<sub>1</sub> : volume en ml d'acide chlorhydrique utilisé dans l'essai à blanc

C<sub>2</sub> : volume en ml d'acide chlorhydrique utilisé dans l'essai avec le corps gras

✓ **Indice de saponification (mg de KOH/g d'huile) :** (Normes Codex STAN 33-1981(9))

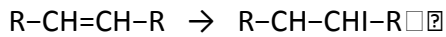
|                                    |   |           |
|------------------------------------|---|-----------|
| Huile d'olive vierge               | } | 184 - 196 |
| Huile d'olive raffinée             |   |           |
| Huile de grignons d'olive raffinée |   | 182 - 193 |

✓ **Indice d'iode :** (Normes Codex STAN 33-1981(9))

**Principe et définition :**

Dans la composition des corps gras saturés, mono insaturés et polyinsaturés.

Les liaisons éthyléniques de ces acides gras fixent les allogènes d'après la réaction :



Cette réaction peut être utilisée pour évaluer quantitativement le degré d'insaturation globale des chaînes grasses.

✓ **L'indice d'iode (II) :** (Normes Codex STAN 33-1981(9))

C'est le nombre de grammes d'iode fixés par 100 g de corps gras.

**Mode opératoire :**

Introduire 0,3 g de prise d'essai dans une fiole de 250 ml bouchée à l'émeri.

-Ajouter 25 ml de tétrachlorure de carbone pour dissoudre l'échantillon.

-Ajouter 25 ml de réactif de WIJS et verser le long des parois de la fiole.

-Boucher, agiter et placer à l'abri de la lumière pendant une heure.

-Après ce temps, on ajoute 20 ml d'iodure de potassium à 10% et environ 150 ml d'eau distillée, agiter le mélange.

-Titre avec le thiosulfate de sodium N/10 jusqu'à disparition de la couleur jaune.

-Ajouter à ce moment 1 ou 2 gouttes d'empois d'amidon et continuer à titrer jusqu'à décoloration (blanc, violet) → incolore.

-Réaliser parallèlement un essai à blanc dans les mêmes conditions sans la matière grasse.

**Expression des résultats :**

L'indice d'iode en g est calculé comme suit :

$$I.I = [(V_0 - V) \times P] \times 126,9$$

D'où :  $V_0$  : volume en ml de thiosulfate de sodium à 0,1N essai à blanc

V : volume en ml de thiosulfate de sodium à 0,1N dans l'essai avec l'huile (échantillon)

P : poids de la prise d'essai

126,9 : masse molaire de l'iode

**Indice d'iode (Wijs) :**

|  |   |                         |
|--|---|-------------------------|
| Huile d'olive vierge (mg/100g d'huile)   | } | 75 - 94                 |
| Huile d'olive raffinée (mg/100g d'huile) |   |                         |
| Huile de grignons d'olive raffinée       |   | 75 – 92 mg/100g d'huile |

✓ **insaponifiable (à l'éther de pétrole)**

|  |   |        |
|--|---|--------|
| Huile d'olive vierge (g/Kg)              | } | max 15 |
| Huile d'olive raffinée (g/Kg)            |   |        |
| Huile de grignon d'olive raffinée (g/Kg) |   | max 25 |

✓ **teneur en stérols (% de la somme du beta-sitostérol, du campesterol et du stigmastérol) :**

| %                                  | B-sitostérol % | campesterol % | cholesterol |      |    |      |
|------------------------------------|----------------|---------------|-------------|------|----|------|
| Huile d'olive vierge               | }              |               |             |      |    |      |
| Huile d'olive raffinée             |                |               |             | ≤9,3 | ≤4 | ≤0,5 |
| Huile de grignons d'olive raffinée |                |               |             |      |    |      |

✓ **acides gras saturés en position 2 :**

|  | Concentration maximum |
|--|-----------------------|
| Huile d'olive vierge % m/m             | 1,5 - 15              |
| Huile d'olive raffinée % m/m           | 1,8                   |
| Huile de grignon d'olive raffinée %m/m | 2,2                   |

✓ **indice de peroxyde (en meq d'O<sub>2</sub> peroxydique/Kg d'huile) :**

L'indice de peroxyde (I.P), exprimé en milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme (meq O<sub>2</sub>/Kg d'huile) a été déterminé par dissolution d'une masse d'huile d'olive dans un mélange d'acide acétique et chloroforme (3 :2V/V), la réaction est déclenchée dans l'obscurité en présence d'une solution saturée d'Iodure de potassium. Après un temps de repos l'iode libéré a été dosé par une solution de thiosulfate de sodium à 0,01N en présence d'empois d'amidon. Un essai témoin (sans matière grasse) a été réalisé dans les mêmes conditions.

Cet indice de peroxyde I.P : estime l'état d'oxydation, c'est un mécanisme lent mais inéluctable. En effet, les huiles peuvent s'oxyder en présence d'oxygène et de certains facteurs favorisant ce phénomène néfaste (température élevée, eau, enzyme, trace de métaux Cu, Fe Co...). Cette auto-oxydation ou rancissement oxydatif aldéhydique conduit dans un premier temps à la formation de peroxydes ou hydro peroxydes qui se décomposent ultérieurement en dérivés carbonylés aldéhydiques et hydro cétones (responsables de l'odeur de rance) et divers produits oxygénés (alcools, acides...) pour tous les échantillons d'huile analysés de la campagne oléicole 2011, les valeurs de l'indice de peroxyde varient entre 2-15meq d'O<sub>2</sub>/Kg d'huile, elles restent donc dans la norme fixée par le COI pour l'huile d'olive vierge extra (IP ≤ 20meq O<sub>2</sub>/Kg d'huile).

Les valeurs basses de cet indice montrent que l'huile a été extraite rapidement après la récolte des olives et qu'elle a été stockée dans de bonnes conditions. Il permet de penser que l'huile ne s'oxyde pas prématurément et se conserve au cours du temps.

Il faut noter que l'indice de peroxyde augmente avec la maturité des olives, et surtout à la suite d'un choc thermique, consécutivement à un gel ou à un processus de fabrication défectueux.

Le stockage inadapté est une des causes aussi d'augmentation de l'indice de peroxyde.

Les normes sont:

Huile d'olive vierge IP ≤ 20meq O<sub>2</sub>/Kg d'huile Huile d'olive raffinée IP ≤ 10meq O<sub>2</sub>/Kg d'huile

#### **IV-1-3-- Détermination des extinctions spécifiques (E<sub>232</sub> , E<sub>270</sub>) ou absorbance [15]:**

Les coefficients d'extinction spécifique K<sub>232</sub> et K<sub>270</sub> sont calculés respectivement à partir de l'absorption en dissolvant l'échantillon dans le cyclohexane ΔK a été calculé à partir de l'absorbance à 260, 268 et 274 nm. Les huiles d'olive analysées ont été homogènes et exemptes d'impuretés en suspension.

La lecture s'est faite dans des cuves de quartz, avec couvercle, de parcours optique de 1cm.

#### **IV-1-3-1- Détermination de la couleur par spectrophotométrie ultra-violet:**

##### **Méthode spectrophotométrie ultraviolette [15]:**

L'absorption de la lumière UV est en relation avec la nature, le nombre et la position des doubles liaisons qui comporte la molécule d'acide gras. Cette détermination, outre les difficultés (la pureté de solvant, performance de l'appareillage), ne présente que peu d'intérêt.

La détermination des extractions spécifiques en lumière UV des corps gras est un critère pour contrôler l'état d'oxydation, pour permettre en évidence le traitement de décoloration et donc détecter l'ajout d'huile raffinée l'huile vierge.

### **Matériels et réactifs :**

| Matériels  | Réactifs  |
|--|---|
| -ballon<br>-bêchers<br>- fioles coniques<br>- fioles jaugées<br>-éprouvettes graduées<br>-agitateur<br>-balance<br>-réchauffeur a plaque<br>-réfrigérant à reflux<br>-ampoules à décanter<br>-régulateurs d'ébullition<br>-spectrophotomètre visible<br>-équipement de distillation<br>-réfractomètre<br>-Matériel courant | -réactif de Hans<br>-Tétrachlorure de carbone<br>-solution iodure de potassium<br>-thiosulfate de sodium<br>-éther de pétrole<br>-hexane<br>-H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> aqueux a 20%<br>-éthanol a 96%<br>-acide acétique<br>-phénolphtaléine |

**Tableau 1** : classification des huiles d'olive vierges [16]:

| Catégorie b     | Acidité(%) | I.P*    | Extinction spécifique |           | Analyse sensorielle<br>note/échantillon<br>note/20 |
|-----------------|------------|---------|-----------------------|-----------|--|
|                 |            |         | E 232nm               | E 270nm   |  |
| Vierge extra    | Max :1.0   | Max :20 | Max :2.50             | Max :0.20 | ≥6.5   |
| Vierge          | Max :2     | Max :20 | Max :2.60             | Max :0.25 | ≥5.5   |
| Vierge courante | Max :3.3   | Max :20 | Max :2.60             | Max :0.25 | ≥3.5   |
| Vierge lampante | >3.3       | >20     | Max :3.70             | Max0.25   | < 3.5  |

IP : Indice de peroxy meq O<sub>2</sub>/kg

### **Adultération des huiles d'olive vierges par d'autres huiles végétales :**

Toutes les huiles végétales, en tant que produits d'origine naturelle, présentent une certaine variabilité de composition et de caractéristiques. C'est ainsi que la composition en acides gras de l'huile d'olive connaît d'importantes fluctuations(4), selon la variété, le sol et le climat, comme répété dans le tableau (2) (par exemple de 55 à 83% pour l'acide oléique, de 3.5M à 21% pour l'acide linoléique). Cette seule détermination n'est donc généralement pas suffisante pour s'assurer de la pureté de l'huile d'olive, en terme de possibilités d'ajout d'une autre huile végétale.

**Tableau 2** : caractéristiques d'huile d'olive dénommée<vierge extra>

| Echantillon | Acidité % | Indice de Peroxyde | Absorbance UV |      | Test sensoriel (note) |
|-------------|-----------|--------------------|---------------|------|-----------------------|
|             |           |                    | E 232         | E270 |                       |
| A           | 0.37      | 9.0                | 1.59          | 0.10 | 7.4                   |
| B           | 0.69      | 14.4               | 2.06          | 0.18 | 7.0                   |
| C           | 0.79      | 18.6               | 2.58          | 0.18 | 6.5                   |

### **Composition et caractérisation de l'huile d'olive :**

#### **Composition chimique de l'huile d'olive [17]:**

La fraction saponifiable de la majorité des huiles représente 99% de l'huile. L'huile d'olive est un ester de glycéride (glycérine) avec des acides gras à longues chaînes, qui constituent la phase de la structure moléculaire. Elle contient en outre des phospholipides, des phénols, des stérols, des aldéhydes, des cétones, des alcools, des substances colorées, des vitamines et des éléments inorganiques [17].

Selon la norme internationale applicable aux huiles d'olives et aux huiles de grignons d'olive, les constituants chimiques de l'huile d'olive vierge peuvent être subdivisés en deux catégories :

La fraction saponifiable (triglycérides, phospholipides etc.) et la fraction insaponifiable - constituants mineurs (hydrocarbures, les stérols, alcools tri- terpéniques, tocophérols, chlorophyles, caroténoïdes) [17].

#### **La fraction saponifiable :**

Les triglycérides : ils constituent la partie la plus importante de la fraction saponifiable, le reste est à la base d'acides gras libres. Ce sont les glycérides qui composent fondamentalement la matière grasse.

**Tableau3** : composition en acide gras par chromatographie en phase gazeuse (% m/m d'esters méthylique)

|                      |          |
|----------------------|----------|
| Acide myristique     | ≤ 0.05   |
| Acide palmitique     | 7.5-20.0 |
| Acide palmitoleique  | 0.3-3.5  |
| Acide heptdécamoïque | ≤0.3     |
| Acide heptdécanoïque | ≤0.3     |
| Acide stéarique      | 0.5-5.0  |
| Acide oléique        | 55-83    |
| Acide linoléique     | 3.5-21.0 |
| Acide linoléique     | ≤ 0.9    |
| Acide rachitique     | ≤0.6     |
| Acide gadoleïque     | ≤0.4     |
| Acide béhénique      | ≤0.2     |
| Acide lignocérique   | ≤0.2     |

**Tableau4** : composition en acides gras d'échantillons d'une huile d'olive, huile de tournesol et de leur mélange (%) Triglycérides d'ECN 42%

| Acides gras | Olive | Tournesol | Olive-Tournesol 97% |
|-------------|-------|-----------|---------------------|
| C16 :0      | 10.5  | 6.3       | 10.3                |
| C16 :1      | 0.7   | 0.1       | 0.7                 |
| C18 :0      | 2.9   | 5.0       | 3.0                 |
| C18 :1      | 75.8  | 19.4      | 74.1                |
| C18 :2      | 8.3   | 67.8      | 10.1                |
| C18 :3      | 0.8   | 0.1       | 0.8                 |
| C20 :0      | 0.4   | 0.2       | 0.4                 |
| C20 :1      | 0.4   | 0.1       | 0.4                 |
| C22 :0      | 0.1   | 0.7       | 0.1                 |

La connaissance des constituants majeurs et mineurs (partie glycéridique et non glycéridique) de l'H.O.V. sur le plan qualitatif et quantitatif est indispensable dans notre étude car elle présente des données sur la nature des substrats lipidiques insaturés qui contribuent essentiellement au phénomène d'oxydation. Cependant, le chapitre suivant qui traite la composition chimique des plantes (thym, ail et romarin) ainsi que ses principes actifs et leurs propriétés thérapeutiques connaît un regain d'intérêts du fait qu'elles contiennent des substances capables d'interrompre le rancissement oxydatif.

# Chapitre v :

## Caractéristiques de plantes végétales



## **Introduction :**

Notre choix qui a été porté sur l'usage des plantes végétales (thym, ail, romarin) dans notre étude s'est basé sur les constituants essentiels (huile essentielle, composés phénoliques, flavonoïdes) dotés de propriétés antioxydantes et de vertus d'aspect aromatisant que contiennent ces plantes. [18].



**Thym**



**Ail**



**Romarin**

### **V-1-Thym [18]:**

Genre de plantes (couramment appelées thym ou serpolet) famille de lamiacées.

Le genre comporte plus de 300 espèces. Ce sont des plantes rampantes ou en coussinet portant des petites fleurs roses pâles ou blanches.

Les plantes sont riches en huiles essentielles et à ce titre font partie des plantes aromatiques, la principale huile essentielle de *Thymus Vulgarus* est une terpenoïde qui lui donne son nom, le thymol, une substance bactéricide.

#### **V-1-1-Composition chimique [18]:**

Le thymol et le carvacrol sont les principaux composants, ainsi que le para-cymène, le 1,8 cinéol, le linanol et d'autres monoterpènes, flavonoïdes.

Les espèces peuvent être regroupées selon des chimio-types identifiés par la richesse.

#### **V-1-2- Propriétés médicinales [18]:**

Le thym est antiseptique et il a des propriétés antivirales. Il est aussi stomachique, expectorant et antispasmodique.

En aromate ou en infusion, c'est un désinfectant des voies digestives souvent utilisé en association avec le romarin et la sauge. Le thym soulage les digestions difficiles.

L'infusion de thym peut s'utiliser en bain de bouche en cas d'inflammation des gencives et en gargarisme en cas d'irritation de la gorge ou d'angine.

Mais surtout le thym ou des préparations contenant du thym s'utilisent en fumigation pour traiter les rhinites et les sinusites.

Le thym aussi peut être utilisé pour la maladie du foie.

## **V-2-L'ail [18]:**

L'ail, ail commun ou ail cultivé (*Allium sativum*) est une plante potagère vivace monocotylédone dont les bulbes, à l'odeur et au goût fort, sont souvent employés comme condiment en cuisine dans de nombreuses recettes. Une tête d'ail se compose de plusieurs caïeux ou gousses d'ail.

Nom scientifique : *Allium sativum*, de la famille des Amaryllidaceae (cette famille était précédemment considérée comme une sous-famille des Liliaceae).

Nom communs : ail commun, ail de cuisine, ail cultivé, chapon, perdrix, thériaque des pauvres, thériaque des paysans...

### **V-2-1- Principaux constituants [18]**

L'analyse chimique du bulbe d'ail montre qu'il contient :

- des substances minérales et oligo-éléments : calcium, cuivre, brome, magnésium, phosphore, potassium, sélénium, soufre, zinc, fer, etc. ;
- presque toutes les vitamines : provitamines A, B1, B2, B3 ou PP, B5, B6, C, une huile essentielle dont le principe actif (l'allicine) présente des propriétés particulièrement intéressantes :
  - réduire l'artériosclérose et les dépôts de graisse dans les artères,
  - normaliser la balance lipoprotéinique et réduire la pression sanguine,
  - avoir des propriétés anti-thrombose,
  - anti-inflammatoire et antioxydant d'une certaine importance.

### **V-2-2- Propriétés thérapeutiques de l'ail [18]**

L'ail est un antibiotique naturel qui a une action préventive et curative.

Il est à la fois antiseptique, antiviral et bactéricide, grâce à ses composés soufrés (très efficaces contre les angines et les maladies broncho-pulmonaires : bronchites ou grippe, par exemple).

L'ail est un hypotenseur cardio-vasculaire. Il contient de l'ajoène qui, tout comme l'aspirine, empêche la coagulation du sang et, de ce fait, apporte une meilleure fluidité et protège le système contre les risques cardiovasculaires. Il diminue donc la tension artérielle et le taux de cholestérol dans le sang.

### **V-3-Le romarin [18]:**

Du latin Ros marinus : rosée marine sans doute parce que le romarin ne voit aucun inconvénient à pousser en bord de mur bien au contraire.

#### **V-3-1-Characterisation:**

##### **Composition chimiques [18] :**

- 1 à 2% d'huile essentielle
  - 30% 1,8-Cinéol,
  - 16 à 20% Bornéols
  - <7% Bornyl acétate
  - <25%  $\alpha$ -pinène
  - 15 à 25% Camphres
- Camphrène, Résine, saponine, Verbénone, Flavanoides, Tanins,
- Ac. Romanirique, Romarincine, Choline, Saponine

#### **V-3-2-Propriétés médicinales [18] :**

Antiseptique, antibactérien, antifongique, anti infectieux

- \*Stimulant, stomatique, carminatif
- \*Cholagogue, cholérique
- \*Emménagogue
- \* Antitussif
- \*Antirhumatisme, antinévralgique
- \* Contre les problèmes circulatoires (en frictions)
- \* Cicatrisant (sommités fleuries)

# Chapitre VI

## Etude de l'altération de l'huile d'olive

## VI-Etude de l'altération: (rancissement oxydatif) [19]

### Introduction :

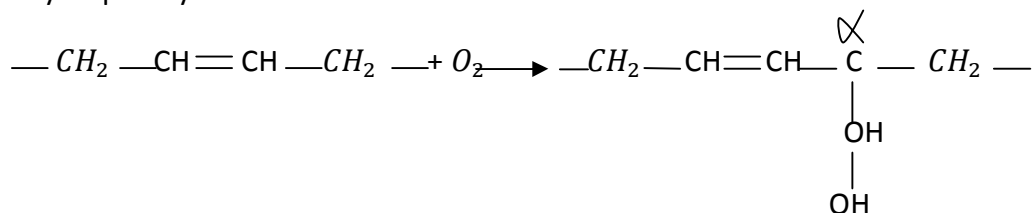
Des phénomènes d'oxydation peuvent se produire durant le traitement des huiles à partir des matières premières jusqu'à l'entreposage de l'aliment, ainsi que pendant le stockage, la consommation et l'utilisation.

