

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université M'Hamed Bougara Boumerdes

Faculté des Sciences de l'Ingénieur

Département Génie des Procédés

Option Génie Alimentaire

Mémoire de fin d'étude en vue de l'obtention du diplôme
Thème

Caractérisation des huiles d'olives de la région de Beni

Amrane :

Effets du stade de maturité des olives sur l'acidité des huiles.

Présenter par : MEDJEKANE Samah

Devant le jury composé de :

BENAMARA Salem	Professeur	UMBB	Président
ZIDANI Sofiane	MC(B)	UMBB	Examineur
BENAKMOUM Amar	MC(A)	UMBB	Rapporteur

Année universitaire : 2017/2018

Remerciement

Tout d'abord, on remercie Dieu le tout puissant de nous avoir accordé le

Courage et la force pour réaliser ce travail.

*On remercie notre promoteur **Mr BENAKMOUM AMAR** pour sa disponibilité, son encadrement ainsi que ses conseils et ses orientations.*

*On tiens à exprimer nos remerciements à, **HAMIDA** responsable du Laboratoire génie alimentaire aussi **CHANAZ** et **LYNDA** et **HAMIDE ,AHMED.**, pour son soutien et ses conseils.*

*Notre gratitude va également aux membres du jurys qui ont accepté d'évaluer ce travail surtout **BEN AMARA** , ainsi qu'aux enseignants de la faculté qui ont contribué énormément à notre formation.*

*Un grand merci pour tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la Réalisation de ce travail .sans oublier **ZIDANI**
SOFAINE*

Dédicace

Je dédie ce mémoire aux plus affectifs admirables éducateurs :

*A mes très chers parents **saadane medjekane** et **chaïbi zohra** car ils ont consacré leur noble existence pour bâtir la mienne ,pour leur soutient, leur amour et leur encouragement*

A mes chères sœurs : samira ,wahiba ,souad,saliha ,et amina

A mes frères : abd elkarim ,M .seghire et m'hamed

A mohamed kachour ,mohamed belkhir,et amine

*Et A tous famille **medjekane***

Et à tout mes amis (e).sans oublier nadjet ,farida ,souhila ,soussane,imane ,sara

et à tous ceux que j'aime et que je n'ai pas cité

Enfine , à tout la promotion génie alimentaire 2018

A tous ceux qui auront le plaisir de consulter ce modeste travail

Sommaire

Introduction générale

I.	Généralités sur l'olivier.....	1
I.1	Description botanique de l'olivier	1
I.2	Répartition de la culture de l'olivier.....	1
I.3	Description botanique de l'olivier	2
I.4	Principales variétés d'olivier cultivées dans la région de Boumerdes.....	2
I.5	Composition chimique de l'olive:	3
II.	Méthodes de fabrication de l'huile d'olive :	4
II.1	Classification des huiles d'olive	5
II.2	Les catégories des huiles d'olive vierges : Huile d'olive vierge extra :	6
II.3	Caractéristiques qualitatives des huiles	7
III.	Caractéristiques sensorielles	8
IV.	Composition générale des huiles d'olive	9
IV.1	La fraction saponifiable :	9
IV.2	La fraction insaponifiable :	10
V.	Amélioration de la qualité de l'huile d'olive	13
V.1	Définition de la qualité	13
V.2	Facteurs influençant la qualité d'une huile d'olive	13
V.3	Contamination des olives lors du stockage.....	14
VI.	L'importance de la couleur de l'huile d'olive.....	15
VII.	Le vieillissement de l'huile d'olive.....	16
VIII.	Huile d'Olive et Santé	17
VIII.1	Composés Mineurs :	17
IX.	Méthodes de fabrication de l'huile d'olive	20
X.	Présentation du matériel végétal :	21
X.1	Echantillonnage :	21
X.2	Détermination de l'indice de maturité :	23
X.3	Indice de couleur sur l'olive :	24
X.4	Poids des olives	24
X.5	Extraction des huiles :	24
X.6	Détermination de l'acidité :	24

X.7	Détermination de l'Indice de peroxyde :	25
X.8	Déterminations de l'Indice de réfraction :	26
X.9	Détermination de la Densité :	26
X.10	Diène conjugués spectrophotomètres uv :	27
X.11	Détermination de la teneur en pigments :	27
X.12	Détermination des polyphénols totaux :	28
X.13	Etude de l'activité antioxydant des extraits méthanoliques	29
X.14	:condition chromatographique pour esters méthyliques des huiles	32
XI.	Caractérisation des olives :	32
XI.1	Indice de maturité :	32
XI.2	Poids moyenne des olives :	32
XI.3	Rendement d'extraction des huiles :	32
XI.4	Les acidités des huiles obtenues :	33
XI.5	Valeur de l'Indice de peroxyde :	34
XI.6	Valeurs des coefficients d'extinction	36
XI.7	Valeur de la Densité des huiles.....	37
XI.8	Teneur en eau :	38
XI.9	Indice de réfraction :	39
XI.10	Teneur en pigments :	40
XI.11	Valeur de l'indice de couleur	43
XI.12	Teneur en polyphénols totaux des huiles:	43
XI.13	Valeur de l'Activité antioxydante des huiles	46
XI.14	Détermination de la composition en acide gras :	49
XII.	Représentation figures des cpg.....	51
Conclusion générale		