La forme sous laquelle se présentent les huiles est un élément important, à savoir sous forme libre, de graisse tissulaire ou confinée dans une structure tissulaire ou encore en phase dispersée.

### VI-1-Dosage des produits d'oxydation [19]:

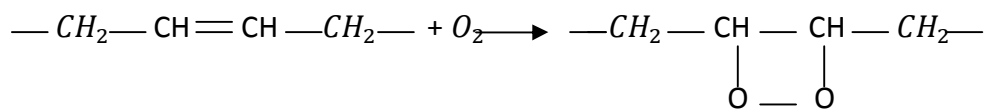
L'oxydation est un phénomène fondamental dans toutes les industries des corps gras : huilerie, margarinerie, savonnerie, cosmétique, alimentation de bétail l'altération chimique des corps gras insaturés par l'oxygène de l'air conduit à la formation d'un peroxyde. Cette réaction étant une réaction autocatalytique, commence lentement puis après une période d'induction ou l'oxydation est pratiquement indécélable s'accélère de façon exponentielle.

L'oxygène se fixe sur les chaînes grasses suivant la température à laquelle a lieu l'oxydation : en dessous de 60%, la réaction prédominante est la formation d'un hydroperoxyde en  $\alpha$  de la double liaison



La fixation d'oxygène s'accompagne d'un déplacement de la double liaison qui conduit pour les acides polyinsaturés plus facilement oxydables que les acides monoinsaturés à la formation de systèmes diéniques conjugués majeure partie sous forme trans.

Entre 60° et 130°, le mode de formation du peroxyde est différent car l'oxygène se fixe pour la double liaison pour donner un épiperoxyde.



- a) Les « produits de scission » résultants de la coupure de la chaîne grasse au niveau de la double liaison qui donne toute une série de composés à chaîne courte dont les plus importants sont : les aldéhydes et les cétones. Ces aldéhydes peuvent eux même se peroxyder puis se dégrader en un aldéhyde à un atome de carbone de moins que l'aldéhyde primitif et en acide formique.

Ce sont les produits de scission qui sont responsables de l'odeur des corps gras rances.

- b) Les produits oxydés de même longueur de chaîne que l'acide de départ les cétones insaturés,  $\alpha$ -dicétones, hydroxyacides qui constituent la plus grande partie des « acides oxydés ». Sous certaines influences, en particulier, celle des ions  $H^+$ , les peroxydes insaturés se décomposent de façon très particulière pour donner un acide insaturé ayant une double liaison de plus que l'acide de départ la totalité des doubles liaisons du nouveau composé formé étant conjugué :

L'hydroperoxyde linoléique engendrera ainsi un triène conjugué.

L'hydroperoxyde linoléique un triène conjugué.

Les ions  $H^+$  ne sont pas les seuls responsables de cette décomposition et s'observent également dans les corps gras ayant subi des centrifugations accompagnés accidentellement d'une oxydation.

- c) Les produits d'oxydation de poids moléculaire supérieur à ceux du départ résultants de la polymérisation de deux ou plusieurs chaînes oxydées liées entre elles soit par des ponts oxygènes soit par des liaisons carbone carbone.

Les systèmes diéniques et triéniques conjugués paraissent donner plus facilement naissance à des produits de polymérisation qu'à des produits volatiles de leur oxydation.

Pour évaluer l'état d'oxydation d'une huile on détermine son indice de peroxyde: Il existe de nombreuses méthodes de mesure d'un indice de peroxyde (IP). Il existe aussi, ce qui est une grave source de confusion, de nombreux modes d'expression de l'IP.

Actuellement, les trois modes d'expression les plus fréquemment employés définissent donc l'IP:

- Comme le nombre de microgramme d'oxygène actif par gramme de corps gras,
- Comme le nombre le millimoles de peroxyde par kilogramme de corps gras,
- Comme le nombre de milliéquivalent d'oxygène actif par kilogramme de corps gras.

Dans une molécule de peroxyde (qu'il s'agisse d'hydroperoxyde ou d'épiperoxyde il y a une molécule d'oxygène fixée. Mais sur les deux atomes d'oxygène un seul est "actif", c'est à dire sur le plan analytique capable d'oxyder par exemple des iodures en iode.

Les deux méthodes les plus employées sont des méthodes iodométriques, l'une à chaud qui est la plus rapide et la plus simple à exécuter, l'autre à froid qui est la méthode normalisée sur le plan international.

Le principe donc est le même:

Oxydation d'iodure en iode par l'oxygène actif du peroxyde.

### **VI-2-Substrats lipidiques exposé au phénomène d'oxydation [19]:**

Les substrats lipidiques de ces réactions sont principalement les acides gras insaturés, libres, ils s'oxydent généralement plus vite que lorsqu'ils font partie de molécules de triglycérides ou phospholipides. Mais c'est surtout le degré d'insaturation qui influence la vitesse d'oxydation : à 100°C les vitesses relatives d'oxydation des acides stéariques (C<sub>18</sub>: 2 et linoléique C<sub>18</sub>: 3).

Les acides gras insaturés saturés ne sont s'oxydent qu'à une à 60°C, tandis que les acides gras polyinsaturés s'oxydent même lors de l'entreposage des aliments à l'état congelé.

Le principale problème posé par ces réactions d'oxydation de lipides résident dans la formation de composés volatils d'odeur désagréable, ce qui peut limiter la durée de conservation d'aliment divers.

Les principaux substrats non saturés de l'oxydation sont souvent les phospholipides insaturés, licitines.

D'autres substrats non saturés peuvent subir des réactions d'oxydation analogues : certains hydrocarbures présents dans les huiles, en particulier le squalène (C<sub>30</sub>H<sub>50</sub>) la vitamine A et les pigments caroténoïdes et chlorophylliens la vitamine E (tocophérol) et les alcools triterpéniques.

Les composés formés peroxydés sont au départ des hydroperoxydes puis par décomposition ils se forment des composés secondaires volatils ou non volatils (aldéhydes, cétones) de flaveur désagréable qui déprécie les qualités organoleptiques, nutritionnelles et sensorielles.

### **VI-3-Oxydation de l'huile d'olive [19]:**



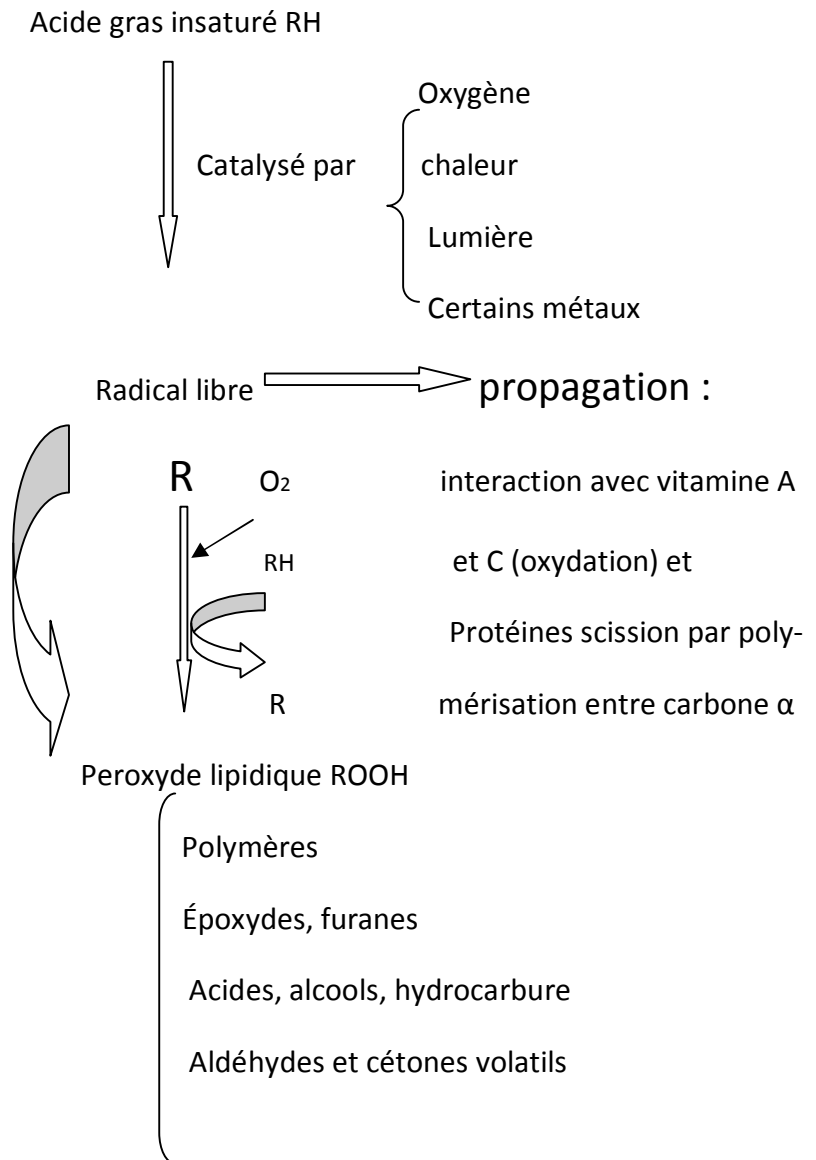
### VI-3-1-Composés exposés à subir l'oxydation :

Les substances de ces réactions sont principalement les acides gras insaturés libres. Mais surtout le degré de l'insaturation qui influe la vitesse d'oxydation, le principale problème posé par les réactions d'oxydation de l'huile réside dans la formation de composés volatils d'odeur désagréable, ce qui peut limiter la durée de conservation d'aliment.

#### Schéma général des réactions d'oxydation des lipides :

On peut distinguer dans l'oxydation des lipides, trois groupes de réactions (figure1)

**Figure 1** : réactions d'oxydation des lipides



L'évaluation de la stabilité oxydative des huiles peut répondre à plusieurs objectifs tels que : -l'évaluation de l'efficacité des antioxydants

- la résistance d'une matière grasse à l'oxydation
- la conformité a un cahier de charges
- la détermination de la durabilité d'un corps gras

### VI -3-2- mécanisme réactionnel de l'auto-oxydation [19]:

L'auto-oxydation de la matière grasse abandonnée au contact de l'oxygène constitue un ensemble complexe de réactions non complètement élucidées.

Elles conduisent à la rupture des chaînes carbonées avec le développement de produits par la plus part volatils à structure carboxylée. Les propriétés organoleptiques sont altérées : c'est le rancissement.

L'auto-oxydation des acides gras insaturés (RH) procède par un ensemble de réactions en chaîne aux quelles participent surtout des radicaux libres  $\{ R^\bullet \}$ . Une séquence impliquant une étape d'initiation correspondant à l'activation de la molécule d'acide gras, une phase de propagation et des réactions de terminaison.

Une fois, l'oxydation des huiles initiées par l'arrachement d'un atome d'hydrogène sur une chaîne d'acide gras.

#### a. Initiation :

L'initiation de la réaction consiste en la formation d'un radical libre par arrachement d'un atome d'hydrogène d'une chaîne d'acide gras généralement insaturé :



L'oxydation des huiles est d'abord très lente du fait de la faible vitesse d'initiation.

En effet le départ de l'atome hydrogène est peu probable en raison de l'énergie d'activation élevée de la réaction. il est cependant facilité par :

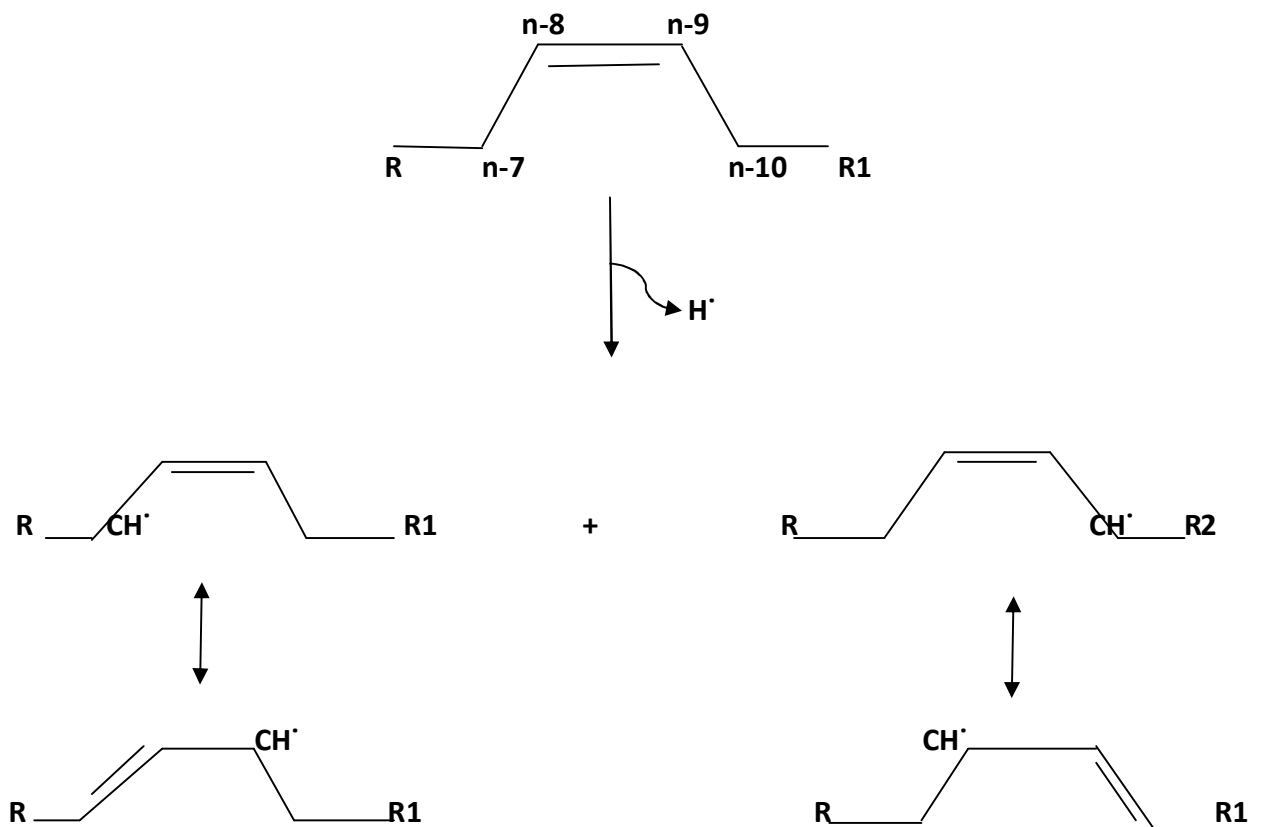
- le chauffage (thermolyse)
- la lumière (photolyse)
- des radiations ionisantes
- la présence d'ions métalliques polyvalents libres ou liées à des molécules organiques
- certains enzymes (lipoxygénase)

Lorsque l'arrachement de l'atome d'hydrogène s'effectue en  $\alpha$  de la double liaison, l'électron célibataire de la structure radicalaire est stabilisée par résonance.

Dans le cas de l'acide oléique, le radical est formé en position n-7 ou n-10.

En raison de la délocalisation de l'électron célibataire par résonance, quatre radicaux libres d'acides gras, isomères de position sont obtenus (figure A).

**Figure A:** mécanisme d'auto-oxydation des acides gras mono insaturés.



Les radicaux d'acide gras en position n-7 ou n-10 sont légèrement plus abondants que les radicaux d'acides gras en position n-8 ou n-9.

Cependant la proportion relative de chacun des radicaux libres d'acide gras varie en fonction de la température. Son augmentation tend à homogénéiser les populations des radicaux.

## **b. Propagation :**



Les radicaux d'acides gras ainsi formés réagissent avec l'oxygène triplet  $3O_2$  dissout dans la phase lipidique ou atmosphérique après diffusion. La réaction d'un radical libre avec une molécule d'oxygène est très rapide lorsque la teneur en oxygène n'est pas limitante. L'interaction conduit à la formation d'un radical peroxy ( $ROO^\bullet$ ).

Le dernier se stabilise sa structure par l'arrachement d'un atome d'hydrogène sur une autre chaîne d'acide gras (RH). Le radical libre d'acide gras ( $R^\bullet$ ) ainsi formé peut continuer la réaction suivant le même principe, c'est la phase de propagation.

Elle est possible sans apport extérieur car le potentiel d'oxydo-réduction des hydroperoxydes ( $ROO^\bullet/ROOH$ )-1V est supérieur à celui des acides gras ( $R^\bullet/RH$ )-0,6V elle est catalytique. La constante de vitesse de la réaction de propagation est de l'ordre de  $10^6$  mol.L.S. Ceci explique que lorsque la teneur en oxygène n'est pas limitante, la très large majorité des radicaux est sous forme peroxy.

Il existe plusieurs types d'oxydations qui mettent en œuvre les mécanismes réactionnels très différents, aboutissant au rancissement oxydatif ou hydrolytique.

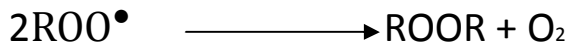
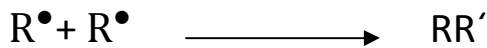
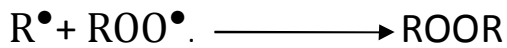
Les altérations conduisant au rancissement oxydatif sont l'auto-oxydation, la photo-oxydation et l'oxydation enzymatique catalysée par la lipoxygénase. Les produits primaires de ces oxydations sont des hydroperoxydes qui peuvent générer, après leur dégradation, des composés, de faible poids moléculaire (carboxyles, alcools, acides) dont certains sont très olfactifs. A ce stade la flaveur de «rance» se développe dans l'huile altérée ce qui réduit sa qualité marchande et conditionne directement sa durée de conservation alimentaire.

Lors de la phase de propagation, un seul radical libre d'acide gras peut initier la formation de nombreuses molécules d'hydroperoxyde. Les quantités d'hydroperoxydes générés correspondent à la quantité d'hydrogène consommé lors de l'oxydation des chaînes d'acide gras.

La vitesse de formation des hydroperoxydes s'accélère au cours de temps.

## **c. Terminaison :**

Lorsque la concentration en radicaux libres devient suffisamment importante, ces derniers peuvent se combiner pour terminer la réaction :



La dernière de ces réactions prédomine la pression partielle de l'oxygène est élevée. L'enthalpie d'activation des réactions de terminaison est faible, mais la limite provient de facteur de probabilité de rencontre des radicaux entre eux.

Sur la base de ces réactions l'auto-oxydation de la matière grasse fraîche évolue en trois périodes distinctes :

☒ la période d'induction où il y a formation d'hydroperoxydes stable, le goût de la matière grasse n'est pas altéré.

☒ la période d'oxydation active où la formation d'hydroperoxydes s'accélère (est accéléré).

☒ la période d'accélération des réactions secondaires.

L'absorption de l'oxygène est rapide sous qu'il y ait augmentation de l'indice de peroxyde le goût de la matière grasse est fortement altéré.

### VI -3-3- L'impact de l'oxydation des huiles d'olives [20] :

**-Impact nutritionnel et organoleptique** : dégradation des vitamines liposoluble et des acides gras essentiels, développement des saveurs anormales, changement de couleur.

**-impact secondaire** : les produits secondaires d'oxydation montrent des effets cytotoxiques et mutagènes (cas de malondialdéhyde qui réagit avec l'ADN) ou encore des effets cancérigènes, mutagènes et athérogènes (cas des monomères cycliques et oxystérols)

**-impact économique** : perte de chaleur marchande due à l'oxydation qui déprécie la qualité du produit. C'est le cas par exemple des huiles d'olive vierges dont la prise est fonction de la qualité \*extra, fine, courante, et lampante \* l'huile d'olive vierge lampante ne pouvant être consommée en l'état.

### VI -3-4- Facteurs influençant l'oxydation [21]:

- Facteurs physico-chimiques :

#### **a)-Activité de l'eau (Aw) :**

L'Aw et l'état physique de l'eau influencent fortement la stabilité oxydative d'un aliment la stabilité maximale des lipides observée pour les Aw comprises entre 0,2 et 0,4. (La stabilité)

maximale .la vitesse relative d'oxydation des lipides augmente très significativement de part et d'autre de cette fenêtre, sur les plages d'Aw comprises entre 0,2 et 0 ou entre 0,4 et 0,7. Au delà d'une Aw de 0,7, la vitesse d'oxydation des lipides est ralentie en décroît (figure C).

L'influence de l'Aw est complexe car elle implique plusieurs mécanismes. En effet, l'eau peut augmenter la vitesse d'oxydation des lipides en augmentant la mobilité des réactants. Elle peut également la ralentir en retardant la décomposition des hydro peroxydes et en diluant les catalyseurs d'oxydation.

### **b)-Le pH :**

Le pH intervient sur le mécanisme d'oxydation les lipides, principalement en modifiant la solubilité de l'activité des catalyseurs et des inhibiteurs de l'oxydation.

L'activité des antioxydants est généralement couplée à leur solubilité mais pas uniquement.

Ainsi, les polyphénols sont plus actifs à pH basique ou leur solubilité est la meilleure. En effet, l'affaiblissement énergétique des fonctions hydroxyles avec l'augmentation de pH facilite le transfert de l'atome d'hydrogène aux radicaux lipidiques.

L'accessibilité de la matière grasse aux catalyseurs vus aux inhibiteurs d'oxydation module également la vitesse d'oxydation des lipides :

- La température :

L'effet de la température sur l'oxydation de lipides est complexe et dépend de la concentration en oxygène dans le milieu. Lorsque celle-ci n'est pas limitant la vitesse d'oxydation des lipides est de façon générale régie par la loi d'Arrhenius et augmente avec la température.

Cependant la contribution relative des divers mécanismes d'initiation de l'oxydation des lipides augmentent avec la baisse de la température du fait de la solubilité accrue de l'oxygène dans la phase aqueuse.

Aussi la baisse de la température, lors de la cristallisation de la fonction lipidique à plus haut point de fusion exclue l'oxygène des zones cristallisées. L'oxygène se trouve alors concentré avec la fraction lipidique la plus instaurée ce qui facilite la propagation de l'oxydation des lipides. Une augmentation de l'espérance de vie, le rôle antioxydant de ces composés pourrait de façon plus spécifique protéger les lipoprotéines des processus oxydatifs mais leur activité est variable selon leur structure.

- Les arômes : ces composés sont responsables de la flaveur de l'huile, globalement, ils représentent 250 à 300 ppm. Le profil des composés aromatiques d'huile dépend de sa qualité... ainsi une huile d'olive fraîche de bonne qualité a un profil de composés issus principalement des voies de biosynthèse normales.

- Par contre une huile d'olive de moindre qualité aurait un profil plus complexe qui renferme aussi des composés volatiles responsables du goût défectueux. Les principaux défauts de l'huile d'olive sont évalués par les arômes moisi, humide vineuse, rance et métallique.

La raison principale de l'apparition du goût indésirable est la formation de composés volatils produits par une sur maturation du fruit, une oxydation des acides gras instaurés suite à une attaque bactérienne ou un stockage des olives avant l'extraction des huiles.

### **VI-3-5-Inhibiteurs de l'oxydation des huiles d'olives vierge [19]:**

Certaines molécules naturellement présentes dans le règne végétal (plantes) exerçant une action, anti oxydante sur les huiles soier en limitant la propagation des radicaux libres soit par un contrôle de l'activité des catalyseurs d'oxydation. Ainsi elles retardent en ralentissant la décoloration ou l'apparition de flaveur indésirables due à l'oxydation des huiles.

Pour une durée supérieure à 10 heures, il est impossible de faire l'essai en une seule journée, après 8 heures de chauffage, il faut alors retirer les tubes du bain thermostatique, les purger avec de l'azote, les plonger dans la glace, les maintenir à l'obscurité à 0° jusqu'au lendemain.

Pour que la méthode donne des résultats corrects, le virage de l'indicateur correspond sensiblement à un indice de peroxyde de 10 milli moles/Kg, il faut qu'à un moment du remplissage des tubes, l'atmosphère du laboratoire d'analyse soit rigoureusement exempte de vapeurs acides ou alcalines.

Dans ces conditions, les résultats obtenus par l'usage de cette méthode sont pour les corps résistant à l'oxydation moins de 10 heures (maximum de temps d'oxydation réalisable en une journée de travail (moins de 10 % d'écart entre 2 essais).

Pour les huiles végétales, la durée de résistance des corps grand non anti oxygène en général de 18 à 20.

### **VI-3-6- Action anti radicalaire des antioxydants [19]:**

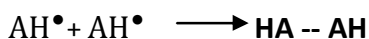
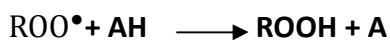
Certains composés ayant la propriété antioxydants sont des piègeurs à radicaux libres, ils interviennent en transférant un atome d'hydrogène à l'espèce radicalaire. Les antioxydants réagissent préférentiellement avec les radicaux peroxydes car ce sont les radicaux majoritaires lors de l'expiration des huiles d'olives.

Les échanges d'atome d'hydrogène retarde significativement la propagation des l'oxydation.

L'efficacité d'un antioxydant résulte de la présence sur les molécules d'une liaison de faible énergie faisant intervenir un atome d'hydrogène. Plus l'énergie de cette liaison est faible, plus le transfert de l'atome d'hydrogène à un radical lipidique est favorisé énergiquement et donc son produit rapidement.

L'efficacité d'un anti oxydant dépend aussi de son aptitude à réduire l'énergie de sa structure radicalaire afin qu'il ne soier pas à son tour un catalyseur d'oxydation. (Ainsi les

antis oxydants) (Les antis radicalaires) ainsi les antioxydants radicalaires (AH°) sont souvent stabilisés par une délocalisation des électrons par résonance. Ils peuvent transmettre un second hydrogène à un autre radical lipidique et adopter une structure moléculaire plus stable non radicalaire (A) ou réagir entre eux pour former un dimère stable (HA- AH) :



Les structure chimiques les plus communes qui participant au piégeage les radicaux libres sont les groupements hydroxydes des dérivés phénoliques, car ils transfèrent rapidement un ou deux atomes d'hydrogène et forme un dérivé phénolique stable, radicalaire ou non, les dérivés ortho-et- para sont les plus efficaces, parce qu'ils donnent des radicaux libres relativement stables du fait de la délocalisation de l'électron entre les formes de résonance.

Le radical libre antioxydant est d'autant plus stable que le groupement substituant est plus grand, l'action antioxydant diminuant toutefois dans ce cas :

La cinétique de disparition des antioxydants est directement liée à l'instauration de la matière grasse. Les matières grasses fortement instaurées et par conséquent prompt à la formation des structures radicalaires consomment rapidement les antioxydants tant que l'antioxydant est présent dans le système.

### **B-Contrôle et prévention de l'oxydation des huiles d'olives vierges [19]:**

L'oxydation des huiles est dépendante de la composition, la concentration et l'activité de substances de réaction, de la balance des agents pro-oxydants d'antioxydants.

Elle est responsable d'une perte de qualité nutritionnelle (diminution de la teneur en acides gras polyinsaturés ou des vitamines antioxydants) organoleptique (formation de molécules responsables de saveurs indésirables).

En outre, les réactions mises (en œuvre) en jeu dans l'oxydation des huiles d'olives font la plupart du temps intervenir des radicaux libres ou de formes très actives de l'oxygène, qui sont mises en cause dans le processus de vieillissement dégénératif de l'organisme ou dans des pathologies graves (en particulier certaines formes de cancer, l'athérosclérose, les maladies cardio-vasculaire et le diabète).

Lutter contre l'oxydation des huiles d'olives représente un enjeu considérable pour les huileries. Pour ce faire, il faudra minimiser les pertes en antioxydants durant les étapes technologiques, sélectionner des plantes ou des ingrédients issus des plantes naturellement riches en molécules antioxydants ou bien incorporer des antioxydants dans l'action alimentaire.

Parallèlement il faudra éviter d'exposer les huiles obtenues à des catalyseurs d'oxydation (les températures élevées, ou la lumière en particulier les denrées contenant des photosensibilisateurs).



L'usage des antioxydants naturels appartient à des familles chimiques diverses (composés phénoliques, tocophérols divers, acide ascorbique).

Les composés phénoliques sont essentiellement les acides phénoliques, les flavonoïdes les anthocyanes. Ils interviennent soit en interrompant la phase de propagation de l'oxydation soit en activant les catalyseurs d'oxydation.

Les limites à la mise en œuvre des antioxydants dans les matrices alimentaires sont liées à leur interaction avec d'autres constituants (protéines et composés phénoliques) ou aux modifications de couleur ou de saveur.

### **VI-3-7-Méthodes d'évaluation globale de l'oxydation [20] :**

Les méthodes très nombreuses sont toujours conventionnelles et non jusqu'à maintenant être appliquées au contrôle des transactions commerciales. Parmi elles :

Le test à l'acide thiobarbiturique (T.B.A) donne avec les graisses oxydées une coloration rouge extractible par les solvants organiques et possédant un max d'absorption à 530 nm.

Le test à la diphénylcarbazide basé sur la propriété qu'à une suspension rouge dans le tétrachlorure de Carbone de donner une coloration rouge avec les graisses rances dont le max d'absorption est à 550 nm la coloration étant d'autant plus intense que le CG est oxydé. Les produits qui rentrent en réaction sont nombreuses et la détermination est extrêmement délicate n'est pas d'un emploi courant.

#### **❖ Dosage par spectrophotométrie, ultra-violette U.V [15]:**

Tous les CG naturels, contenant au moins en faible quantité de l'acide linoléique, l'oxydation d'un corps conduit à la formation d'hydroperoxyde linoléique, diène conjugué, qui absorbe au voisinage de 232 nm. Si l'oxydation se poursuit il se forme des produits secondaires d'oxydation en particulier des dicétones  $\alpha$  et des cétones insaturés qui absorbent vers 270 nm, l'extinction à 232 nm est forte (à 270nm) plus CG est riche en produits secondaires d'oxydation. Cette méthode est liée à la composition chimique voisine d'évaluation de l'huile.

En outre, elle ne peut s'appliquer à des CG contenant lorsqu'ils ne sont pas oxydés des triènes conjugués comme par exemple « Swifs ».

#### ***Mode opératoire :***

Huiles brutes au vierges dissoudre 50 mg d'huile exactement pesés dans 10 ml de solvant (cyclo Hexane) déterminer l'absorbance à 270 nm [20], [21].

Si elle est  $\leq$  à 0,10  $\longrightarrow$  refaire la mesure sur une solution 2 fois plus concentrée.

Si elle est  $\geq$  à 0,80 refaire la mesure sur une solution de 50 mg dans 50 ml. Déterminer sur une solution à 0,1% (50ml dans 50 ml), l'absorbance à 232 nm. E 270 produits secondaires  $\leq$  à 0,20.

Leur oxydation est surtout peroxydique ce qui correspond à une E notable à 232 nm

|                      |             |             |
|----------------------|-------------|-------------|
| Olives sélectionnées | E270 = 0.09 | E232 = 1.08 |
| Olives altérées      | E270 = 0.34 | E232 = 2.04 |

On observe une période d'induction pendant laquelle l'oxydation se déroule lentement suivie d'une accélération brutale de l'oxydation des lipides avec dans un premier temps une accumulation de peroxydes qui seront ensuite décomposés en petites molécules volatils ou condensés sous forme de polymères. L'apparition de rancissement intervient généralement en fin de période d'induction.

Déterminer le niveau d'oxydation où la susceptibilité à l'oxydation d'un aliment lipidique n'est pas toujours aisée, car les corrélations entre la concentration en indicateurs de l'oxydation et la détérioration organoleptique ou la durée de conservation d'un aliment ne sont pas toujours satisfaisantes.

La durée de la phase d'induction correspond à la résistance à l'oxydation où à la susceptibilité à l'oxydation d'un aliment. Elle s'évalue généralement par le temps nécessaire pour atteindre une soudaine augmentation de la vitesse d'oxydation ou pour qu'apparaisse une flaveur rance. Bien que les tests de résistance à l'oxydation pratiqués dans les conditions proches que possible des conditions de stockage des aliments soient les plus informatifs sur la stabilité d'un aliment. Ainsi, la susceptibilité d'un aliment à l'oxydation est estimée par les tests d'oxydation accélérée sous des conditions autorisées (A o m, Active oxygène méthode) Rancimat : ORAC, oxygen radical absorbance capacity), le chauffage est souvent utilisé pour accélérer l'oxydation des huiles.

### **VI-3-8- Méthodes d'évaluation de la stabilité oxydative des huiles [20]:**

#### **Introduction :**

Les oxydations représentent les principales altérations de matières grasses insaturées, aboutissant à leur rancissement oxydatif. Selon les mécanismes réactionnels mis en œuvre les oxydations sont subdivisées en auto-oxydation, photoxydation et oxydation enzymatique.

Les matières grasses s'altèrent essentiellement par oxydation, les altérations microbiologiques de ces produits sont exclues dans la mesure où leur activité d'eau est pratiquement nulle. Il existe plusieurs types d'oxydation qui mettent en œuvre des mécanismes réactionnels très différents aboutissant au rancissement oxydative ou hydrolytique.

L'oxydation est un phénomène fondamental dans toutes les industries des corps gras : huilerie, margarinerie, savonnerie, cosmétique, alimentation bétail.

L'altération chimiques des corps gras insaturés par l'oxygène de l'air par la formation d'un peroxyde cette réaction étant une réaction autocatalytique (d'où le nom d'autoxydation qui lui est souvent donné), commence lentement, puis après une période d'induction où l'oxydation est pratiquement indécélable s'accélère de façon exponentielle.

L'oxygène fixe sur les chaînes grasses de façon différente suivant la température à laquelle a lieu l'oxydation :

-la fixation d'oxygène s'accompagne d'un déplacement de la double liaison qui conduit pour les acides polyinsaturés plus facilement oxydable que les acides monosaturés à la formation des systèmes diénique conjugués majeure partie sous forme trans.

Les produits secondaires de réaction constituent :

**Les produits de scission** : résultants de la coupure de la chaîne grasse au niveau de double liaison qui donne toute une série de composés à chaîne courte dont les plus importants sont : les aldéhydes et les cétones, ceux sont les produits de scission responsables de l'odeur des corps gras rances.

**Les produits oxydés de même longueur de chaîne** : que l'acide de départ cétones insaturés  $\alpha$ -dicétones, hydroxyacides qui constituent la plus grande partie des acides oxydés

Sous certaines influences, en particulier celle des ions  $H^+$ , les peroxydes insaturés se décomposent de façon très particulière pour donner un acide insaturé, ayant une double liaison de plus que l'acide de départ, la totalité des doubles liaisons du nouveau composé formé étant conjugué :

-L'hydroperoxyde linoléique augmentera ainsi une triène conjuguée.

-l'hydroperoxyde linoléique une triène conjuguée, les ions  $H^+$  ne sont pas les seuls responsables de cette décomposition, s'observe également dans les corps gras ayant subi des centrifugations accompagnés accidentellement d'une oxydation.

➤ **Test au Rancimat : (Norme ISO 6886)**

Le test Rancimat a été utilisé selon le projet de norme internationale ISO/DIS Pr 6886 afin de déterminer le temps de résistance d'un corps gras antioxydé ou non. L'appareil est un Rancimat 679 (méthrom). La température de mesure est fixée selon le cas à  $98^\circ C$  ou  $110^\circ C$ , le débit d'air est réglé à 20 litres/h et la prise d'essai a été augmentée à 3 grammes afin de permettre aux tubulures d'arrivée d'air de plonger dans l'échantillon pendant la durée de l'expérimentation [23].

Le tracé de la conductivité en fonction du temps de résistance ou temps d'induction (point d'inflexion) est direct. Le test est très utilisé dans les cahiers de charges pour évaluer la stabilité oxydative des matières grasses. La spécification de TIR (temps d'induction au test de Rancimat, exprimé en heures) correspond au temps pendant lequel la matière grasse a résisté à un stress oxydatif (vieillesse prématurée). Le principe donc de ce test consiste à vieillir prématurément des matières grasses (l'huile d'olives vierges) par décomposition thermique à  $98^\circ C$ , sous un bullage intensif d'air. Les acides organiques, produits de dégradation de cette oxydation poussée, sont entraînés par un courant d'air et recueillis

dans une cellule de mesure remplie d'eau distillée. le temps d'induction est déterminé par conductimétrie et correspond au TIR [23].

Le test au Rancimat offre l'avantage de suivre plusieurs échantillons en parallèle, avec des résultats rapides.

Ce test est très utilisé pour évaluer la stabilité oxydative des matières grasses. L'appareil utilisé est le Rancimat, la spécification du temps d'induction (TIR) au test Rancimat, exprimé en heure, correspond au temps pendant lequel la matière grasse a résisté à un stress oxydatif [23].

Le principe du test consiste à vieillir prématurément les matières grasses par décomposition thermique à une température bien déterminée, sous un bullage intensif d'air. Les produits de dégradation de cette oxydation poussée, sont entraînés par un courant d'air et recueillis dans une cellule de mesure remplie d'eau distillée (Rahmani, 2007).

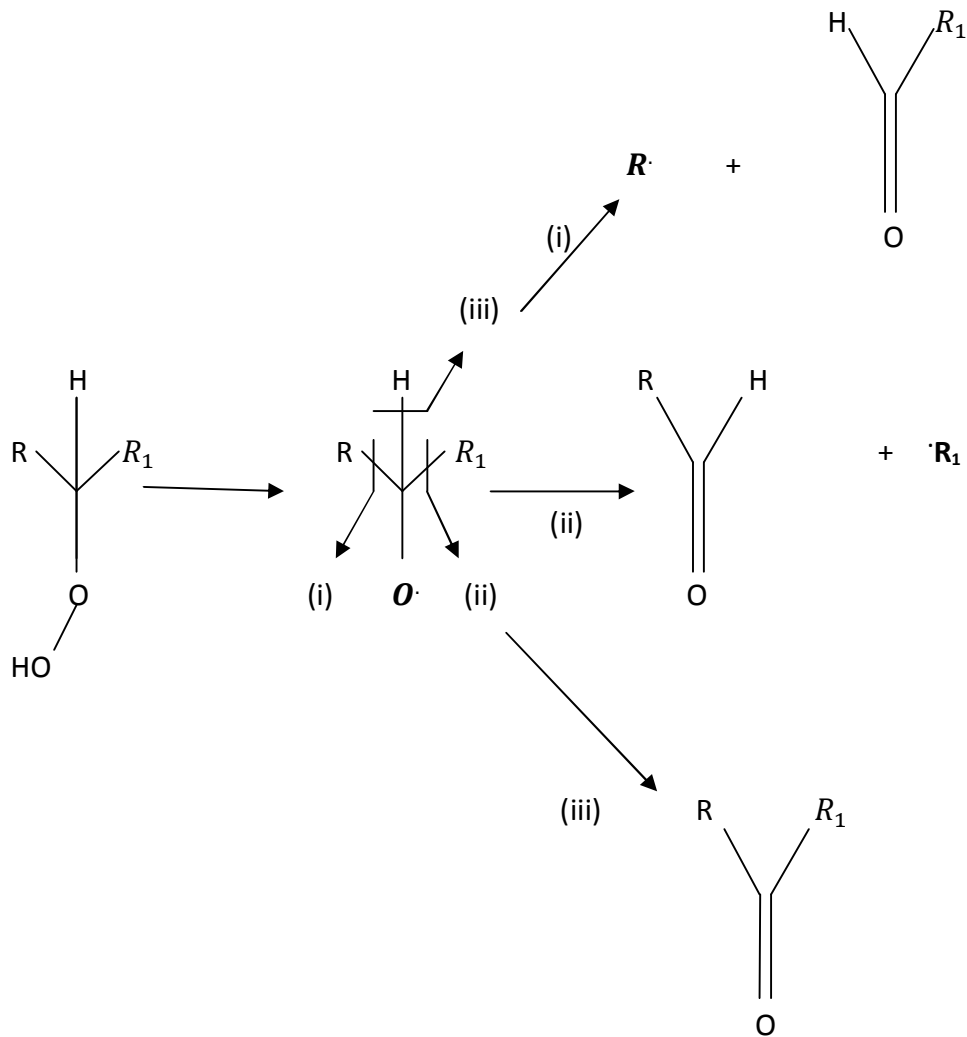
Le teste de Rancimat est déterminé selon la norme ISO : 6886. Une prise d'essai de 3g d'huile est placée dans un bloc de chauffage de Rancimat, la température est maintenue à 98°C, le débit d'air est réglé à 10 l/h et les composés volatils libérés pendant le processus de dégradation sont rassemblés dans un récipient contenant 60 ml d'eau distillée. Le logiciel du système de Rancimat a évalué les courbes résultantes automatiquement.