Listes des figures

Figure 1 : Zones a vocation arboricole d' Algérie	1
Figure 2: Section transversale de la drupe d'olive	3
Figure 3 :flaveurs présentes dans l'huile selon la maturité des olives et la durée de fermentation	15
Figure 4 : l'olive.....	21
Figure 5 : extraction d'huile au laboratoire	21
Figure 6 :Représentation photographique de l'Extraction d'huile dans une maasara industrielle.....	22
Figure 7 : Représentation photographique de l'extraction d'huile d'olive Artisanale.....	22
Figure 8 : huile d'olive.....	22
Figure 9 : Procédé de mesure de l'indice de maturité	23
Figure 10 : Rendement en huiles des différentes variétés d'olives et fonction de la maturité.	33
Figure 11 : Valeurs de l'acidité des huiles extraites par la méthode Artisanale et industrielle	33
Figure 12: Valeurs de l'acidité des huiles extraites par solvant.....	34
Figure 13 Valeur de IP par la méthode artisanale et industrielle	35
Figure 14 : Valeurs de l'IP des huiles extraites par solvant.....	35
Figure 15: l'extinction des huiles extrait par la méthode artisanale et industrielle.....	36
Figure 16 : l'extinction des huiles extrait par solvant	37
Figure 17: la densité des huiles extrait par les méthodes artisanales et industrielles.....	38
Figure 18 : Valeurs des densités des huiles extrait solvant.....	38
Figure 19 : Teneur en eau des huiles extrait par les méthodes artisanales et industrielles	39
Figure 20: la teneur on eau des huiles extrait par solvant	39
Figure 21 : Valeurs de l'indice de réfraction des huiles extraites par la méthode artisanale et industrielle.....	40
Figure 22 : Valeur de l'indice de réfraction des huiles extrait par solvant	40
Figure 23 : Valeur de chlorophylle des huiles extrait par solvant.....	41
Figure 24 : valeur de chlorophylle des huiles extraites par méthodes artisanale et industrielle	41
Figure 25: Teneurs en caroténoïdes des huiles artisanale et Industriel	42
Figure 26: Teneurs en caroténoïdes des huiles extraite par solvant.....	42
Figure 27: Courbe d'étalonnage de l'acide gallique on mg/ml	44
Figure 28: Teneurs en polyphénols totaux des huiles artisanales et industriels.....	44
Figure 29: Teneurs en polyphénols des huiles extraites par solvant	45
Figure 30 : valeur dpsh sur l'extrait huile extrait par solvant.....	46
Figure 31 : valeur dpsh sur l'huile extrait artisanale , industrielle	47
Figure 32 : inhibition H ₂ O ₂ dans les huiles artisanales et industrielles	48
Figure 33 : inhibition H ₂ O ₂ dans les huiles extraite par solvant	49
Figure 34 : Chromatogramme CPG des AG (HOV).....	51
Figure 35 : Chromatogramme CPG des AG (HOV I).....	51
Figure 36: Chromatogramme CPG des AG (HON).....	52
Figure 37 : Chromatogramme CPG des AG (HOLé N).....	52
Figure 38: Chromatogramme CPG des AG(HOLé V).....	53
Figure 39 : Chromatogramme CPG des AG (HOLé A).....	53

Listes des figures

Figure 40 : Chromatogramme CPG des AG (HOLé I)	54
Figure 41 : Chromatogramme CPG des AG (HOA)	54
Figure 42 : Chromatogramme CPG des AG (HOI).....	55

Listes des tableaux

Tableau 1 : Principales variétés d'oliviers en Algérie.....	2
Tableau 2 : Composition physique de l'olive (Nefzaoui, 1984).	4
Tableau 3 : Composition chimique de l'olive (%)(Crozier et al., 2008).....	4
Tableau 4 : Données physico-chimiques de classification des huiles (Food and.....	7
Tableau 5 : Caractéristiques complémentaires des huiles d'olive (Codex.....	7
Tableau 6: Résultats de la densité des huiles extraites par solvant, artisanale et industrielle ..	37
Tableau 7 :les valeurs de tenure en eau :.....	38
Tableau 8: Indice de réfraction des huiles analysées	39

Voire annexe :

Tableau 1 indice de colure sur l'olive	
Tableau 2 :indice de colure sur l'huile	
Tableau 3 : valeur d'extinction k270, k232.....	
Tableau 4 représente la tenure en chlorophylle.....	

Liste des abréviations

AGI : Acide gras insaturé

AGS : Acide gras saturé

Abc : Absorbance.