Les matières grasses s'altèrent essentiellement par oxydation les altérations microbiologiques de ces produits sont exclues dans le mesure ou leur activité de l'eau est pratiquement nulle [23].

Il existe plusieurs types d'oxydations qui mettent en œuvre des mécanismes réactionnels très différents, aboutissant au rancissement oxydatif ou hydrolytique.

Les altérations conduisant au rancissement oxydatif sont l'auto oxydation, la photooxydation et l'oxydation enzymatique.

Les produits primaires de ces oxydations sont des hypéroxydes qui peuvent générer après leur dégradation, des composés de faible poids moléculaire (carbonyles, alcools, acides...) dont certains sont olfactifs (figure1).



**Figure 1 :** Formation d'aldéhydes et de cétones par décomposition des hydroperoxydes.

(i), (ii) (iii) ; différentes possibilités de stabilisation du radical alkoyl.

A ce stade, la flaveur de rance se développe dans altérée, ce qui réduit sa qualité marchande et conditionne directement sa durée de conservation.

Le rancissement oxydatif limite leur durée de vie et les rend impropres à la consommation alimentaire. Cependant la réglementation maghrébine des denrées alimentaires a établi des

Indices d'oxydation, qui sert à évaluer l'état de peroxydation (rancissement oxydatif) il s'agit le plus souvent de l'indice de peroxyde (I.P) et de l'indice d'acide ou de l'acidité.

Les huiles d'olives vierges a « lampante » dont l'indice de peroxyde est supérieur et / ou l'acidité (exprimée en acide oléique) dépasse 3,3 % sont interdites à la consommation alimentaire.

- impact nutritionnel et organoleptique :

- dégradation des vitamines liposolubles et des acides gras essentiels ; développement de flaveur normales changement de couleur
  - Impact sanitaire : les composées secondaires d'oxydation montrent des effets cytotoxiques et mutagènes (cas de malondialdéhyde qui réagit avec l'ADN ou encore des effets cancérigènes mutagènes (cas des monomères cycliques et oxyterols.
  - Impact économique : perte de la valeur marchande suite à l'oxydation qui déprécie la qualité du produit l'huile d'olive vierge « extra » est de meilleure qualité et se vend plus chère que les autres catas gènes.
- l'évaluation de la stabilité oxydative des huiles peut répondre à plusieurs objectifs, tels que :
- l'évaluation de l'efficacité des anti oxydants
  - la résistance d'une huile à l'oxydation
  - la conformité à un cahier de charges
  - la détermination de la durabilité d'un corps gras

#### ➤ **Test de vieillissement accéléré [24]:**

Deux tests de vieillissement accéléré ont été étudiés et utilisés, pour les huiles végétales, un test en couche mince a été mise au point. Le principe de ce test est de mettre un maximum d'échange entre l'oxygène de l'air et l'huile. Après différents essais de cinétique d'oxydation, le protocole suivant a été retenu : 5 grammes d'huiles sont placés dans une boîte de pétri afin d'obtenir un rapport masse d'huiles/surface équivalent à 5g/70cm<sup>2</sup>. L'échantillon témoin (l'huile non antioxydé) sont ensuite placés dans une étuve thermostatée à 50 +/- 2°c avec renouvellement d'air. Le suivi analytique de l'évolution de l'état d'oxydation des échantillons est réalisé sur une durée de 400 heures.

Déterminer l'indice de peroxyde chaque douze heures pour étudier l'évolution de l'oxydabilité de l'huile d'olive.

Par la mesure de l'indice de peroxyde mais par la mise en évidence colorimétrique des produits volatils acides qui prennent naissance lorsque l'oxydation devient notable et que les produits secondaires se forment. les produits acides sont mis en évidence par un changement de couleur d'une indicateur de pH en solution très faiblement alcaline, choisi pour que le virage coïncide sensiblement avec la valeur de 10 milli moles/kg de l'indice de peroxyde. Cette façon de faire est assez complexe et peu reproductible. La modification faite à ce test consiste à décolorer un indicateur de PH (rouge de Crésol) par des produits volatils acides formés lors de l'oxydation. Le temps (heurs) nécessaire à la décoloration de l'indicateur coloré, encore appelé < temps de Swift < mesure la résistance de la matière grasse à l'oxydation.

Matériels : bloc métallique ou bain thermostatique, permettant de loger les tubes (en verre destinés au corps gras de 22 mm de diamètre et de 240 mm environ de hauteur, dans les quels plonge un tube coudé en verre de 5 mm de diamètre) à 98°C +/- 0,2. Tube destinés à la solution, indicateur de 16 mm de diamètre.

➤ **Test de Swift [24]:**

C'est la méthode qui permet d'obtenir des résultats rapidement. Le principe de la méthode consiste à oxyder par un courant d'air humide l'huile maintenue à 98°C dans un bain thermostaté. La mise en évidence de l'oxydation est réalisée dans le test normalisé par l'A.O.C.S, par la mesure de l'indice de peroxyde en fonction du temps. Mais cette méthode est une exécution assez complexe, sans que sa reproductibilité soit très satisfaisante.

Il est préférable d'utiliser le test de Swift dans la version de LOURY. Si le principe reste inchangé, l'oxydation n'est pas révélée.

Matériels : Bloc métallique ou bain thermostatique, permettant de loger les tubes (en verre destinés au corps gras de 22 mm de diamètre et de 200 mm de hauteur, muni d'un bouchon rodé creuse portant un tube plongeant de 5 mm de fond et d'un tube coudé de dégagement de même diamètre portant une boule de sécurité.

Tube destinés à la solution, indicateur de 16 mm de diamètre et de 240 mm environ de hauteur, dans les quels plonge un tube coudé en verre de 5 mm de diamètre.

Système d'épuration de l'air constitué par deux flacons laveurs, l'un contenant de l'acide sulfurique, l'autre une solution de soude à 40%, séparés par un flacon de garde et d'un tube en U contenant de la laine en verre

-Débitmètre à bille

Flacon de garde à la sortie des tubes contenant la solution indicatrice

Pipette de 1 ml et 10 ml

Les tubes à réaction doivent être soigneusement lavés avant chaque essai avec un détergent non ionique de préférence et parfaitement rincés. Les tubes à essai durent contenir la solution indicatrice doivent être également soigneusement lavés à l'eau distillée et leur neutralité au rouge de Crésol vérifiée avant l'essai.

Mode opératoire :

Chauffer l'échantillon au bain-marie le rendre homogène. Verser à l'aide d'un entonnoir 20g d'échantillon préparé dans chaque tube destiné au corps gras, placé par exemple sur le plateau d'un trébuchet. Introduire 1 ml de la solution d'indicateur (rouge de Crésol à 0,2% dans l'éthanol) dans chaque des tubes prévus à cet effet et diluer avec l'eau distillée (le tube peut porter un repère tracé à l'avance).

Placer le tube contenant la prise d'essai dans le bain d'huile ou le bloc métallique, établir la connexion entre le tube contenant le corps gras et celui contenant la solution indicatrice (dissoudre 0,1 g de rouge de Crésol cristallisé dans 14,3 ml de solution de soude à 0,1 N ajustée à 250 ml avec de l'eau distillé dans une fiole jaugée). A l'aide d'un caoutchouc siliconé et faire passer l'air à la vitesse de 8 l/h soit environ 50 à 60 bulles à la minute dans le cas d'un tube de 5 mm de diamètre intérieur.

Au bout de temps plus ou moins long les produits volatils formés au cours de l'oxydation et entrainer par le courant d'air dans la solution d'indicateur provoquant l'abaissement du pH de cette solution. Lorsqu'elle vire du carmin au jaune, l'essai est terminé.

#### Expression des résultats :

Exprimer le résultat par la durée en heures entre le début de l'essai et l'observation du virage. L'essai doit être effectué au mois en triple et si les résultats ne sont pas suffisamment convergents, il est prudent de recommencer une seconde série de 3 essais.

La résistance à l'oxydation (test de stabilité à l'oxydation) est mesurée dans les systèmes où un paramètre d'oxydation est augmenté la température, l'accessibilité pour l'oxygène, l'ajout d'ions cuivre et autres pro-oxydants.

Des exemples de test sont : le test de four de Schaal, le test accéléré à l'étuve, le test de Swift. Ces tests sont actuellement employés par la méthode de Rancimat.

Il s'agit de tests accélérés effectués dans des conditions opératoires bien précises.

Des relations peuvent être établies entre ces tests accélérés et la résistance d'un aliment donné mais il est impossible de prévoir à long terme la stabilité d'un lipide. Seuls les tests de Sheft-life en conditions contrôlés permettent d'accélérer à cette information.

#### ➤ **Test à l'étuve ou test de Shaal [24]:**

Le test est effectué en exposant l'huile d'olive témoin non anti oxydée et l'huile d'olive anti oxydée dans une étuve chauffée à 60 ° C et éclairée sans barbotage d'air, elle est beaucoup moins rapide que le précédent mais elle offre l'avantage de se rapprocher des conditions normales de conservation de l'huile.

#### Mode opératoire :

Placer 20 g d'huile d'olive dans un cristalliseur en verre de 70 mm de diamètre et introduite les échantillons à analyser à l'étuve éclairée déterminée l'indice de peroxyde au départ, à des intervalles réguliers sur des prélèvements faits toutes les 4,8 Heures ou 24 heures suivant la résistance à l'oxydation de l'huile, après homogénéisation dans le cristalliseur.



## **Conclusion :**

Parmi les tests d'oxydation, une distinction est faite entre ceux qui mesurent le degré d'oxydation d'une part et la résistance à celle-ci d'autre part.

- Le degré d'oxydation peut être déterminé par un large éventail de tests analytiques, tels que l'indice de peroxyde, la teneur en diènes conjuguées, l'indice d'anisidine, l'indice d'acide Thio barbiturique, la teneur en composés carbonyles.
- Le degré d'oxydation atteint dans un système est ainsi évalué. Les valeurs obtenues dépendent de la situation du processus oxydatif et leur interprétation doit en tenir compte. Ainsi la valeur de l'indice de peroxyde, mesuré en fonction du temps peut augmenter puis diminuer en fonction du temps peut augmenter puis diminuer en fonction de l'état d'avancement du processus oxydatif.

-Une diminution est la conséquence de la décomposition des hydro peroxydes entraînant la formation de produits de réaction secondaires.

Au temps pendant lequel la matière grasse a résisté à un stress oxydatif. Le principe consiste à vieillir prématurément l'huile d'olive par une composition thermique à 98° C, sous un bullage intensif d'air.

Les acides organiques produits de dégradation de cette oxydation poussée sont entraînés par un courant d'air et recueillis dans une cellule de mesure remplie d'eau distillée. Le temps d'induction est déterminé par conductimètre et correspond au TTR.

Le test offre l'avantage de suivre plusieurs échantillons en parallèle, avec des durées d'analyse réduites.

Cependant, en raison des conditions drastiques d'oxydation (98° C, bullage intensif d'air) ce test est peu représentatif des conditions normales de stockage.

Aussi, faut-il interpréter les résultats de ce test avec précaution, ils doivent surtout être utilisés en vue de comparer les stabilités oxydatives des matières grasses entre elles.

Le test Rancimat a été reconnu comme une méthode officielle à l'échelle internationale par la norme ISO 6886 et par de nombreux pays tels que les États-Unis d'Amérique, le Japon et la Suisse.

## **Étapes élémentaires de l'oxydation [25] :**

La durée de la période d'induction et la vitesse d'oxydation dépendent notamment de la composition en acide gras d'un lipide. On observe que plus le nombre de doubles liaisons de l'acide gras est élevé, plus la période d'induction est courte et plus l'oxydation est rapide.

Tableau3 : Période d'induction et vitesse relative d'oxydation d'acide gras à 25°C

| Acides gras                   | Nombre de doubles liaisons | Période d'induction | Vitesse d'oxydation relative |
|-------------------------------|----------------------------|---------------------|------------------------------|
| C <sub>18</sub> :0            | 0                          | -                   | 1                            |
| C <sub>18</sub> :1(9)         | 1                          | 82                  | 1000                         |
| C <sub>18</sub> :2(9, 12)     | 2                          | 19                  | 1200                         |
| C <sub>18</sub> :3(9, 12, 15) | 3                          | 1,3                 | 2500                         |

# Chapitre VII

## Partie expérimentale

## Introduction

L'analyse des produits naturels ou issus du processus technologique est une démarche essentielle permettant de préciser la nature des constituants majeurs et mineurs et leur quantité relative. Pour ce qui est des corps gras, ce sont des mélanges complexes.

Leur analyse se reposera évidemment sur la mise en œuvre des méthodes physiques, physico-chimiques et chimiques, biochimiques et sensorielles.

Les résultats obtenus rendront compte de la nature, de la pureté et de l'état de fraîcheur du produit, ainsi que du suivi de l'état de la stabilité oxydative de l'huile (étude de l'altération).

La partie expérimentale comporte deux chapitres distincts:

1- Etude des caractéristiques physico-chimiques et organoleptiques de l'huile d'olive et des plantes végétales proposées et étudiées (romarin, ail et thym).

2- Etude de l'altération oxydative; Test de vieillissement accéléré (test de Swift et de Rancimat).

Le prélèvement des échantillons d'huile d'olive obtenu par extraction à pression et à froid est réalisé au niveau des huileries situées géographiquement à proximité de Tazmalt (wilaya de Bejaia); Selon l'oléiculteur, cette huile obtenue est de type variétal nommée Chemlal dont la période de production (compagne oléicole 2010/2011) stockée dans l'obscurité à température ambiante dans des tanks hermétiques fabriquées en acier inoxydable.

### Caractérisation de l'huile d'olive vierge variété : Chemlal- Tazmalt

| Les échantillons            | Localisation | Durée de stockage | Méthode d'extraction | Variété d'olive |
|-----------------------------|--------------|-------------------|----------------------|-----------------|
| Huile d'olive campagne 2010 | Tazmalt      | 4 mois            | Traditionnelle       | Chemlal         |
| Huile d'olive campagne 2011 | Tazmalt      | 3 mois            | Traditionnelle       | Chemlal         |

**Tableau 1:** données relatives aux conditions de prélèvement et de mise en œuvre des échantillons à analyser.

## **Résultats et interprétation:**

### ***Caractéristiques physico-chimiques:***

#### **• La densité à 20°C (Di)**

Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau suivant:

| Produits                   | Résultats | Norme       |
|----------------------------|-----------|-------------|
| Huile d'olive de Tazmalt   | 0,915     | 0,910-0,916 |
| Huile d'olive de Sidi Aich | 0,914     | 0,910-0,916 |

### **Interprétation:**

Les valeurs obtenues pour les deux huiles correspondent aux normes fixées par le codex alimentaire pour l'huile d'olive vierge (H.O.V).

La densité des huiles est fonction de l'insaturation mais aussi de l'état de leur l'oxydation, plus elle augmente plus l'huile est oxydée.

#### **• Indices de saponification (IS): résultats:**

| Produits            | Résultats (mg de KOH/g d'huile) | Norme (mg de KOH/g d'huile) |
|---------------------|---------------------------------|-----------------------------|
| H.O.V campagne 2010 | IS = 192                        | 184-196                     |
| H.OV. campagne 2011 | IS = 185                        | 184-196                     |

### **Interprétation:**

La détermination de l'indice de saponification est importante car il permet de caractériser le poids moléculaire et la longueur moyenne des chaînes grasses auxquelles il est inversement proportionnel (plus le poids moléculaire PM de la longueur moyenne d'acides gras est élevée, plus l'indice saponification est faible). Les valeurs obtenues de l'indice de saponification sont situées dans l'intervalle de la norme du codex alimentaire qui les a fixé entre 184 et 196 pour H.O.V. ce qui explique la richesse en courtes chaînes d'acides gras de nos huiles.

L'huile d'olive campagne oléicole 2010 a un indice de saponification supérieur à celle de 2011 à cause de la richesse en acides gras à courtes chaînes ( $C_{16}$ : O) ce qui en relation avec leur composition chimique en acides gras.

#### **• Indice d'Iode: (I.I) résultats :**

| Produits            | Résultats (g d' $I_2$ /100g d'huile) | Norme (g d' $I_2$ /100g d'huile) |
|---------------------|--------------------------------------|----------------------------------|
| H.O.V campagne 2010 | II = 77                              | 75-94                            |
| H.OV. campagne 2011 | II = 84                              | 75-94                            |

### Interprétation:

Cette détermination permet de caractériser et de connaître le degré d'insaturation d'un corps gras.

En effet, les résultats obtenus indiquent une forte prépondérance d'acides gras en nombre d'atomes de carbone 16 à 18 avec un taux de saturation élevé par rapport aux autres huiles végétales, tels que Tournesol, l'Arachide et le Soja.

Les valeurs de l'indice d'iode des deux huiles sont conformes aux normes fixées par le codex alimentaire pour H.O.V.

L'huile d'olive campagne oléicole 2010 a un indice d'iode plus élevé que celle de 2011 à cause de sa richesse en acides gras insaturés (85,15% des acides gras totaux), entre la valeur 80,52% des acides gras totaux pour celle de 2010. Ce résultat est aussi en corrélation avec les compositions respectives en acides gras.

L'huile d'olive la plus ancienne présente une grande valeur de la densité, c'est pour cette raison que la densité de l'huile de la campagne 2010 est supérieure à celle de 2011.

#### • **Indice de réfraction:** ( $n_D^{20}$ ): résultats:

| Produits            | Résultats | Norme           |
|---------------------|-----------|-----------------|
| H.O.V campagne 2010 | 1,470     | 1,4677 - 1,4705 |
| H.OV. campagne 2011 | 1,470     | 1,4677 - 1,4705 |

### Interprétation:

D'après les résultats trouvés (1,470), on peut classer nos huiles dans la catégorie des huiles non siccatives et l'indice de réfraction des deux huiles correspond aux fourchettes de la norme fixée par le codex alimentaire pour H.O.V.

#### • **Point de fusion ( $P_f$ ):** résultats:

| Produits            | Résultats | Norme    |
|---------------------|-----------|----------|
| H.O.V campagne 2010 | 2,95°C    | 0° - 7°C |
| H.OV. campagne 2011 | 2,7°C     | 0° - 7°C |

### Interprétation:

D'après ce que l'on constate, on peut conclure que nos huiles d'olive ont une température assez basse par rapport aux autres huiles végétales.

L'huile d'olive de la campagne 2010 a un point de fusion plus grand à celle de 2011 à cause de sa richesse en acides gras saturés. Ce résultat est corroboré par les compositions en acides gras des deux huiles.

#### • **Détermination de la composition**

\*Teneur en eau et en matières volatiles: résultats:

|                     |         |                     |
|---------------------|---------|---------------------|
| H.O.V campagne 2010 | 0,5504  | Norme: $\leq 0,2\%$ |
| H.OV. campagne 2011 | 0,55072 | $\leq 0,2\%$        |

Interprétation:

Le pourcentage de l'humidité des deux huiles étudiées est supérieur à la norme fixée à 0,2% maximum. Ce résultat peut être justifié par une mauvaise élimination de l'eau lors de l'étape de l'opération technologique : décantation car la méthode d'extraction des deux huiles est traditionnelle et ne comporte pas d'étape de séchage.

Par conséquent, une humidité élevée est indésirable, car elle peut provoquer une hydrolyse des triglycérides (altération hydrolytique) conduisant à la libération d'acides gras libres dix fois plus sensibles à l'oxydation que lorsqu'ils sont sous forme liés.

\* Teneur en acides gras (AG) et en insaponifiable: résultats:

| Produits            | AG (%) | Norme (%) |
|---------------------|--------|-----------|
| H.O.V campagne 2010 | 85,65  | 80 - 86   |
| H.OV. campagne 2011 | 82,44  | 80 - 86   |

Interprétation:

Les valeurs trouvées sont conformes aux normes fixées par le codex alimentaire. Cependant, l'huile d'olive campagne 2010 est plus riche en acide gras en fonction de répartition géographique de la culture des oliviers.

\*Teneur en fraction insaponifiable: résultats :

| Produits            | insaponifiable (%) | Norme (%) |
|---------------------|--------------------|-----------|
| H.O.V campagne 2010 | 2,47               | Max = 1,5 |
| H.OV. campagne 2011 | 1,84               | Max = 1,5 |

Interprétation:

On constate que la teneur des deux huiles est supérieure à la norme.

Dans le cas général, la teneur anormalement élevée en matière insaponifiable indique la possibilité d'une pollution par une huile minérale ou toutes substances n'étant pas de nature glycéridique.

Dans notre cas, ceci pouvait avoir une explication du fait du procédé d'extraction de l'huile (traditionnel) car les valeurs en insaponifiable varient peu d'une région à l'autre et d'une variété à l'autre.

\* Teneur en caroténoïdes: résultats :

| Produits            | caroténoïdes (mg/ 100g) | Norme            |
|---------------------|-------------------------|------------------|
| H.O.V campagne 2010 | $A_{420nm} = 0,078$     | 0,5 - 1 mg/ 100g |
| H.OV. campagne 2011 | $A_{430nm} = 0,045$     | 0,5 - 1 mg/ 100g |

### Interprétation:

La teneur en caroténoïdes des huiles de différentes campagnes oléicoles est donc inférieure aux normes fixées, ce qui ne pose aucun problème, car de par structure, c'est une provitamine A pour l'organisme humain et dotée de propriétés anti oxydantes pour le corps.

\* Teneur en chlorophylles:

### Résultats déterminés par méthode spectrophotométrique

$$\left\{ \begin{array}{l} A_{645,5} = 0,002 \\ A_{656} = 0,004 \\ A_{664} = 0,008 \\ A_{668} = 0,010 \end{array} \right. \quad [C] \text{ globale } \approx 0,093 \text{ ppm}$$

Contrairement aux caroténoïdes la présence des chlorophylles est indésirable dans un corps gras, car il ne présente aucun intérêt biologique. Ceux sont de bon catalyseurs d'oxydation (pro-oxydants), en plus c'est des substances instables d'autre part, ils sont sensibles à l'action des radiations lumineuses, et d'autre part, ils peuvent libérer des substances azotées responsables d'odeurs désagréables.

La teneur en pigment chlorophylle dépend de la zone de production, du type d'olive et de leur durée de stockage.

#### • Etude d'évaluation de l'altération:

\* Indice d'acide et l'acidité de l'huile d'olive (A%):

L'huile d'olive variété Chemlal de Tazmalt:

| Indice d'acide (mg de KOH/ g d'huile) | Acidité (%) | Norme   |
|---------------------------------------|-------------|---------|
| 5,70                                  | 2,85        | ≤ 3,3 % |

L'indice d'acide permet d'apprécier le degré d'altération par hydrolyse de l'huile. il est rattaché à l'état de fraîcheur sanitaire des olives broyées, triturées, à la maîtrise des procédés technologiques mis en œuvre pour assurer la conservation et la transformation de la matière première, ainsi qu'au degré de maturité des fruits. Les résultats obtenus sont conformes aux normes fixées.

\* Indice de peroxyde (IP): résultats

| I.P (meqO <sub>2</sub> actif par kg d'huile) | Norme                                       |
|--|---|
| 12,45  | ≤ 20 meqO <sub>2</sub> actif par kg d'huile |

L'extinction spécifique E à 232nm ou absorbance (UV) = 1,26

L'extinction spécifique E à 270nm ou absorbance (UV) = 0,071



L'indice de peroxyde nous renseigne sur l'état d'altération d'un corps gras par rancissement oxydatif - formation des composés primaires (hydroperoxydes) et de composés secondaires volatils ou non (aldéhydes, cétones).

Il est à rappeler que ce phénomène d'oxydation complexe constitue le problème majeur du corps gras, ce qui déprécie sa qualité et diminue sa valeur marchande.

Il est lié aux conditions de récolte et la cueillette, de conservation (température, lumière) et au mode d'extraction.

Par ailleurs, la norme fixée doit être strictement respectée dans le cas échéant, l'huile serait considérée comme impropre à la consommation.

### **Résultats et discussion:**

#### **Caractéristiques initiales des huiles d'olive vierges :**

L'examen de la composition initiale des huiles étudiée a permis de classer les huiles d'olive vierges extra, l'huile à variété Chemlal- région Tazmalt (Bejaïa) compagne oléicole 2010/2011 a présenté toute fois les meilleurs critères de qualité (couleur, odeur, saveur, onctuosité, Audence, amertume).Ainsi, cette huile a montré une acidité libre, des extinctions spécifiques  $E_{270}$  ,  $E_{232}$  et l'indice de peroxyde plus faibles.

De plus ses taux de stérols et de pigments chlorophylliens totaux sont plus élevés par rapport à l'huile B M'chedalah (Bouira). Cependant ses teneurs en  $\beta$ -carotène, en  $\alpha$ -tocophérol sont les plus faibles.

Enfin, toutes les huiles d'olives vierges algériennes sont caractérisées leur relative richesse en acide oléique, linoléique, palmitique, conformément aux huiles espagnoles, italiennes et grecques.

#### **Influence de certaines conditions de stockage sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge [24]:**

##### **-Emballage :**

L'acidité libre qui nous renseigne sur l'altération de l'huile d'olive par hydrolyse évolue linéairement de manière significative ( $P < 0,01$ ) (résultats non montrés) en fonction de la durée de stockage des huiles.

Les relations linéaires, trouvées en acidité libre (A%) conditionnée dans les trois types d'emballage et la durée de stockage en quelques mois sont :

$$A\% = 0,0173t + 0,48 \text{ (verre)}$$

$$A\% = 0,0178t + 0,46 \text{ (plastique)}$$

$$A\% = 0,0188t + 0,47 \text{ (métal)}$$

En ce qui concerne l'huile d'olive B, les droites deviennent respectivement :

$$A\% = 0,0181t + 0,37$$

$$A\% = 0,017t + 0,37$$

$$A\% = 0,0184t + 0,37$$

Toute fois aucune différence significative de l'acidité n'apparaît entre les huiles conditionnées dans les trois types d'emballages.

Par ailleurs, l'étude de l'évolution de l'acidité libre de l'huile C (Limeli) en fonction du temps d'étuvage (t en jours) à différentes températures a montré une augmentation a tendance linéaire de ce paramètre en fonction du stade de conservation pour une température donnée.

Ainsi, qu'à 40°C et 50°C l'acidité évolue de la même façon, l'équation de la droite étant  $A\% = 0,013t + 0,66$ .

Lorsque la température d'étuvage est fixée à 60°C l'acidité augmente plus rapidement suivant l'équation :  $A\% = 0,0097t + 0,73$ .

L'examen des résultats relatifs à l'évolution de l'indice de peroxyde (I,P) et les extinctions spécifiques ( $E_{232}, E_{270}$ ) au cours du stockage a permis de montrer que ces paramètres deviennent plus élevés dans les huiles conditionnées dans les bouteilles en PET à partir de 12 mois de stockage pour l'huile A ( $P < 0,05$ ) et 18 mois pour l'huile B ( $P < 0,01$ ) ce qui suggère que l'emballage en plastique favorise l'oxydation primaire, en raison de sa perméabilité à l'oxygène de l'air.

En effet, la vitesse relative à l'oxydation des acides gras augmente avec le nombre d'insaturation.

L'acide linoléique, qui représente en moyenne (7 à 21%) des acides gras totaux des huiles étudiées, s'oxyderait donc le premier puis l'acide oléique qui représente le composant majeur (55 à 83%) et enfin l'acide stéarique (2,5 à 2,9%).

Cependant nous avons constaté que tout au long de la phase de conservation, les valeurs trouvées pour l'huile A restent toujours supérieures à celle mesurées pour l'huile B qui a présenté initialement de meilleures caractéristiques physico-chimiques et biochimiques

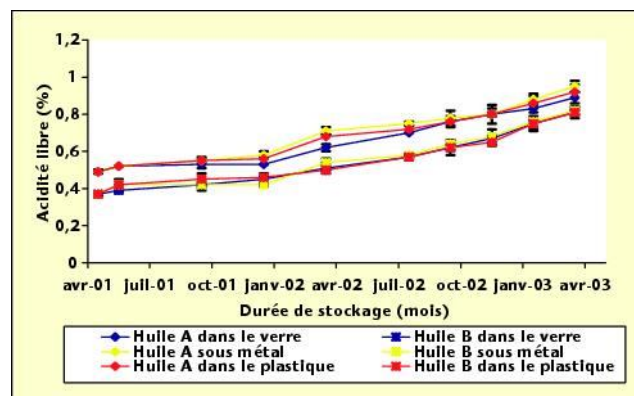


Figure C: Evolution de l'acidité de l'HOV conditionnée dans les emballages (plastique, verre et métal) en fonction du temps

### **-lumière :**

Les échantillons d'huile A et B conservés à l'obscurité ont montrés une meilleure stabilité oxydabilité tout au long de leur stockage.

Toute fois l'évolution organoleptique, réalisée au bout de 12 mois de stockage, a permis de classer aussi bien les huiles conservés à l'obscurité que stockées aux radiations lumineuses sous la dénomination d'huile d'olive vierge, courante.

L'huile A étant plus riche en chlorophylles que l'huile B atteint en fin de période de stockage à la lumière le même état d'oxydation secondaire que l'huile A qui a présenté au départ un état d'oxydabilité plus avancé. Les chlorophylliens dans les huiles végétales sont doués d'un pouvoir photo sensibilisateur se traduisant par la production de l'oxygène singulier ( $^1O_2$ ).

Cette espèce d'oxygène excité, étant plus réactive en vers les lipides insaturés que l'oxygène fondamental ( $^3O_2$ ) dissout dans l'huile, abouté à la formation d'hydroperoxydes. L'action pro-oxydante de ces pigments verts est, dans l'huile d'olive exposée à la lumière, fonction directe de leur concentration initiale et de leur type [24].

Par ailleurs, nous avons observé que les taux des pigments chlorophylliens dans les huiles (A et B) ont diminué rapidement pour atteindre, après trois mois de conservation à la lumière totale, des valeurs quasi-nulles, alors qu'à la lumière atténuée et à l'obscurité, cette chute est beaucoup moins rapide. Toute fois, pendant cette même phase de conservation de dégradation des chlorophylles par blanchiment [24] reste un processus près deux fois plus rapide dans l'huile B que dans l'huile A, en rapport notamment avec sa teneur initiale plus élevée en pigment vert.

Les effets de certaines conditions de stockage sur l'évolution de la stabilité oxydative des huiles d'olives vierges ont été étudiés.

Le test Rancimat version automatisée de test de Swift réalisés à 98°C a permis de chasser le pouvoir antioxydant des différentes molécules d'origine naturelles choisies dans cette étude à une dose de 1 à 3%, les résultats obtenus permettent de définir un classement en trois groupes [24]:

-Les plantes étudiées (romarin, thym, ail) contenant des molécules dotées de pouvoir antioxydant qui conduisent à un temps d'induction inférieur à 15 heures par ordre d'efficacité croissante. Le temps résistance est au maximum deux fois plus élevé par rapport à l'échantillon témoin (non anti-oxydé).

-Les antioxydants qui conduisent à un temps d'induction supérieur à 50 heures, on trouve trois types de molécules : des triphénols, des diphénols.

-La recherche de la dose optimale d'efficacité a été réalisée pour certains antioxydants par un test Rancimat à 110°C.

Pour des raisons financières et législatives, on peut admettre qu'un corps gras ne sera jamais anti oxydé au niveau industriel à plus de 300 PPM.

Par ailleurs, les tests Rancimat et Swift sont généralement corrélés.

Les indices de peroxydes de tous les échantillons anti oxydés restent inférieurs à ceux du témoin jusqu'à 23 jours avec en fin du test une efficacité moindre pour  $\alpha$ - tocophérol et une efficacité supérieure pour les phénols.

Les antioxydants les plus puissants qui permettent d'obtenir un indice de peroxyde inférieur à 80 meq O<sub>2</sub>/Kg après 300 heures, on trouve le mélange (gallate + hydroxytyrosol).

Les résultats d'extinction spécifiques à 232 nm (non communiqués) corroborent les valeurs d'indice de peroxyde.

Par contre les valeurs à 270 nm n'évoluent pas de façon significative au cours de ce test comprise entre 1 et 1,5, quelque soit la plante utilisée et la durée du test.

Les tests de vieillissement accéléré apparaissent donc mieux adaptés au suivi de la formation des composés secondaires d'oxydation.

Afin d'établir une corrélation entre les différents résultats analytiques obtenus pour un même échantillon et de pouvoir comparer les antioxydants testés, il nous a semblé nécessaire de classer les échantillons selon un pourcentage de pouvoir antioxydant (P, A, O) représenté par une valeur de 0 et 0,01.

Ce P, A, O se calcule à partir de l'indice de peroxyde (ou extinction spécifique) :

$$P, A, O = 100 - [(IPa - IPae) / (IPt - IPto)] \times 100$$

IPt: Indice de Peroxyde de l'échantillon non antioxydé au temps déterminé

IPa: Indice de Peroxyde de l'échantillon antioxydé

Lors de notre étude la présence de l'acide rosmarinique lecarnesol, le rosmanol, dérivés des composés polyphénoliques, les flavonoïdes sont des ralentisseurs de la peroxydation de l'huile en piégeant les radicaux libres en prolongeant la période d'induction en diminuant la vitesse d'oxydation.

## **Evaluation sensorielle de l'huile d'olive vierge [27]:**

L'évaluation sensorielle des huiles est une technologie dont l'objectif est la détermination des propriétés sensorielles ou organoleptique des huiles d'olives, c'est-à-dire leurs activités sur les divers récepteurs sensoriels céphaliques stimulés avant et pendant leur ingestion, et la recherche des préférences ou aversions pour ces aliments que déterminent ces propriétés sensorielles.

Longtemps négligée, cette technique connaît aujourd'hui un grand essor et retient l'intérêt croissant des industries agro-alimentaires. L'une des raisons de ce succès est le progrès des connaissances et de la méthodologie sur lesquels ce rappel fait le point. Une autre cause est le développement important de la production industrielles d'aliments préparés pour les quels la recherche d'une adéquation avec le gout du consommateur est d'un intérêt immédiatement évident comparée à cette même recherche pour les produits naturels.

Les données issues de la connaissance sur la physiologie des appareils sensoriels (olfactif et gustatif notamment), sur les relations entre la nature du stimulus concerné et la qualité sensorielle perçue et entre le concentration de ce stimulus et l'intensité sensorielle, sont indispensable. On connaît encor très mal les interactions qualitatives et quantitatives des stimuli olfactifs (c'est à dire les arômes) en mélanges. Or on sait que l'arome total d'un produit alimentaire comprend en général un nombre élevé de fractions odorantes en mélange. L'activité de ces arômes stimulant l'organe olfactif (par la voie pharyngée et en expiration) présents à l'état de trace dans le produit complexe sera très largement dépendante des conditions de leur volatilisation créé par ce complexe et de des conditions particulières d'accès à l'organe. Dans le cas du stimulus gustatif, la nature de l'aliment dans lequel est contenu l'acide.

Les préférences des consommateurs sont devenues un enjeu primordial pour les industriels et les oléiculteurs, qui pour la plupart ont pour objectif de ne faire aucun compromis sur les qualités sensorielles de leurs produits, de même façon qu'ils n'en font pas sur les qualités sanitaires.

Les descripteurs : Que la description soit simple ou quantifiée, le choix des descripteurs est une étape cruciale : de ce choix dépend le succès de l'opération. Pour être efficaces les descripteurs utilisés doivent répondre à trois exigences mineures : être exhaustif et indépendant.

### **Comparaison des échantillons d'huiles d'olives contenant les matrices des plantes (Romarin, Thym, L'ail) :**

Il existe plusieurs tests statistiques applicables à la comparaison des produits (ou sujet), chacun ayant sa propre spécifiés et correspondant a des déroulements expérimentaux différents.

Il existe plusieurs classifications des tests .On distinguera donc des tests adapté a la comparaissant de trois produits. On a opté dans notre étude pour des tests aux échantillons a parié.

## V-1-1 Test statistique applicable à l'analyse organoleptique

### Test de Friedman :

C'est le test non paramétrique le plus employé en évaluation sensorielle car il correspond à une expérience équilibrée où  $n$  sujets ont noté chacun les  $p$  produits de l'étude. Les données sont donc appariées et la statistique de test utilise les rangs des produits sujets par sujet (ces rangs peuvent tout à fait être calculés à partir de notes mises par les panélistes). Ce test, comme celui de Kruskal et Wallis, est in test de  $X^2$  d'écart entre la somme des rangs obtenus par chaque produit et une somme rangs moyenne (celle qu'auraient tous les produits s'ils étaient classés ex-æquo) soit  $\frac{n(p+1)}{2}$ . On a donc :

$$F = \frac{12}{n.p(p+1)} \sum_{i=1}^p (R_i - \frac{n(p+1)}{2})^2$$

Où  $R_i$  désigne comme précédemment la somme des rangs affectés au produit  $i$ . On calcule en général  $F$  sous la forme suivante :

$$F = \frac{12}{n.p(p+1)} [R_1^2 + \dots + R_p^2] - 3n(p+1)$$

Cette valeur doit être comparée à la valeur  $\ell$  lue dans la table du  $X^2$  à  $p-1$  degrés de liberté au niveau 5%. Comme précédemment le test est un test unilatéral. Pour la décision :

- Si  $F > \ell$ , on décide que les produits sont perçus comme étant significativement différents ;
- Si  $F > \ell$ , on décide que les produits sont perçus comme étant identiques.

On voit qu'une telle méthode n'utilise que le classement des produits pour chacun des sujets, par conséquent il est indifférent de demander des notes ou de ne demander qu'un simple classement.