CEE : Communauté Economique Européenne.

COI : Conseil Oléicole International.

DSASI : Direction des statistiques Agricoles et des systèmes d'information.

HDL : Lipoprotéines à haute densité

Im : Indice de maturité

Ip : Indice de peroxyde

ISO : Organisation internationale de la normalisation

Kg : kilogramme

LDL : lipoprotéines à faible densité

Meq : Milliéquivalent

Mg : Milligramme

OH : Radical hydroxyle

Ppm : Particule par million

UV : Ultraviolet

V : Volume

DO : densité optique.

E.A.G: Equivalent en Acide Gallique

A% : Acidité.

EAA : Equivalent d'acide ascorbique.

EAG : Equivalent d'acide gallique.

K232 : Absorbance spécifique à l'ultraviolet à 232 nm.

K270 : Absorbance spécifique à l'ultraviolet à 270 nm.

MS : matière sec

R : coefficient de corrélation

Ppt : polyphénols totaux

HOV : huile d'olive vert

HOVI :huile d'olive violet

HON : huile d'olive noir

HOI : huile d'olive industrielle

HOA : huile d'olive artisanale

HOLé V : huile d'oléastre vert

HOLé N : huile d'oléastre noir

HOLé A : huile d'oléastre artisanale

HOLé I : huile d'oléastre industrielle

Résumé : la filière oléicole de la région de Beni Amrane, présente des potentialités qui garantissent une typicité et exclusivité de production. Mais malheureusement, les huiles qui y sont produites sont déclassées conformément aux critères fixés par la réglementation. En raison d'une transformation par des procédés traditionnels engendrent de nombreuses pertes, sur le plan quantitatif que qualitatif. Nous avons cerné, deux facteurs, parmi les plus importants, responsables de la dégradation, à savoir l'état de maturité des olives et la conservation des olives avant trituration et leur impact sur le taux d'acidité des huiles produites. La caractérisation physicochimiques basées sur les méthodes du Conseil Oléicole International, montre que tous les indices de qualité se rétablissent aux normes, si l'itinéraire agricole est bien suivi ainsi que la maîtrise des bonnes pratiques d'hygiène et de production. La détermination d'une date optimale de récolte, éviterait une production d'une huile d'olive de qualité inférieure.

Mots clés : huile d'olives, maturité, couleur des olives, oléastre, IP, IA, polyphénols, pigments, DPPH, CPG.

ملخص: تتمتع صناعة الزيتون في منطقة بني عمران بإمكانيات تضمن نوعاً ما من الإنتاج والحصرية. لكن لسوء الحظ، يتم إخراج الزيوت المنتجة هناك وفقاً للمعايير التي تحددها اللوائح. نتيجة للتحول من خلال العمليات التقليدية تولد الكثير من الخسائر، سواء من حيث الكم أو النوع. لقد حددنا اثنين من أهم العوامل المسؤولة عن التدهور، وهما حالة نضج الزيتون والحفاظ على الزيتون قبل التكسير وتأثيرها على معدل حموضة الزيوت المنتجة. يوضح التوصيف الفيزيوكيميائي القائم على أساليب المجلس الدولي للزيتون أن جميع مؤشرات الجودة قد تم استعادتها للمعايير، إذا ما تم اتباع المسار الزراعي بشكل جيد وكذلك التحكم في الممارسات الجيدة للنظافة والإنتاج. من شأن تحديد التاريخ الأمثل للحصاد أن يتجنب إنتاج زيت زيتون منخفض الجودة.

الكلمات المفتاحية: زيت الزيتون، النضج، لون الزيتون، زيت الزيتون، polyphenols، IA، IP، أصباغ، DPPH، CPG.

Summary: The olive industry in the Beni Amrane region has potential that guarantees a typicity and exclusivity of production. But unfortunately, the oils produced there are decommissioned according to the criteria set by the regulations. Due to a transformation by traditional processes generate many losses, both quantitatively and qualitatively. We have identified two of the most important factors responsible for the degradation, namely the state of maturity of the olives and the preservation of olives before crushing and their impact on the acidity rate of the oils produced. The physicochemical characterization based on the methods of the International Olive Council, shows that all the quality indices are restored to the standards, if the agricultural route is well followed as well as the control of the good practices of hygiene and production. The determination of an optimal date of harvest would avoid the production of a lower quality olive oil. Key words: olive oil, maturity, olive color, oleaster, IP, IA, polyphenols, pigments, DPPH, CPG.

Introduction générale

L'huile d'olive est un aliment, qui bénéficie d'une image positive de par ses bienfaits sur le plan de la nutrition et de la santé. Enracinée dans la culture alimentaire méditerranéenne depuis plusieurs siècles, elle possède une dimension patrimoniale, une valeur marchande et une valeur d'usage étroitement liée aux modèles de développement économique.

En Algérie, la filière oléicole est en grande partie à caractère familial, et localisée en zone de montagne (Kabylie, 55%) où l'autoconsommation est privilégiée (Nouad, 2004).