Lorsque le test conduit à une différenciation significative des produits on fait appel à une comparaison multiple des sommes de rangs des produits. Dans le cas du test de Friedman, les effectifs sont les mêmes pour chacun des produits. En conséquence chaque différence de

moyenne doit être comparée à la valeur :  $\delta = z \sqrt{\frac{n.p(p+1)}{6}}$

Où  $z$  est la valeur lue dans la table gaussienne au niveau  $\frac{2\alpha}{p(p-1)}$

Si  $|R_i - R_j| > \delta$  les produits  $i$  et  $j$  sont perçus comme significativement différents.

Si  $|R_i - R_j| > \delta$  les produits  $i$  et  $j$  sont perçus comme identiques.

Les travaux pilotés par le conseil oléicole international (COI) en matière d'analyse organoleptique de l'huile d'olive vierge permettent aujourd'hui de disposer d'une méthode spécifique pour ce produit, testée par 17 jurys internationaux et par laquelle des échantillons de référence concernant chaque descripteur peuvent être obtenus

Cette méthode fournit essentiellement des résultats basés sur l'importance des défauts et permet de déduire une classification sensorielle à partir de la qualité technique d'une H.O.V dans une application commerciale. Cette application reflète la qualité du processus technologique ayant conduit à l'huile, à partir d'olive potentiellement parfaites.

En vue de tout travail de sélection, l'analyse organoleptique doit permettre de faire des comparaisons objectives entre des échantillons de qualité technique identique.

Pour cela nous avons travaillé d'une part sur la recherche des descripteurs de manière à réduire les redondances, et d'autre part sur les relations entre ces descripteurs et une « valeur subjective » que l'on pourrait établir pour chaque huile.

## VII-1-1- Test statistique applicable à l'analyse organoleptique [27]:

**Panel – test (11 octobre 2011)**

**Lieu : laboratoire physico-chimique**

**1-3, Département technologie alimentaire**

Analyse sensorielle (test de dégustation) :

Principe :

Cette analyse est effectuée pour une évaluation sensorielle de l'huile d'olive vierge portée sur trois (O3) critères : goût, odeur, couleur, nature de l'échantillon (huile de variété Chemlal Tazmalt - Bejaia – campagne oléicole 2011)

Elle est conditionnée par :

- Le choix d'un local calme, neutre, et ne présente pas des odeurs, avec une lumière uniforme et équipé d'un lavabo.
- Les dégustateurs doivent être non fumeurs.
- Les produits doivent être étiquetés et présentés en présence de l'échantillon témoin pour comparer pour chaque individu dans un ordre différent à l'autre.
- Chaque dégustateur doit disposer d'une fiche de dégustation et effectuer son test indépendamment des autres.

**Mode opératoire** : On remplit les verres transparents par les échantillons préparés dans des conditions opératoires bien précises : Echantillon témoin (H.O.V).

D'autres échantillons d'huile d'olive en présence de plantes végétales (romarin, thym, ail) avec des concentrations différentes.

La classification est effectuée comme :

☒ Echantillon (HOV + romarin)

Désignation A (1%), B (2%), C (3%).

☒ Echantillon (HOV +thym)

Désigné D (1%), E (2%), F (3%)

☒ Echantillon (HOV +l'ail)

Désigné G (1%), H (2%), I (3%)

**Déroulement de la dégustation** :

La première étape de l'analyse sensorielle consiste à disposer les échantillons préparés pour le Panel - test – individuellement par ordre de concentration accrue puis les ranger sur la pailasse du laboratoire puis convier les descripteurs entraînés pour procéder au test.

Il est recommandable de fournir de lucides explications au profit des panelistes sur l'objet du test, les motivant à exprimer objectivement leur opinion sur le produit en mentionnant leur préférence sur les fiches de dégustation mises à leur disposition pour noter les perceptions sur les critères goût, odeur, couleur en comparaison au témoin de référence. Parmi les panelistes on a opté sur le recrutement dominant du sexe féminin et ce, pour des raisons de culture de dégustation et pour l'obtention de résultats fiables.

Il y a lieu de noter qu'après chaque dégustation de l'échantillon, le descripteur consomme un petit morceau de galette ou en gargarisant une solution de vinaigre pour effacer la perception précédente.

**Traitement des résultats des tests**

### de dégustation (11/10 /2011)

(Variété Chemlal de Tazmalt- Bejaia campagne oléicole 2011)

Statistique descriptive : Echantillon (H.O.V+romarin)

- Calcul de F pour le critère goût :

$$F = 12 [(35)^2 + (39,5)^2 + (46,5)^2 / 20 \times 3(3 + 1)] - 20 \times 3(3 + 1)$$

$$F = 3,925$$

Valeur lue sur la table de  $X^2$  à degré de liberté de 1 au niveau 5% est de 5,99 donc  $F < \ell$

$F < \ell$  : on décide que les produits sont perçus comme étant significativement identique

- Calcul de F pour le critère odeur :

$$F = 12 [(26)^2 + (42)^2 + (52)^2 / 20 \times 3(3 + 1)] - 20 \times 3(3 + 1)$$

$$\text{Donc } F = 17,2 \quad ; \quad \ell = (\text{Table } X^2) = 5,99$$

$F > \ell \rightarrow 17,2 > 5,99 \rightarrow$  on décide que les produits sont perçus comme étant différents.

En obtenant  $F > \ell$  donc le test conduit à une différenciation significative des produits on fait appel à une comparaison multiple des sommes de rangs des produits.

Dans le cas du test de Friedman, les effectifs sont les mêmes pour chacun des produits.

En conséquence chaque différence de moyenne doit être comparée à la valeur :

$$\delta = Z \sqrt{\frac{nR(p + 1)}{6}}$$

Où Z est la valeur lue dans la table gaussienne au niveau  $\frac{2\alpha}{P(P-1)}$

Si  $|R_i - R_j| > \delta$  les produits i et j sont perçus comme significativement différents.

Si  $|R_i - R_j| < \delta$  les produits i et j sont perçus comme identiques.

Dans notre cas Z lue sur la table gaussienne.

$$2\alpha [P(P - 1)] = 2 \times \frac{5\%}{3(3-1)} \rightarrow A = 1,66\%$$

$$A = 1,66 \rightarrow Z = 2,12.$$

Calcul de  $\delta$  :

$$\delta = 2,12[20 \times 3(3 + 1)/6]$$

$$\delta = 13,4$$

$|R_A - R_B| = 34 - 39,5 = -5 < 13,4 \rightarrow$  les produits sont perçus comme étant identiques.

$|R_A - R_C| = 34 - 26 = 8 < 13,4 \rightarrow$  les produits sont perçus comme étant identiques.

$|R_B - R_C| = 39,5 - 46,5 = -7 < 13,4 \rightarrow$  les produits sont perçus comme étant identiques.

- Calcul de F pour critère couleur :

$$F = 12 \left[ \frac{(30,5)^2 + (43)^2 + (34,5)^2}{20 \times 3(3+1)} \right] - 20 \times 3(3+1)$$

$$F = -41,52 < 5,99. \quad \ell \text{ lue sur la table de } X^2 = 5,99 :$$

On décide que les produits sont perçus comme étant significativement identiques.

### Tests de dégustation (06/11/2011)

(Variété Chemlal de Tazmalt- Bejaia campagne oléicole 2011)



### Statistique descriptive : Echantillon (H.O.V. + thym)

- Calcul de F pour le critère goût :

$$F = 12 \left[ \frac{(31,5)^2 + (40,5)^2 + (43,5)^2}{20 \times 3(3+1)} \right] - 20 \times 3(3+1)$$

F = -13,762 < 5,99 → identiques

- Calcul de F pour le critère d'odeur :

$$F = 12 \left[ \frac{(36)^2 + (40)^2 + (47)^2}{20 \times 3(3+1)} \right] - 20 \times 3(3+1)$$

F = 15,25 > 5,99 → différents

- Calcul de la différenciation :

$$/R_D - R_E/ = 36 - 40 = -4 < 13,4 \rightarrow \text{identiques}$$

$$/R_D - R_F/ = 36 - 47 = -11 < 13,4 \rightarrow \text{identiques}$$

$$/R_E - R_F/ = 40 - 47 = -7 < 13,4 \rightarrow \text{identiques}$$

- Calcul de F pour le critère couleur :

$$F = 12 \left[ \frac{(36,5)^2 + (35)^2 + (47,5)^2}{20 \times 3(3+1)} \right] - 20 \times 3(3+1)$$

F = 0,675 < L → identiques

Après chaque dégustation la paneliste procède à la notation du critère correspondant mentionné dans la fiche de profil.

### Tests de dégustation (06/11/2011)

#### (Variété Chemlal de Tazmalt- Bejaia campagne oléicole 2011)

### Statistique descriptive : Echantillon (H.O.V. + ail)

- Calcul de F pour le critère goût :

$$F = 12 \left[ \frac{(35)^2 + (39)^2 + (47,5)^2}{20 \times 3(3+1)} \right] - 20 \times 3(3+1)$$

F = -10,11 < 5,99 → Les produits sont perçus différents donc on procède au calcul de la différenciation.

- Calcul de F pour le critère d'odeur :

$$F = 12 \left[ \frac{(35,5)^2 + (39,5)^2 + (40)^2}{20 \times 3(3+1)} \right] - 20 \times 3(3+1)$$

F = 2,27 < 5,99 → les produits sont perçus significativement identiques

- Calcul de la différenciation :

$$/R_G - R_H/ = 30,5 - 43 = -12,5 < 13,4 \rightarrow \text{identiques}$$

$$/R_G - R_I/ = 30,5 - 34,5 = -4 < 13,4 \rightarrow \text{identiques}$$

$$/R_H - R_I/ = 11,5 < 13,4 \rightarrow \text{identiques}$$

- Calcul de F pour le critère couleur :

$$F = 12 \left[ \frac{(38,5)^2 + (40,5)^2 + (42)^2}{20 \times 3(3+1)} \right] - 20 \times 3(3+1)$$

$F = 1,32 < \ell \rightarrow$  les produit sont perçus comme étant identiques.

### Résultat de l'analyse sensorielle

6/11.octobre2011- Labo- 1 – 3

Tableau des scores A/B/C (HOV+Romarin)

|    | Goût |    |   | Odeur |    |   | Couleur |    |    |
|----|------|----|---|-------|----|---|---------|----|----|
|    | A    | B  | C | A     | B  | C | A       | B  | C  |
| 1  | 3    | 3  | 1 | 3     | 3  | 1 | 5       | 3  | 1  |
| 2  | 10   | 1  | 3 | 5     | 3  | 3 | 10      | 3  | 3  |
| 3  | 3    | 3  | 3 | 5     | 5  | 5 | 10      | 3  | 10 |
| 4  | 3    | 3  | 3 | 10    | 5  | 5 | 10      | 5  | 5  |
| 5  | 3    | 1  | 1 | 5     | 3  | 5 | 5       | 3  | 3  |
| 6  | 3    | 3  | 3 | 3     | 1  | 1 | 5       | 3  | 1  |
| 7  | 5    | 5  | 5 | 3     | 3  | 1 | 3       | 1  | 1  |
| 8  | 5    | 3  | 1 | 3     | 3  | 3 | 5       | 3  | 1  |
| 9  | 5    | 10 | 1 | 10    | 5  | 3 | 3       | 1  | 1  |
| 10 | 10   | 10 | 5 | 10    | 10 | 5 | 10      | 5  | 3  |
| 11 | 5    | 5  | 5 | 10    | 5  | 5 | 5       | 10 | 10 |
| 12 | 5    | 5  | 5 | 5     | 3  | 3 | 5       | 5  | 3  |
| 13 | 3    | 1  | 5 | 3     | 3  | 1 | 3       | 3  | 5  |
| 14 | 5    | 5  | 3 | 10    | 5  | 3 | 5       | 5  | 3  |
| 15 | 5    | 10 | 5 | 10    | 5  | 3 | 5       | 10 | 5  |
| 16 | 3    | 3  | 1 | 3     | 5  | 3 | 5       | 5  | 10 |
| 17 | 5    | 3  | 3 | 5     | 3  | 1 | 5       | 3  | 1  |
| 18 | 3    | 1  | 1 | 3     | 1  | 1 | 5       | 3  | 3  |
| 19 | 1    | 5  | 3 | 3     | 1  | 1 | 3       | 3  | 3  |
| 20 | 3    | 1  | 3 | 3     | 1  | 1 | 3       | 3  | 5  |

**Résultat de l'analyse sensorielle :**

**Tableau des classements A/C/B (HOV+Romarin)**

|          | Goût |      |      | Odeur |      |      | Couleur |     |      |
|----------|------|------|------|-------|------|------|---------|-----|------|
|          | A    | B    | C    | A     | B    | C    | A       | B   | C    |
| 1        | 1,5  | 1,5  | 3    | 1,5   | 1,5  | 3    | 1       | 2   | 3    |
| 2        | 1    | 3    | 2    | 1     | 2,5  | 2,5  | 1       | 2,5 | 2,5  |
| 3        | 2    | 2    | 2    | 2     | 2    | 2    | 1,5     | 3   | 1,5  |
| 4        | 2    | 2    | 2    | 1     | 2,5  | 2,5  | 1       | 2,5 | 2,5  |
| 5        | 1    | 2,5  | 2,5  | 1,5   | 3    | 1,5  | 1       | 2,5 | 2,5  |
| 6        | 2    | 2    | 2    | 1     | 2,5  | 2,5  | 1       | 2   | 3    |
| 7        | 2    | 2    | 2    | 1,5   | 1,5  | 3    | 1       | 2,5 | 2,5  |
| 8        | 1    | 2    | 3    | 2     | 2    | 2    | 1       | 2   | 3    |
| 9        | 2    | 1    | 3    | 1     | 2    | 3    | 1       | 2,5 | 2,5  |
| 10       | 1,5  | 1,5  | 3    | 1,5   | 1,5  | 3    | 1       | 2   | 3    |
| 11       | 2    | 2    | 2    | 1     | 2,5  | 2,5  | 3       | 1,5 | 1,5  |
| 12       | 2    | 2    | 2    | 1     | 2,5  | 2,5  | 1,5     | 1,5 | 3    |
| 13       | 2    | 3    | 1    | 1,5   | 1,5  | 3    | 2,5     | 2,5 | 1    |
| 14       | 1,5  | 1,5  | 3    | 1     | 2    | 3    | 1,5     | 1,5 | 3    |
| 15       | 2,5  | 1    | 2,5  | 1     | 2    | 3    | 2,5     | 1   | 2,5  |
| 16       | 1,5  | 1,5  | 3    | 2,5   | 1    | 2,5  | 2,5     | 2,5 | 1    |
| 17       | 1    | 2,5  | 2,5  | 1     | 2    | 3    | 1       | 2   | 3    |
| 18       | 1    | 2,5  | 2,5  | 1     | 2,5  | 2,5  | 1       | 2,5 | 2,5  |
| 19       | 3    | 1    | 2    | 1     | 2,5  | 2,5  | 2       | 2   | 2    |
| 20       | 1,5  | 3    | 1,5  | 1     | 2,5  | 2,5  | 2,5     | 2,5 | 1    |
| $\Sigma$ | 34   | 39,5 | 46,5 | 26,0  | 42,0 | 52,0 | 30,5    | 43  | 34,5 |
|          | A1   | B2   | C3   | A1    | B3   | C3   | A1      | B3  | C2   |

## Résultat d l'analyse sensorielle

Tableau des scores – 6/11-octobre2011 Labo – 1,3

Echantillons D, E, F (H.O.V. + Thym)

|    | Goût |   |   | Odeur |   |   | Couleur |    |    |
|----|------|---|---|-------|---|---|---------|----|----|
|    | D    | E | F | D     | E | F | D       | E  | F  |
| 1  | 3    | 3 | 1 | 5     | 3 | 1 | 3       | 3  | 10 |
| 2  | 1    | 3 | 3 | 3     | 3 | 3 | 3       | 3  | 10 |
| 3  | 1    | 1 | 1 | 3     | 3 | 1 | 10      | 10 | 3  |
| 4  | 1    | 1 | 1 | 3     | 1 | 1 | 10      | 3  | 5  |
| 5  | 1    | 1 | 5 | 5     | 3 | 3 | 1       | 3  | 1  |
| 6  | 5    | 3 | 3 | 1     | 1 | 1 | 5       | 1  | 1  |
| 7  | 10   | 3 | 3 | 1     | 1 | 1 | 3       | 3  | 1  |
| 8  | 5    | 3 | 1 | 5     | 5 | 3 | 5       | 5  | 1  |
| 9  | 3    | 5 | 1 | 3     | 1 | 1 | 3       | 5  | 1  |
| 10 | 1    | 1 | 1 | 3     | 3 | 3 | 5       | 5  | 5  |
| 11 | 3    | 3 | 3 | 3     | 3 | 3 | 3       | 3  | 5  |
| 12 | 1    | 1 | 1 | 1     | 1 | 1 | 3       | 6  | 1  |
| 13 | 1    | 1 | 1 | 1     | 1 | 1 | 3       | 1  | 1  |
| 14 | 1    | 1 | 1 | 1     | 1 | 1 | 3       | 5  | 1  |
| 15 | 3    | 1 | 3 | 3     | 3 | 3 | 1       | 5  | 3  |
| 16 | 1    | 3 | 3 | 1     | 1 | 1 | 3       | 3  | 1  |
| 17 | 1    | 1 | 1 | 1     | 1 | 1 | 1       | 3  | 1  |
| 18 | 5    | 5 | 5 | 3     | 3 | 3 | 3       | 3  | 3  |
| 19 | 1    | 1 | 3 | 1     | 3 | 3 | 1       | 1  | 3  |
| 20 | 1    | 1 | 1 | 1     | 1 | 1 | 3       | 3  | 1  |

Résultats d'analyse sensorielle :

Classement des rangs (score) – Tableau - D/E/F (H.O.V. + Thym)

|    | Goût |      |      | Odeur |     |     | Couleur |     |      |
|----|------|------|------|-------|-----|-----|---------|-----|------|
|    | D    | E    | F    | D     | E   | F   | D       | E   | F    |
| 1  | 1,5  | 1,5  | 3    | 1     | 2   | 3   | 1,5     | 1,5 | 3    |
| 2  | 3    | 1,5  | 1,5  | 2     | 2   | 2   | 1,5     | 1,5 | 3    |
| 3  | 2    | 2    | 2    | 1,5   | 1,5 | 3   | 1,5     | 1,5 | 3    |
| 4  | 2    | 2    | 2    | 1     | 2,5 | 2,5 | 1       | 3   | 2    |
| 5  | 2,5  | 2,5  | 1    | 1     | 2,5 | 2,5 | 1,5     | 2   | 1,5  |
| 6  | 1    | 2,5  | 2,5  | 2     | 2   | 2   | 1       | 2,5 | 2,5  |
| 7  | 1    | 2,5  | 2,5  | 2     | 2   | 2   | 1,5     | 1,5 | 3    |
| 8  | 1    | 2    | 3    | 1,5   | 1,5 | 3   | 1,5     | 1,5 | 3    |
| 9  | 2    | 1    | 3    | 1     | 2,5 | 2,5 | 2       | 1   | 3    |
| 10 | 2    | 2    | 2    | 2     | 2   | 2   | 2       | 2   | 2    |
| 11 | 2    | 2    | 2    | 2     | 2   | 2   | 2,5     | 2,5 | 1    |
| 12 | 2    | 2    | 2    | 2     | 2   | 2   | 3       | 1,5 | 1,5  |
| 13 | 2    | 2    | 2    | 2     | 2   | 2   | 1       | 2,5 | 2,5  |
| 14 | 2    | 2    | 2    | 2     | 2   | 2   | 2       | 1   | 3    |
| 15 | 1,5  | 3    | 1,5  | 2     | 2   | 2   | 3       | 1   | 2    |
| 16 | 1,5  | 2,5  | 2,5  | 2     | 2   | 2   | 1,5     | 1,5 | 3    |
| 17 | 2    | 2    | 2    | 2     | 2   | 2   | 2,5     | 1   | 2,5  |
| 18 | 2    | 2    | 2    | 2     | 2   | 2   | 2       | 2   | 2    |
| 19 | 1,5  | 1,5  | 3    | 3     | 1,5 | 1,5 | 2,5     | 2,5 | 1    |
| 20 | 2    | 2    | 2    | 2     | 2   | 2   | 1,5     | 1,5 | 3    |
| Σ  | 31,5 | 40,5 | 43,5 | 36    | 40  | 47  | 36,5    | 35  | 47,5 |
|    | D1   | E2   | F3   | D1    | E2  | F3  | D2      | E1  | F3   |

## Résultats de l'analyse sensorielle (octobre 2011)

-des scores- Echantillons G/H/I (H.O.V. + ail)

|    | Goût |    |    | Odeur |    |    | Couleur |    |    |
|----|------|----|----|-------|----|----|---------|----|----|
|    | G    | H  | I  | G     | H  | I  | G       | H  | I  |
| 1  | 10   | 10 | 10 | 10    | 10 | 10 | 5       | 10 | 10 |
| 2  | 1    | 1  | 1  | 1     | 1  | 1  | 5       | 5  | 10 |
| 3  | 1    | 1  | 1  | 1     | 1  | 1  | 1       | 10 | 10 |
| 4  | 1    | 1  | 1  | 1     | 1  | 1  | 10      | 10 | 10 |
| 5  | 10   | 5  | 1  | 10    | 5  | 3  | 10      | 10 | 10 |
| 6  | 3    | 5  | 3  | 3     | 3  | 1  | 5       | 5  | 5  |
| 7  | 1    | 1  | 1  | 1     | 1  | 1  | 10      | 10 | 3  |
| 8  | 10   | 5  | 5  | 10    | 5  | 3  | 10      | 10 | 5  |
| 9  | 5    | 1  | 1  | 1     | 5  | 1  | 10      | 10 | 10 |
| 10 | 5    | 5  | 3  | 10    | 5  | 3  | 10      | 10 | 10 |
| 11 | 3    |    | 3  | 3     | 3  | 3  | 5       | 5  | 5  |
| 12 | 5    | 1  | 1  | 3     | 1  | 1  | 10      | 10 | 10 |
| 13 | 3    | 5  | 3  | 3     | 5  | 5  | 10      | 10 | 10 |
| 14 | 10   | 5  | 5  | 10    | 5  | 5  | 10      | 5  | 5  |
| 15 | 10   | 10 | 3  | 10    | 5  | 5  | 10      | 3  | 5  |
| 16 | 3    | 5  | 3  | 3     | 3  | 3  | 10      | 10 | 5  |
| 17 | 3    | 3  | 3  | 1     | 3  | 5  | 10      | 10 | 10 |
| 18 | 3    | 1  | 1  | 1     | 1  | 1  | 3       | 3  | 3  |
| 19 | 1    | 1  | 1  | 1     | 5  |    | 1       | 1  | 3  |
| 20 | 3    | 1  | 1  | 3     | 1  | 1  | 5       | 5  | 5  |

## Résultats de l'analyse sensorielle (octobre 2011)

-des scores- Echantillons G/H/I (H.O.V. + ail)

|    | Goût |     |      | Odeur |      |     | Couleur |      |     |
|----|------|-----|------|-------|------|-----|---------|------|-----|
|    | G    | H   | I    | G     | H    | I   | G       | H    | I   |
| 1  | 2    | 2   | 2    | 2     | 2    | 2   | 3       | 1,5  | 1,5 |
| 2  | 2    | 2   | 2    | 2     | 2    | 2   | 2,5     | 2,5  | 1   |
| 3  | 2    | 2   | 2    | 2     | 2    | 2   | 2       | 2    | 2   |
| 4  | 2    | 2   | 2    | 2     | 2    | 2   | 2       | 2    | 2   |
| 5  | 1    | 2   | 3    | 1     | 2    | 3   | 2       | 2    | 2   |
| 6  | 2,5  | 1   | 2,5  | 1,5   | 1,5  | 3   | 2       | 2    | 2   |
| 7  | 2    | 2   | 2    | 2     | 2    | 2   | 1,5     | 1,5  | 3   |
| 8  | 1    | 2,5 | 2,5  | 1     | 2    | 3   | 1,5     | 1,5  | 3   |
| 9  | 1    | 2,5 | 2,5  | 2,5   | 1    | 2,5 | 2       | 2    | 2   |
| 10 | 1,5  | 1,5 | 3    | 2     | 2    | 2   | 2       | 2    | 2   |
| 11 | 2    | 2   | 2    | 1     | 2,5  | 2,5 | 2       | 2    | 2   |
| 12 | 1    | 2,5 | 2,5  | 3     | 1,5  | 1,5 | 2       | 2    | 2   |
| 13 | 2,5  | 1   | 2,5  | 1     | 2,5  | 2,5 | 2       | 2    | 2   |
| 14 | 1    | 2,5 | 2,5  | 1     | 2,5  | 2,5 | 1       | 2,5  | 2,5 |
| 15 | 1,5  | 1,5 | 3    | 1     | 2,5  | 2,5 | 1       | 3    | 2   |
| 16 | 2,1  | 1   | 2,5  | 2     | 2    | 2   | 1,5     | 1,5  | 3   |
| 17 | 2    | 2   | 2    | 3     | 2    | 1   | 2       | 2    | 2   |
| 18 | 1    | 2,5 | 2,5  | 2     | 2    | 2   | 2       | 2    | 2   |
| 19 | 2    | 2   | 2    | 2,5   | 1    | 1,5 | 2,5     | 2,5  | 1   |
| 20 | 1    | 2,5 | 2,5  | 1     | 2,5  | 2,5 | 2       | 2    | 2   |
| Σ  | 35   | 39  | 47,5 | 35,5  | 39,5 | 45  | 38,5    | 40,5 | 42  |

## **Conclusion**

L'huile étudiée possède dans l'ensemble des caractéristiques physico-chimiques concordantes avec les limites définies par le cadre normatif du codex alimentaire.

Les indices du degré d'oxydation des huiles analysées illustrent que les échantillons ne présentaient pas des cas altérés, c'est pour cette raison qu'on a décidé de procéder aux différents tests de vieillissement accéléré (Oxydation poussée) pour déterminer avec l'ajout des antioxydants d'origine naturel le temps de résistance à l'oxydation (test au Rancimat).

Les écarts notables son dus aux conditions géoclimatiques de culture.



# Chapitre VIII

## L'huile d'olive et la santé humaine

## **Huile d'olive et la santé humaine [28]**

Depuis plus de trente ans, de nombreuses études ont montré que les bienfaits du régime méditerranéen ont été consacrés au rôle de l'acide oléique et l'apport d'huile dans la prévention des maladies, de plus, l'huile d'olive tire son intérêt au plan nutritionnel, de sa composition en acides gras essentiels, et de ses composants mineur , (vitamine E ...).

- Prévention du cancer : une étude effectuée par une équipe de chercheurs de l'université de l'État de New York a prouvé qu'un lipide, le bêta sitostérol composant l'huile d'olive, aide à empêcher la formation des cellules tumorales au niveau de la prostate. Elle a démontré et conclue le sitostérol renforce le système de communication interne de la cellule qui donne l'ordre aux cellules de se diviser [29].
- Aide au développement des os : les vitamines E ; A ; D et K contenues dans l'huile d'olive sont particulièrement importantes au développement des os chez l'adulte et l'enfant, elles aident au développement des os à travers la fixation des calciférols [30], [31].
- Prévention du vieillissement : étant donné que les vitamines contenues dans l'huile d'olive ont un effet de renouvellement sur les cellules, elles sont utilisées aussi dans le traitement des plus âgés [32].
- Contribution au développement de l'enfant : l'huile d'olive offre une nourriture très saine pour les nouveaux nés, une déficience en acide linoléique conduit à l'émergence d'un retard dans le développement dans la petite enfance et des troubles variés de la peau. L'huile d'olive possède un composé polyinsaturé équilibré à un niveau à celui du lait humain [33].
- Bienfaits pour les organes internes : qu'elle que soit consommée chaude ou froide, l'huile d'olive protège l'estomac contre les maladies gastriques (gastrite, entérite) en réduisant les acides gastriques. En plus de cela, en activant la bile, elle la rend parfaite. Elle régule le débit de la vésicule dans la bile [34].
- L'huile d'olive et diabète : elle est riche en acides gras mono-insaturés qui peuvent être considérés comme une bonne alternative pour le traitement du patient diabète sucré, donc pour améliorer le profil lipidique des diabétiques, l'huile d'olive semble exercer une action favorable également sur le contrôle de la glycine [35].

## **VI-1- Aspects nutritionnels de l'huile d'olive [36]:**

L'huile d'olive présente tous les avantages des lipides alimentaires à savoir :

- ✓ Apport énergétique.
- ✓ Participation aux structures cellulaires.
- ✓ Apport en acides gras essentiels.
- ✓ Transport des vitamines liposolubles.

En plus de ces avantages, nombreuses études (54), (55), (56), (57) ont montré d'éventuelles particularités nutritionnelles liées à la composition de l'huile d'olive, parmi celles-ci, certaines retiennent l'attention, notamment :

- ✓ Les rapports des différents acides gras à saturés/mono insaturés et polyinsaturés.
- ✓ Le rapport vitamines E/teneur en acides gras polyinsaturés, et la présence d'autres antioxydants (poly phénols) en concentration optimale afin de protéger les acides gras insaturés contre l'oxydation.
- ✓ La teneur en acides gras essentiels, environ 10% et comestible avec les besoins en acides essentiels.

Afin que ces différents aspects nutritionnels, ces études ont porté sur comparaisons avec d'autres huiles alimentaires et montré que l'huile d'olive a une meilleure tenue à la cuisson. Elle s'oxyde moins et l'on ne signale pas la présence des polyènes.

SHELEGEL et al(59) et GABRIEL et al ont montré une meilleure efficacité de l'huile d'olive pendant la digestion. En effet, comparée à d'autres huiles végétales, l'huile d'olive semble présenter trois avantages physiologiques :

- ✓ Elle stimule davantage la sécrétion biliaire.
- ✓ Elle stimule davantage la lipase pancréatique.
- ✓ l'acide oléique provoque l'aérite des synthétases qui participent à la formation des triglycérides au niveau des cellules de la muqueuse intestinale GYORGY affirme aussi que l'huile d'olive est absorbée plus rapidement et en plus grande quantité que l'huile de soja, de sésame, de cacao et du beurre.

En outre, l'huile d'olive possède de profondes racines dans la médecine qui remontent à l'antiquité comme source d'éléments nutritifs, CHRISTAKIS et al signalent l'importance de l'acide oléique au cours de la grossesse chez l'humain. Il répond au besoin urgent du nouveau né pour la nutrition qui se produit après la naissance.

Le rôle important et bénéfique dévolu de l'huile d'olive dans la croissance et la composition de l'os par comparaison à d'autres huiles a été nettement mis en évidence par les études de LAVAL-JANTET et al D.ARTMAN, en étudiant l'effet.

## **VI-2- Intérêt nutritionnel des huiles d'olive [37]:**

L'huile d'olive tire son intérêt, au plan nutritionnel d'une part, de sa composition en acides gras d'autre part, de ses composants mineurs.

Le principal composant lipidique est un acide gras mono-insaturé, l'acide oléique, qui reprise 65 à 80% des acides gras de l'huile.

L'apport d'acide oléique reprisent jusqu'à 25% ou 30% de l'apport calorique total. Le ci a des conséquences ces sur la santé, et l'intérêt de cette consommation pour la prévention de certaines maladies est indiscutable : maladies cardio-vasculaires ischémique, certaines pathologies digestives, ostéoporose.

La deuxième caractéristique de l'huile d'olive est sa teneur en composants mineurs, notamment en anti oxydants [1], de substances aromatiques diverses, de vitamines. Outre la vitamine E et la B carotène, il ya d'autres anti oxydant naturels qui jouent surement un rôle important dans la prévention des processus physiologiques, physiopathologique conduisant au vieillissement tissulaire à l'athérosclérose Le rôle des acides gras mono-insaturés dans le métabolisme du cholestérol a été particulièrement étude. L'acide oléique alimentaire a était considéré comme neutre vis-à-vis du cholestérol sanguin : cette opinion a été réévaluée à la lumière des travaux expérimentaux récents [3,6].

Le régime mono-insaturé réduit le cholestérol total et le cholestérol des lipoprotéines de hante densité. Les acides gras mono-insaturés influencent également le métabolisme des lipoprotéines de hante densité. Les propriétés anti-oxydantes de l'huile d'olive paraissant jouer un grand rôle dans la prévention des maladies cardio-vasculaires. Les modifications oxydative des lipoprotéines de basse densité, liées à l'oxydation des acides gras polyinsaturés, constituent une étape clé de la pathologie de l'athérosclérose.

Il est admis que l'alimentation méditerranéenne traditionnelle, dans laquelle l'huile d'olive est la source principale des graisses, joue un rôle majeur dans la prévention des facteurs de risque de maladies cardio-vasculaires ischémiques, telles que dyslipidémies, hypertension et diabète.

Il a été constaté que les lipidiques peroxydés présents dans les aliments peuvent être toxiques pour le milieu gastro-intestinal et être de ce fait, carcinogènes.

Les peroxydes et lipoperoxydes, sont des molécules oxydées autres que les lipoperoxydes c'est le cas du peroxyde de benzoyle dans le traitement de l'acné.

Or il est connu que ces types de peroxydes sont des promoteurs potentiels de tumeurs malignes.

### **Les autres bienfaits de l'huile d'olive**

Néanmoins, tous les effets bénéfiques de la consommation d'huile d'olive ne sont pas dus à l'acide oléique, et ils ne sont pas tous liés au métabolisme des graisses et au cœur. D'autres composants secondaires de l'huile d'olive ont des effets bénéfiques sur la santé :

- Les tocophérols, comme la vitamine E, sont des antitoxines qui jouent un rôle important dans la réduction du risque cardiovasculaire
- Les phénols, des vitamines hydrosolubles présentes dans l'huile d'olive, ont un effet inhibiteur sur un enzyme impliqué dans le développement du cancer ; ils sont également anti-inflammatoires
- Les composés aromatiques donnent à l'huile d'olive des effets antimicrobiens
  
- Les hydrates de carbones, comme le squalène, jouent un rôle protecteur dans le développement des tumeurs. Les stérols sont des substances ayant des effets bénéfiques sur le contrôle des taux de cholestérol sanguin. Ils réduisent à la fois les taux de cholestérol total et de LDL apporté ces effets bénéfiques. Un des stérols (le beta-sitostérol) semblerait également avoir des effets bénéfiques sur les cancers du colon, du sein et de l'estomac.

La consommation d'huile d'olive réduit le risque de maladie cardiaque en augmentant le cholestérol HDL et en réduisant le cholestérol LDL.

### **VI -3- Effets des radicaux libres, du Malon- dialdéhyde (M.D.A) et d'autres produits peroxydés sur la santé humaine [38]:**

#### **Les maladies cérébrales :**

Ainsi qu'il a été évoqué lors de l'étude relative la théorie radicalaire du vieillissement cérébral, notre système nerveux central est particulièrement sensible à l'agression des radicaux libres, ceci d'autant plus que notre cerveau comporte 70% de lipides. C'est le cas pour les maladies d'Alzheimer et de parkinson, voire même de la maladie de Creutzfeldt-Jakob.

#### **Les radicaux libres et le système immunitaire :**

La prolifération des cellules spécialisées, qui assurent notre défense (lymphocytes) dénommées cellules T et B contre les agents pathogènes, et la formation de cellules tumorales, diminuent avec l'âge ainsi que les antioxydants. Cette chute peut être réduite par une alimentation riche en antioxydants.

## **Radicaux libres, lipoperoxydation et maladies :**

L'importance des radicaux libres dans l'altération de la santé :

On a décelé à travers le temps le rôle perturbateur de substances issues de l'oxydation des acides gras mono et polyinsaturés produisant des molécules toxiques néfastes à l'organisme.

Les acides gras qui constituent le substrat lipidique de l'action directe de l'espèce réactive de l'oxygène, ces acides gras dits peroxy, contenant un ou deux parfois même trois atomes d'oxygène «accrochés» sur la chaîne grasse, ceux dits hydroperoxy comportant un atome d'oxygène lié à un atome d'hydrogène, ainsi que les produits qui dérivent de la dégradation, tels que les aldéhydes représentés par le malondialdéhyde(M.D.A) et les cétones et par les lipopigments qui en dérivent les molécules biologiquement indésirables sont le résultat de l'intervention des radicaux libres.

Ainsi dans les mitochondries, la peroxydation provoque la modification volumétrique des membranes, perturbant le système de transport électronique, faisant apparaître des substances mutagènes comme certains aldéhydes.

L'importance des radicaux libres est telle, qu'ils peuvent intervenir dans la stérilité masculine, du fait de l'action de MDA dans le sperme. Les lésions oxydatives de l'ADN spermatique augmenteraient de 250% quand le niveau de l'acide alimentaire est insuffisant pour maintenir la fluidité séminale.

## **L'agression de l'ADN par les radicaux libres [39]:**

Les dommages causés par l'ADN sont en grande partie dues à l'action des radicaux libres.

Les principaux oxysterols qui apparaissent lors de l'oxydation chimique par l'air sont le hydro peroxyde identifiés dans l'aorte humaine.

### Les maladies cardio-vasculaires :

Il est bien connu que l'athérosclérose est la cause majeure des décès, dont 36 % environ seraient en rapport avec les dysfonctionnements cérébraux. Aussi, cherche-t-on à déterminer les causes des lésions du système cardio-vasculaire. Il y a d'ailleurs plusieurs décennies, que l'existence d'une corrélation entre le niveau des peroxydes, la paroi aortique, et le degré de l'importance de la lésion a été démontrée.

Il semble qu'un grand pas ait été franchi dans la connaissance de la formation des lésions, lorsqu'il fut constaté qu'il existait un rapport entre la synthèse de prostaglandines dans le système vasculaire et le niveau de la thromboxane des plaquettes.

### Mécanisme de la formation des lésions athérosclérotiques :

Des mesures effectuées dans des formations athérosclérotiques humaines montrent une argumentation très significative des substances réagissant avec l'ATB (MDA) dans le plasma et les artères des sujets atteints d'athérosclérose à différents stades. Effets pernicious des radicaux libres sur la physiologie de presque toutes les fonctions vitales. Ce n'est pas par hasard donc, si les antioxydants naturels et synthétiques sont de plus en plus étudiés.

La prévention des effets variés du vieillissement, notamment sur les vaisseaux, la peau, le système nerveux, ainsi que la prévention de nombreux cancers et leur progression dans leur malignité passe en effet par la maîtrise du stress oxydatif et le contrôle des radicaux libres qui naissent à tout moment du métabolisme.

Il va bien tôt être impossible de dresser des plans stratégiques destinés à contrôler, à stabiliser ou à faire régresser des affections cérébrales sans y intégrer un traitement anti-radicalaire au long termes.

Parmi, les grands problèmes de la sécurité alimentaire on constate le silence, pour ce qui concerne l'influence de l'oxygène sur les denrées alimentaires, provoquant leur dégradation qui génère des substances particulièrement agressives pour l'organisme :

Les lipoperoxydes. Leur présence exprime le niveau d'oxydation des lipides (matières grasses).