En dépit des potentialités que peut garantir cette région en termes de typicité et d'exclusivité de production oléicole, les huiles qui y sont produites sont déclassées conformément aux critères fixés par la réglementation (l'acidité l'indice de peroxyde et l'extinction). De manière globale, l'huile Algérienne éprouve à pénétrer les grands marchés au sein desquels, on ne trouve d'elle nulle traçabilité. Enormément de travaux ont mis en exergue, que les circuits de production et de transformation des olives par le procédé traditionnel engendrent de nombreuses pertes, tant sur le plan quantitatif que qualitatif.

La région de Boumerdes est une région à vocation agricole. La wilaya de Boumerdes dispose d'un verger oléicole d'une superficie de près de 8.200 ha, répartis en grande partie en de parcelles de moins de 100 oliviers soit 700000 oliviers, concentrées dans les zones montagneuses de la région, à savoir dechras de Beni Amrane. Pour la campagne 2018, la production a atteint près de 2 millions de litres d'huile, soit un rendement de plus 21 q/ha (18 litres par quintal). Des rendements qui restent en deçà des attentes des producteurs et des consommateurs en matière de prix.

Vu son ancrage historique, sa grande réputation et l'importance de sa production, l'huile d'olive de Beni Amrane a été choisie pour la concrétisation de cette étude. Il s'agit en effet d'évaluer la qualité potentielle de l'huile dans la région ainsi que les facteurs qui entraînent la dégradation de cette qualité.

La reconnaissance de la qualité des huiles d'olive n'est pas chose nouvelle puisque des témoignages antiques ou médiévaux attestent de la renommée de certaines productions oléicoles. Elle représente aujourd'hui un élément majeur pour la sauvegarde et le dynamisme du secteur oléicole mais aussi un agent efficace de promotion et de développement régional.

Dans ce modeste travail, nous n'allons pas jusqu'à hisser la demande d'une Appellation d'Origine Protégée (AOP), pour le patrimoine oléicole de la région, mais il est possible d'obtenir pour ce produit de terroirs une certification « d'indications géographiques », juste pour rendre justice aux milliers d'agriculteurs de la région.

Ce mémoire se décline en différentes parties, Une première partie sera consacrée à une synthèse bibliographique où plutôt une rétrospective sur cet aliment ancestral, qu'une multitude d'ouvrages, et une riche documentation lui a été dédié, ce qui orientera le contexte de l'art de notre sujet.

La problématique posée, est que certes, notre pays produit de l'huile d'olive, pas en grande quantité, mais dans chaque région du pays où elle est produite, on l'irrigue au sommet de « la qualité locale » or, à ce jour, il n'existe même pas de cadre ou organisme certifié par le Conseil Oléicole International (COI), pour mettre en place dans notre pays, ne serait ce, un panel spécialisé dans la dégustation des huiles d'olives !..

Contrairement aux pays voisins, où l'oléiculture représente un des principaux secteurs stratégiques de l'économie en général et de l'agriculture en particulier. En Algérie, l'oléiculture accuse un retard de développement en amont et en aval.

La seconde partie du mémoire sera consacré à l'approche expérimentale, afin de cerner deux facteurs responsables de la dégradation de la qualité des huiles de la région de Beni Amrane, à savoir l'état de maturité des olives et la conservation des olives avant trituration et la méthode d'extraction et leurs impact sur le taux d'acidité des huiles produite. Sachant que l'indice de maturité, les conditions de stockage des olives, contribuent à hauteur de 50% dans la détermination de la qualité finale de l'huile d'olive. Nous nous sommes intéressé également aux olives de *l'Oléastre*, très répandu dans la région et qui pourrait constituer une plus value nutritionnelle, de part, sa riche composition biochimique, et proposer in enrichissement des huiles d'olives déclassées.

Nous exposerons les différents résultats, dans la troisième partie du mémoire ainsi que la discussion des valeurs trouvés pour chaque indice, comparativement aux résultats, des travaux publiés et communiquer, dont la plus part proviennent des pays voisins.

En fin nous concluons ce mémoire par des constats et des perspectives, qui nous l'espérons vont dans le sens de la préservation et la promotion de ca patrimoine de la région et pourquoi pas, converger vers l'émergence d'un produit qui répond aux standards internationaux, et c'est à ce prix seulement que l'oléiculture Algérienne, pourra se développer et prospérer.

I. Généralités sur l'olivier

L'olivier et l'huile d'olive font partie intégrante de l'histoire du bassin méditerranéen et on les retrouve au fil des siècles à travers différents mythes et croyances. C'est notamment le cas dans la mythologie grecque où Athéna devint protectrice d'Athènes au dépens de Poséidon après avoir offert à la ville d'Athènes «un olivier ». Selon le Conseil Oléicole Internationale (COI., 1998), on découvrit en 1957 dans la zone montagneuse du Sahara Central (Tassili dans le Hoggar en Algérie) , des peinture rupestres réalisées au IIe millénaire avant J .C avec des hommes couronnés de branches d'olivier témoignant ainsi de la connaissance de cet arbre au cours de ces époques anciennes.

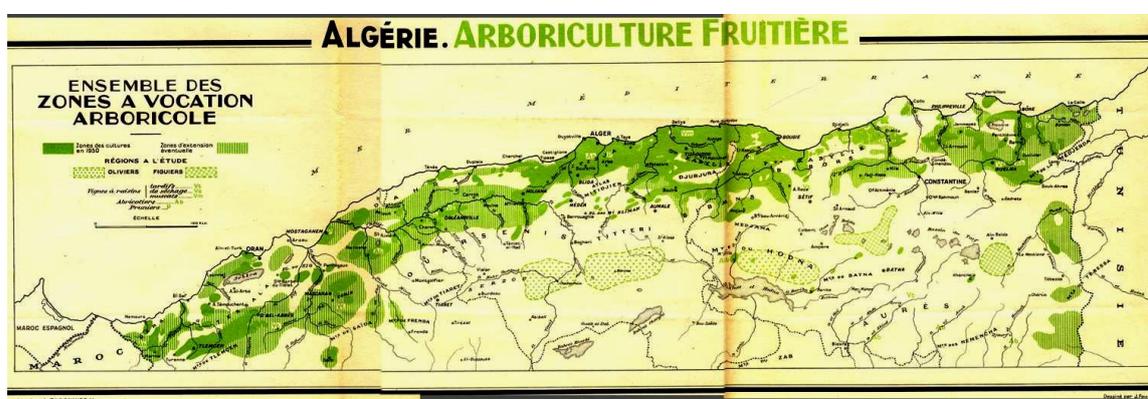


Figure 1 : Zones a vocation arboricole d' Algérie

I.1 Description botanique de l'olivier

L'olivier est l'arbre emblématique de l'aire méditerranéenne et l'huile d'olive fait partie intégrante de l'alimentation des populations locales. La culture de l'olivier a aussi aidé à :

- la fixation des habitants,
- au recul du nomadisme,
- aux échanges commerciaux et au développement de l'industrie de transformation

Elle a permis la sédentarisation des populations paysannes et à la création de sources de revenus L'olivier et ses produits sont devenus partie intégrante et inextricable de la vie quotidienne tant matérielle que spirituelle.

I.2 Répartition de la culture de l'olivier

Bien que l'olivier soit présent dans les quatre continents, environ (98%) de la production mondiale de l'huile d'olive provient du Bassin méditerranéen. Il est considéré comme une espèce caractéristique de la région méditerranéenne. La surface totale occupée par l'olivier est d'environ 11 millions d'hectares. L'Union européenne représente (50%) de ce verger, l'Afrique (Afrique du Nord) (25%), le Moyen- Orient (20%), le reste se répartissant entre

l'Amérique (Californie, Chili, Argentine...), l'Australie et la Chine. Près de (82%) de ces vergers sont de type «traditionnel» (A.F.I.D.O.L, 2012).

I.3 Description botanique de l'olivier

Selon (A.F.I.D.O.L, 2017) l'olivier présente la classification suivante:

- Embranchement : phanérogames
- sous-embranchement : Angiospermes
- Classe : Dicotylédones
- sous-classe : Asteridae
- ordre : Srophulariales
- Famille : Oléacées (25 genres et plus de 500 espèces.)
- Genre *Olea* (30 à 40 espèces suivant les auteurs).
- espèce *Olea europaea* Linné *Olea europaea* Linné.

Certaines classifications distinguent deux sous-espèces:

- l'olivier cultivé: *Olea europaea* Linné variété *saliva*, Il est constitué par un grand nombre de variétés

- L'olivier sauvage, encore appelé oléastre : *Olea europaea* Linné variété oléastre.

L'oléastre se différencie de l'olivier cultivé par ces caractères: c'est un arbrisseau, il possède des rameaux épineux et quadrangulaires, ses fruits sont petits et nombreux et son huile est peu abondante.

I.4 Principales variétés d'olivier cultivées dans la région de Boumerdes

- ✓ **Chemlal ou Achemlal** : Occupe 40% du verger oléicole national, présent surtout en Kabylie, s'étend du mont Zekkar à l'Ouest aux Bibans à l'Est. Variété rustique et tardive, fruit est de poids faible (2.5g) et de forme allongée de petite taille, destiné à la production d'huile, le rendement en huile de 18 à 22%.
- ✓ **Azeradj** : Petite Kabylie (oued Soummam) occupe 10% de la surface oléicole nationale. Arbre rustique et résistant à la sécheresse, fruit de poids élevé (3-5g) de grande taille et de forme allongée, utilisée pour la production d'huile et olive de table, rendement en huile de 24 à 28%.
- ✓ **Limli ou aymel** : Originaire de Sidi-Aïch (Bejaïa), occupe 8% du verger oléicole national, localisé sur les versants de la vallée de la Soummam . ses rendement avoisine les 20 à 24%.