Ainsi l'oxygène dit «moléculaire» : gaz incolore, inodore et sans saveur indispensable à la vie de la cellule, peut donner des dérivés toxiques appelés radicaux libres. Les radicaux libres sont capables de dégrader de nombreuses substances alimentaires ainsi que certaines molécules de notre organisme. La lipoperoxydation responsable de la formation des substances toxiques provoquant de nombreuses maladies. Il est donc impératif de combattre ce type d'oxydation.

### **Etude de la littérature concernant la toxicité des produits d'oxydation des huiles [37] :**

La problématique des graisses oxydées dans l'alimentation a été partiellement abordée dans un document du conseil supérieur de la santé CSH 7945 : Recommandation et allégation concernant les acides gras oméga-3-version 2004. Les acides gras oxydés liés au développement de l'athérosclérose) tout comme les oxysterols y sont traités.

### **Influence des acides gras oxydés sur la santé :**

Les lipides oxydés se retrouvent dans les lipoprotéines. L'oxydation des LDL constitue un processus progressif ou fortement oxydés, composants toxiques (aldéhydes, oxystérols, peroxydes des lipidiques etc.).

Le LDL<sub>ox</sub> entraîne des modifications des protéines cellulaires, du stress oxydatif, une peroxydation des lipides, une modification des réactions de transfert des signaux et de

l'expression génétique. Le LDL<sub>ox</sub> est également un composant important dans la formation de plaques artérioscléreuses dans les artères (Salvayre et al 2002).

### **Huile d'olive et cholestérol sanguin**

Les huiles végétales comme l'huile de noix de coco ou l'huile de palme contiennent des acides aminés saturés, semblables à ceux d'origine laitière comme le beurre par exemple. L'huile d'olive, par contre, est riche en acides gras mono-insaturés (plus de 79 %) – principalement l'acide oléique. Celui-ci est responsable des bienfaits cardiovasculaires de l'huile d'olive. Des taux élevés de cholestérol associés à la

Présence de  $\beta$ -lipoprotéines (LDL) dans le sang constituent un facteur de risque important des maladies cardiaques. Remplacer les graisses saturées par des graisses mono insaturées réduit le cholestérol LDL, réduisant ainsi le risque cardiovasculaire.

La qualité des graisses dans l'alimentation a une influence sur le risque de MCV et de cancer. En même temps, la concentration de cholestérol HDL (parfois désigné comme le 'bon' cholestérol) protège le cœur des maladies cardiaques. Le troisième facteur lipidique lié au risque cardiovasculaire est le taux élevé de triglycérides. Dans le flux sanguin, celles-ci rendent les particules LDL plus petites et plus denses, ce qui leur permet d'endommager plus facilement les parois des artères.

Le taux de cholestérol HDL dans le sang est augmenté par la consommation d'huile d'olive, le cholestérol étant ramené vers le foie pour être traité sans se déposer sur les parois des artères, réduisant ainsi le risque de maladie cardiaque. Lorsque la consommation d'hydrates de carbones est remplacée par des graisses mono insaturées, le taux de triglycérides dans le sang chute. Ceci entraîne une augmentation de la taille des particules de cholestérol LDL, ce qui limite également le risque cardiovasculaire.

### **Conclusions et recommandations :**

Les connaissances actuelles dans le domaine de la nutrition et de la santé prouvent tout l'intérêt d'une alimentation équilibrée et pour ce qui concerne les matières grasses, le besoin dans nos régions d'accroître le rapport entre les huiles riches en acides gras polyinsaturés de type  $\omega$ -3 et  $\omega$ -6 et les autres produits consommés.

Cependant de telles recommandations nutritionnelles doivent être accompagnées d'une vigilance accrue quant à la manière de produire, conserver et d'utiliser les différents produits. Cette vigilance doit s'exercer du producteur jusqu'au consommateur et les pouvoirs publics ont aussi un rôle à jouer.

En effet, les produits riches en acides gras polyinsaturés sont beaucoup plus sensibles aux risques d'altération par oxydation, ce qui entraîne des baisses de qualité nutritionnelle et sensorielle, mais ce qui accroît aussi les risques pour la santé.

Bien sûr, l'oxydation ne concerne pas uniquement les triglycérides -(TG), principaux constituants des huiles- d'autres composants mineurs sont également sensibles à l'oxydation.



Il est clair que de bonnes maîtrises de fabrication et la présence de composés antioxydants font partie des mesures à prendre pour limiter les risques d'altération.

L'altération des corps gras est un phénomène complexe qui nécessite une vision globale pour en évaluer les risques sur la santé, mais cette démarche se heurte aujourd'hui à un manque d'information et de connaissances à différents niveaux.

L'étude de la biodisponibilité des produits d'oxydation des huiles et l'impact de ce phénomène sur la toxicité des diètes riches en lipides demeure peu exploitée à ce jour mais suffisamment d'arguments laissent penser que ce processus est loin d'être négligeable.

Il fut constaté par les études que des effets toxiques pour la santé restent très partielles et sur tout qu'il n'y a guère, voir pas du tout de données quantitatives fiables quant à l'ingestion de graisses oxydées via l'alimentation.

En outre le conseil supérieur de la santé recommande d'entreprendre des recherches plus particulières sur certaines huiles de friture riches en w-3 et w-6 afin de vérifier leur résistance à l'oxydation et améliorer les connaissances quant aux éventuels produits de dégradations formés organoleptiques choisis. Celui-ci peut être influencé par trois sources aux quelles peuvent comprendre trois «goûts» différents, le goût du consommateur, du terroir, du goût du professionnel. D'un point de vue commercial immédiat, seul le premier point pourrait être visé.

L'aspect organoleptique est retenu comme critère décisif pour la maturité, mais il se présente sous forme d'une alternative : une huile au fruité optimale pouvant être amère ou une huile à l'amertume et l'ardence faible, mais ...fruité moyen. Cet alternateur est plus au moins nette suivant les compagnes.

### **Conclusion générale :**

Nous avons déduit lors de notre étude comparative par l'usage des trois plantes macérées dans l'huile que le romarin dispose de substances dotées d'un pouvoir antioxydant supérieur au thym et à l'ail, d'ailleurs, durant le test de vieillissement accéléré (Rancimat) on a bien conclu que l'échantillon d'huile contenant le romarin a mieux résister au stress oxydatif d'où le temps de résistance à l'oxydation est considérable.

Le moyen le plus usuel pour limiter le phénomène d'oxydation des huiles végétales est l'ajout d'une antioxydation contenue dans des extraits de plantes.

Un anti oxydant est une substance qui, ajoutée à faible dose à un produit naturellement à l'air, est capable de ralentir le phénomène d'oxydation en augmentant le temps au bout du quel il y a une altération décelable du produit (2). Celui-ci agit soit en bloquant la formation de radicaux libres (BHT BHA, gallates, tocophérols), on parle alors d'antioxydants de rupture de chaîne, soit en piégeant directement d'oxygène (acide ascorbique), soit en chélatant les métaux catalyseurs d'oxydation (acide critique, lécithine) (2,3). D'autres substances dites synergistes sont capables de régénérer un antioxydant de type phénolique sous sa forme active.

Les antioxydants ralentissent donc le phénomène d'oxydation mais ne le suppriment pas définitivement. Leur emploi est soumis à la législation positive (nature, domaine, et dose d'application) et les molécules d'origine naturelle (concentrés de tocophérols, extraits de plantes) sont de plus en plus préférées aux produits de synthèse.

Le phénomène d'oxydation lipidique a donné une implication directe sur la valeur marchande des huiles en l'état, l'apparition du défaut de rance est une cause de dépréciation pouvant aller dans certains cas jusqu'au refus par le consommateur ou le transformateur industriel.

Le technologue ou la formulation doit tenir compte du fait que l'oxydation des corps gras est un phénomène spontané, donc inévitable dans l'absolu, mais dont la cinétique d'apparition peut être ralentie ou accélérée dans l'effet des différents paramètres : la nature des acides gras, la température, la présence de lumière U.V en particulier et la teneur en éléments minéraux (traces pro-oxydants).

En réalité, différents facteurs peuvent intervenir sur l'augmentation de la stabilité oxydative d'une huile, le choix d'un processus qui limite les opérations d'aération (mélange-brassage) et les traitements thermiques, l'utilisation des matières premières de bonne qualité, stockées dans des conditions appropriées jusqu'à l'utilisation, l'ajout d'un ou plusieurs oxydants (métaux), une teneur en eau faible pour limiter les réactions enzymatiques, en conditionnement rapide après processus, l'utilisation de contenants tanches à l'air et d'emballages opaques U.V, un stockage à basse température.

Notre étude expérimentale a illustré que l'emploi des antioxydants naturels revêt un intérêt particulier par rapport aux antioxydants synthétiques qui présentent souvent une toxicité.

En outre, les plantes végétales qui ont été sélectionnées dans notre travail (thym, ail et romarin) contenant des substances dotées d'action de piégeage de radicaux libres, d'absorption

d'oxygène, nécessite une recherche approfondie sur la nature des composés antioxydants identifiés sur le plan qualitatif et surtout la mesure de leur pouvoir antioxydant.

En effet, l'usage de cette méthode est conseillé pour les oléiculteurs, car elle garantit le ralentissement des réactions radicalaires en chaîne de propagation qui se produisent dans l'huile au cours du stockage et assure sa conservation.

Pour consolider et développer la consommation d'huile d'olive il faut user donc de connaissances de matière de mesure de risques et prévention du rancissement oxydatif qui affecte l'huile d'olive.

En veillant sur l'assurance qualité de l'huile par la bonne maîtrise du processus technologique tant sur le plan sanitaire et hygiénique par les oléiculteurs, on peut éventuellement promouvoir une politique cohérente efficace orientée vers l'exportation de cet aliment authentique.

Nonobstant, l'huile contient une quantité décelable des composés polyphénoliques qui exerce une activité antioxydante sur l'huile l'ajout d'extraits de plantes sélectionnées pour leurs vertus aromatisantes et piègeuses de radicaux libres s'avère indispensable et ce pour augmenter la durabilité de l'huile.





**Agilent Technologies**

**6890N**  
Network GC System

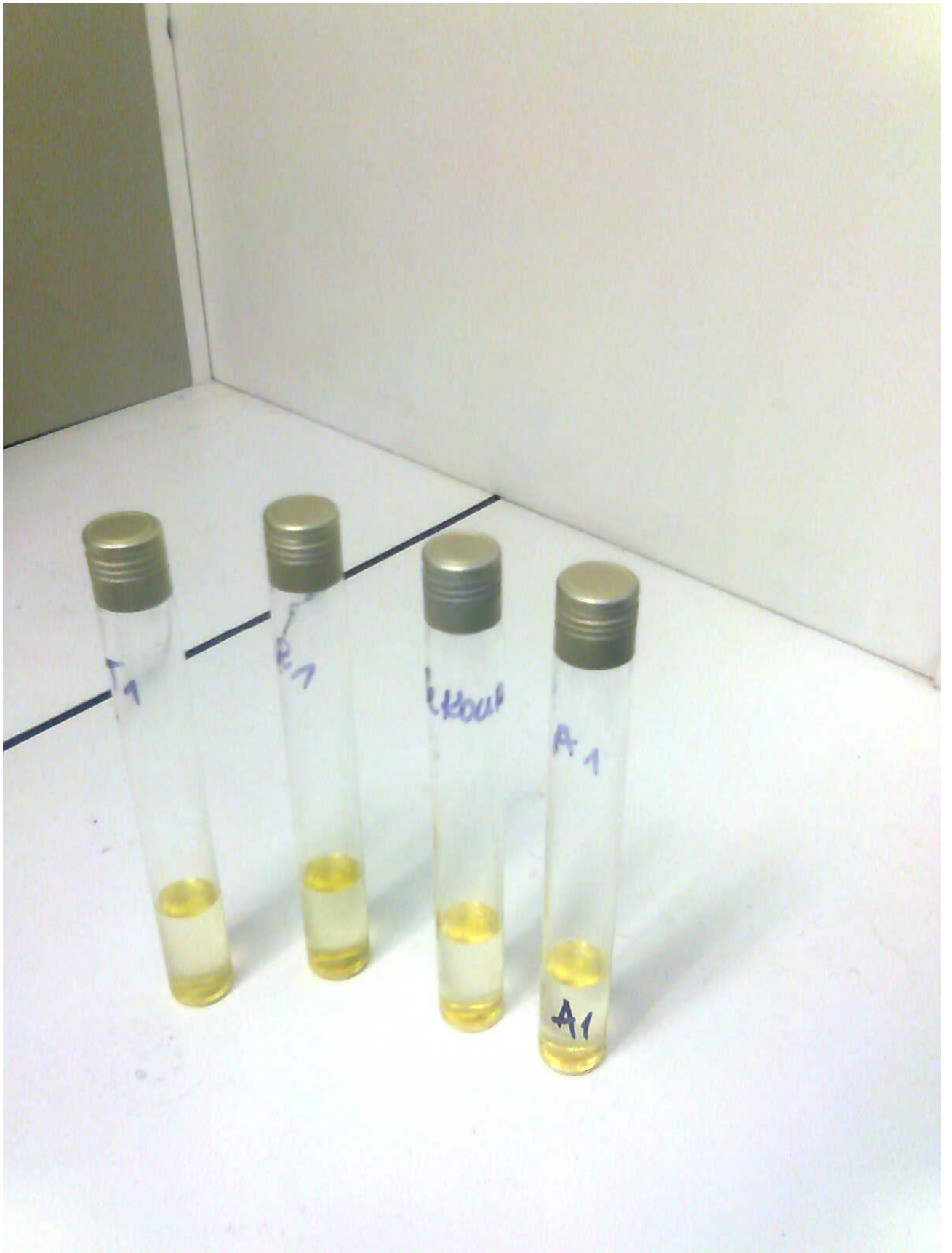


















## Références bibliographiques

- [1] : MARTIN A, Apports nutritionnels conseillés pour la population française Paris : Techniques et documentation, Lavoisier 2001.
- [2]: BROTHWELL, DON H and PATRICIA T "Food and antiquity" 153-157, Edition Frederick A, Praeger 1969.
- [3] : MAHBOULI A, « l'économie oléicole dans le méditerranéen-Options méditerranéennes » 24,39-34-1974 et 12<sup>e</sup> congrès international des industries agricoles et alimentaires – Athènes, Avril 1974.
- [4] : Ministère du Commerce « l'oléiculture en Algérie » 11,50-56, Edition chambre de commerce et d'industrie, Alger 1973.
- [5] : LOUSSERT R, et BROUSSE G, « L'olivier » Edition Moissonneuve et Larose Paris 1978.
- [6] : CHAUX C, Rapports de la station expérimentale de Sidi-Aich(Algérie) et du conseil de l'expérimentation et des recherches agronomiques Alger.
- [7] : CIFFERIE R, rev – l'oléiculture – Ann VIII ,8,1 – 6 ,1941.
- [8] : Oléagineux corps gras lipides – Actes des journées : Chevreul de l'AFECG : l'huile d'olive 12 – 30 octobre 1998 Volume 6, N°1 – janvier / février 1999 CHRISTIAN PINNATEL « variabilité organoleptique en fonction de la maturité et des techniques culturales » P – 80
- [9] : PERRIN – J.L (1992) Manuel des corps gras Paris, Ed : Lavoisier, Tech et doc 1198 – 215, 1428 -31
- [10] : OCL – Volume 6, N°1 Janvier / Février 1999 « Importance économique de l'huile d'olive dans le monde » - FAUSTO LUCHETTI P – 41 – 42.
- [11] : Conseil oléicole international (COI) « Caractéristique de la composition des huiles d'olives » T15 / Doc – N°28, Madrid 1981.
- [12] : L'huile d'olive algérienne a la recherche de sa voie : [www.webmanagercenter.com](http://www.webmanagercenter.com) .
- [13] : Bulletin mensuel d'information et de liaison du PNNTA – Transfert de technologie en agriculture « Technologies d'extraction de l'huile d'olive » Sommaire N°141.
- [14] : Normes codex – STAN – 33 – 1981 (9).
- [15] : UICPA (Union internationale de chimie pure appliquée) « Méthodes d'analyse des matières grasses et dérivés » – 6<sup>e</sup>me édition, Ed ETIG Paris 1979.
- [16] : FRANÇOIS R. – « Les industries des corps gras ». Ed. Lavoisier 1974.
- [17] : - FAO – OMS, Codex – Alimentarius « Normes Codex pour les graisses et les huiles comestibles » CAC / Vol – XI – Ed FAO – Rome 1983.
- [18] : Liens internet : [www.wikipédia.com](http://www.wikipédia.com) .
- [19] : JEANRET R. CROGUENNEC T. SCHUCK, BRULE G. 2006 science des aliments Ed – Tech et Doc Vol 1, ISBN – 2 – 730 – 0833 – 4p 197 – 223.

- [20] : Professeur M.RAHMANI – 18 – Les technologies de laboratoires N°2 Janvier / Février 2007 – « Méthodes d'évaluation de stabilité oxydative des lipides ».
- [21] : J.C et HENRY CHEFTEL (1976) « Introduction a la biochimie et a la technologie des aliments » Vol1 Tech, Paris.
- [22] : WOLF – J.P : Manuel des corps gras Edition Azoulay, Paris 1968.
- [23] : EL AMRANI A., TANOUTI K., SERGHINI C. « Etude comparative de la stabilité oxydative des huiles d'olives produites dans la région oriental » 3eme congrès des sciences annalitique Novembre 2010.
- [24] : KARLESKING A., AUDIAN F., Wolf J.P., Revue française des corps gras 12 (6), 339 – 403, 1965.
- [25] : OCL – Vol 1 N°2 - Octobre – Novembre 1994 – ANNE CASTERA – ROSSIGNOL et FABRICE BOSQUE « Nouvelle approche des antioxydants » P – 135.
- [26] : IMENE BEN TEKAYA, MNASSER HASSOUNA « Etude de la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge extra-tunisienne au cours de son stockage ».
- [27]: GRAY J.I « Measerement of lipid oxidation » A review JAOCS 55(6) – 5539 – 546, 1978.
- [28] : WERNER J, BAUER, R.BADOUUD, J.LOLIGER, A.ETOURNAUD (Ed) « Principes de chimie des constituants et de technologie des procédés »
- [29] : FELIX DEPLET. SSHA 3eme édition – Ed Lavoisier Edition Tech / Doc « Evaluation sensorielle » Manuel méthodologique.
- [30] : P.GEESNET et J.ALESSANDRI « Les rôles physiologique majeurs exercés par les acides gras polyinsaturés (AGPI) » – OCL N°12 – 5 – 6 Sep 2005.
- [31] : J. MORELLE, L.ISRAEL « l'oxydation des aliments ».
- [32] : LEMARCHAL F-Cah.Nutr. Diet, 1986
- [33] : FAO-OMS « Le rôle des graisses et huiles alimentaires en nutrition humaine »Ed,FAO –ROME 1977.
- [33] : LOUISOT P-« Biochimie générale et médicale, structurale, métabolique » Ed SIMEP –Lyon1983.
- [34] : CHRISTAKIS G, FORDYCE M.K, KURTZ S. »Les aspects biologiques et médicaux de l'huile d'olive" Revue de la littérature réalisée par le COI /Division nutrition.
- [35] : VIOLA F – Fat.in the human diet: "oliv oil" Ed COI, Madrid1970.
- [36]: LAVAL-JANTET A.M, et BERGOT « Effet des lipides oléiques sur la croissance et la composition de l'os en nutrition expérimentale » présentée au 3é congrès international sur la valeur biologique d'huile d'olive Sept 1980.
- [37]: European Journal of Scientific Research ISSN 1450-216X Vol46 N°3 2010 PP 339-35. « L'influence de la variété de la champagne oléicole et de la région sur la composition en acides gras de quelques HOV Algériennes » / DOUZANE M., NOUANI A, BRAHIMI A, BELLAL M.M