Tableau 1 : Principales variétés d'oliviers en Algérie

Variétés	Aire de culture	Importance	Pollinisateur	Destination	Observations
Sigoise	Ouest Algérien (Oranie, Tlemcen)	25%	Cornicabra	Table + Huile	Très estimée pour la conservation et l'huilerie, rendement élevé en huile, variété autofertile.
Cornicabra	Ouest Algérien (Oranie, Tlemcen)	5%	-	Table + Huile	Très bon pollinisateur de Sigoise Originaires d'Espagne
Sevillane	Ouest Algérien (Plaine d'Oran)	3%	-	Table	Très intéressante par le gros calibre des fruits
Chemlal	Centre Algérien Kabylie	10%	Azeradj Frontoio	Huile	Huile très appréciée. Résiste en culture sèche. Inconvénients: autostérile, floraison tardive.
Azeradj	Centre Algérien	15%	-	Table +Huile	Très bon pollinisateur de Chemlal
Bouchouk la Fayette	Centre Algérien	2%	-	Table +Huile	Intéressante pour la région de Bougaâ
Boukhenfas	Centre Algérien	2%	-	Huile	Donne les meilleurs résultats à la station de Sidi-Aich
Limli	Est Algérien	8%	Azeradj	Huile	Variété conseillée dans la région de jijel à Sidi-Aich
Blanquette	Est Algérien	20 % du verger	-	Table +Huile	-
Rougette	Est Algérien	12%	-	Huile	-
Neb Djmel	Sud Est Algérien	5%	-	Table + Huile	Variété des régions présaharienne
Frontoio	Centre et Est	1%	-	Huile	Variété italienne, bon pollinisateur de Chemlal
Coratina	Centre et Est	1%	-	Huile	Variété italienne très rigoureuse et très productive
Longue de Miliana	Centre et Ouest	5%	-	Table +Huile	Très localisée dans la région de Miliana
Ronde de Miliana	Centre et Ouest	5%	-	Table +Huile	Très localisée dans la région de Miliana
Picholine Marocaine	Ouest du pays	30 à	-	Huile	Très commune avec la Sigoise (même caractère)

NB : On représente dans ce tableau, seulement les variétés les plus importantes. Il existe plusieurs variétés. Cependant, une même variété peut avoir différentes dénominations suivant les régions. (Loussert et Brousse 1998).

I.5 Composition chimique de l'olive:

L'olive est une drupe, sa composition physique est indiquée dans la Figure 2:

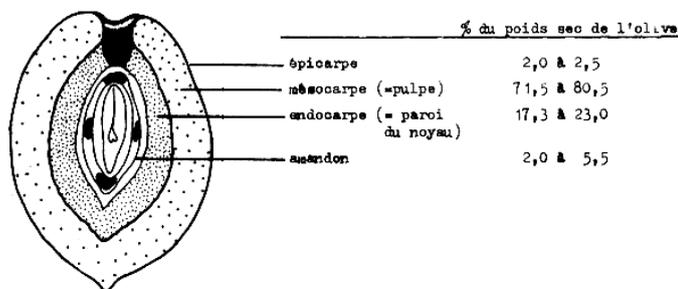


Figure 2: Section transversale de la drupe d'olive

La partie la plus riche en huile est le mésocarpe ou (pulpe), et celle plus riche en cellulose brute est l'endocarpe ou (noyau) (Loussert and Brousse, 1978).

Tableau 2 : Composition physique de l'olive (Nefzaoui, 1984).

Composition	% Poids de l'olive
Épicarpe	2,0 à 2,5
Mésocarpe	71,5 à 80,5
Endocarpe	17,5 à 23,0
Amandan	2,0 à 5,5

L'olive est constituée chimiquement, d'eau, huile, composés azotés, cellulose, minéraux et enfin composés phénoliques, qui se répartissent en quantités différentes, dans la pulpe, endocarpe et graine, dont le tableau est l'illustration de cette répartition.

Tableau 3 : Composition chimique de l'olive (%)(Crozier et al., 2008)

Composants	Pulpe d'olive	Endocarpe	Graine
Eau	50-60	9.3	30
Huile	15-30	0,7	27.3
Composés azotés	2-3	3,4	10.2
Sucres cellulosiques	3-7.5	41	26.6
Cellulose	3-6	38	1.9
Minéraux	1-2	4,1	1.5
Composés phénoliques	2,25-3	0,1	0.5-1

II. Méthodes de fabrication de l'huile d'olive :

Selon le COI, l'huile d'olive est une huile obtenue à partir du fruit de l'olivier, à l'exclusion des huiles obtenues par extraction avec des solvants, par des procédures de réestérification, ou par n'importe quel mélange avec d'autres types d'huiles. A la différence des autres huiles végétales ou d'autres produits tels que le vin, l'huile d'olive ne requiert aucune étape de raffinage ni aucune transformation chimique. Grâce à cette simplicité procédurale, l'huile d'olive a pu être fabriquée depuis l'antiquité.

✓ **La récolte des olives**

Il existe de nombreuses techniques de récolte des olives variant en fonction de la destination finale de ces olives, de la nature du sol et de la superficie de l'exploitation. La méthode traditionnelle est la récolte à la main (Figure 1a); c'est la plus respectueuse de l'arbre mais la récolte est fastidieuse et très longue donc cette technique n'est plus utilisée que pour les olives de table (car elles ne doivent pas être abimées). La méthode la plus communément utilisée en Provence est la cueillette au peigne manuel (Figure 1b) : les oléiculteurs déposent un filet sur le sol et utilisent un peigne qui va arracher les olives de la branche et les faire tomber sur le filet. Il existe maintenant des systèmes de peignes mécaniques équipés d'un moteur faisant tourner les peignes au bout d'un manche télescopique. Cette technique permet une récolte plus rapide des olives et reste peu traumatisante pour les oliviers

✓ **Evolutions de la trituration des olives**

Le malaxage : Quelle que soit la technique de trituration, une étape est indispensable avant la séparation des différentes phases de la pâte, il s'agit du malaxage. Le malaxage a pour but 'homogénéiser la pâte d'olive, mais il va également et surtout permettre la coalescence des gouttelettes d'huile.

✓ **La séparation solide/liquide :** Une fois la pâte d'olive homogénéisée et la coalescence effectuée, l'étape suivante consiste en la séparation de la phase solide et de la phase liquide. Deux systèmes de séparation de phases sont utilisés : un système de presse et un système de centrifugation horizontale. Ces centrifugeuses sont dites à trois phases car elles séparent : - Les grignons - L'huile avec un peu d'eau - Les margines avec un peu d'huile

✓ **Séparation huile/eau :** Cette étape est devenue facultative pour certaines techniques (Sinolea et systèmes à deux phases) mais reste d'actualité pour la majorité des autres systèmes. L'huile d'olive et l'eau ont des densités très différentes (0.913 pour l'huile d'olive, 0,9982 pour l'eau à 20°C) ce qui fait que ces deux liquides ne sont pas séparables par gravité dans des conditions standards.

II.1 Classification des huiles d'olive

Dénominations et définitions des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive visées à l'article 35 (Règlement du Conseil (CEE) n°356/92, publié au Journal Officiel des CE n° L39 du 15 février 1992). Les huiles d'olive vierges sont des huiles obtenues à partir du fruit de l'olivier uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques,

dans des conditions, thermiques notamment, qui n'entraînent pas d'altération de l'huile, et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration à l'exclusion des huiles obtenues par solvant ou par des procédés de ré-estérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature.

II.2 Les catégories des huiles d'olive vierges :

Huile d'olive vierge extra :

Huile d'olive vierge dont la notation organoleptique est égale ou supérieure à 6,5, dont l'acidité libre, exprimée en acide oléique, est au maximum de 0,8 gr pour 100 gr et dont les autres caractéristiques sont conformes à celles prévues pour cette catégorie. Elle est considérée comme la meilleure. Elle constitue la majeure partie des meilleures huiles artisanales.

Huile d'olive vierge :

Huile d'olive vierge dont la notation organoleptique est égale ou supérieure à 5,5, dont l'acidité libre, exprimée en acide oléique, est au maximum de 2 gr pour 100 gr et dont les autres caractéristiques sont conformes à celles prévues pour cette catégorie. On trouve parfois des huiles au goût fruité noir dans cette catégorie. L'expression « fine » pouvant être employée au stade de la production et du commerce de gros.

Huile d'olive vierge courante :

Huile d'olive vierge dont la notation organoleptique est égale ou supérieure à 3,5, dont l'acidité libre, exprimée en acide oléique, est au maximum de 3,3 gr pour 100 gr et dont les autres caractéristiques sont conformes à celles prévues pour cette catégorie.

Huile d'olive vierge lampante :

Huile d'olive vierge dont la notation organoleptique est inférieure à 3,5 et/ou dont l'acidité libre, exprimée en acide oléique, est supérieure à 3,3 gr pour 100 gr et dont les autres caractéristiques sont conformes à celles prévues pour cette catégorie.

Huile d'olive raffinée :

Il s'agit d'un produit industriel raffiné. L'huile d'olive ne doit pas dépasser 0,3 % d'acidité et elle est obtenue par le raffinage d'une huile d'olive vierge. L'expression « huile d'olive pure raffinée » peut aussi être utilisée.

Huile d'olive

Elle est composée d'huiles d'olive raffinées et vierges : cette huile, souvent utilisée dans les conserves, est un mélange d'huile d'olive vierge et d'huile d'olive raffinée, qui ne doit pas dépasser 1 % d'acidité.

Huile de grignons d'olive brute, huile de grignons d'olive raffinée et huile de grignons d'olive : Ces huiles sont obtenues par traitement au solvant de grignons d'olive, c'est-à-dire le reste des déchets d'olive une fois que l'on a extrait l'huile vierge. Etant donné leur qualité très médiocre, ces huiles sont rarement commercialisées à usage culinaire.

II.3 Caractéristiques qualitatives des huiles

Données physico-chimiques

Tableau 4 : Données physico-chimiques de classification des huiles (Food and Agriculture Organization (FAO), 2001 et Codex Alimentarius, 1989)

	Densité relative (à 20°C)	Acidité (% acide oléique)	Indice peroxyde (meq O ₂ /kg)	Extinction spécifique à 270 nm E _{1cm} [%]	Acides gras saturés en position 2 (%)
Huile d'olive vierge extra		<1	<20	<0,25	<1,5
Huile d'olive vierge		<2	<20	<0,3	<1,5
Huile d'olive vierge ordinaire	0,910	<3,3	<20	<0,3	<1,5
Huile d'olive raffinée	0,916	<0,3	<5	<1,1	<1,8
Huile d'olive		<1,5	<15	<0,9	-
Huile de grignon d'olive raffinée		<1,5	<5	<2,0	<2,2
Huile de grignon d'olive		<1,5	<15	<1,7	-

Tableau 5 : Caractéristiques complémentaires des huiles d'olive (Codex Alimentarius, 1989)

	Indice de réfraction (n _D 20°C)	Indice de saponification (mg KOH/g)	Indice d'iode (Wijs)	Insaponifiable	Cires
Huile d'olive vierge	1,4677-	184-196	75-94	<15g/kg	<250
Huile d'olive raffinée	1,4705				<350
Huile de grignon d'olive raffinée	1,4680-1,4707	182-193	75-92	<25 g/kg	<350

III. Caractéristiques sensorielles

Une simple analyse chimique ne peut suffire pour déterminer la qualité d'une huile. En effet, les composés volatiles qui se développent au cours du procédé de fabrication de l'huile puis pendant son stockage sont capables de modifier l'odeur et la saveur de l'huile. Pour cela une analyse sensorielle codifiée et détaillée a été développée par le COI et la Communauté Economique Européenne (CEE). Les attributs sensoriels d'une huile ont été classés en deux catégories : les attributs positifs et les défauts.

Il existe 3 grands attributs positifs (COI, 2007):

- **Amer** : il est défini comme le goût élémentaire caractéristique de l'huile obtenue d'olives vertes ou au stade de la véraison, perçu par les papilles caliciformes formant le V lingual.
- **Fruité** : ensemble des sensations olfactives caractéristiques de l'huile, dépendant de la variété des olives, provenant de fruits sains et frais, perçues par voie directe ou rétronasale. Le fruité vert correspond aux caractéristiques rappelant les fruits verts à l'inverse du fruité mûr qui témoigne d'une récolte des olives plus tardive.
- **Piquant** : sensation tactile de picotement, caractéristique des huiles produites au début de la campagne, principalement à partir d'olives encore vertes, pouvant être perçue dans toute la cavité buccale, en particulier dans la gorge. Toute caractéristique autre que ces trois attributs sera perçue comme un défaut de l'huile. Il est à noter que pour être classée comme « huile d'olive vierge extra », l'huile ne doit présenter aucun de ces défauts. Les principaux défauts sont :
 - **Chômé/lies** : flaveur caractéristique de l'huile tirée d'olives entassées ou stockées dans des conditions telles qu'elles se trouvent dans un état avancé de fermentation anaérobie, ou de l'huile restée en contact avec les « boues » de décantation, ayant elles aussi subi un processus de fermentation anaérobie, dans les piles et les cuves.
 - **Moisi/humide** : flaveur caractéristique d'une huile obtenue d'olives attaquées par des moisissures et des levures par suite d'un stockage des fruits pendant plusieurs jours dans l'humidité.
 - **Vineux/vinaigré** ou **acide/aigre** : flaveur caractéristique de certaines huiles rappelant le vin ou le vinaigre. Cette flaveur est due fondamentalement à un processus de fermentation aérobie des olives ou des restes de pâte d'olive dans des scourtins qui n'auraient pas été lavés correctement, qui donne lieu à la formation d'acide acétique, acétate d'éthyle et éthanol.

- **Métallique** : flaveur qui rappelle les métaux. Elle est caractéristique de l'huile qui est demeurée longtemps en contact avec des surfaces métalliques, au cours du procédé de broyage, de malaxage, de pression ou de stockage.

- **Rance** : flaveur des huiles ayant subi un processus d'oxydation intense

IV. Composition générale des huiles d'olive

L'huile d'olive contient un grand nombre de composés structurellement hétérogènes dont les principaux sont les triacylglycérols (>95%), une faible quantité d'acides gras libres, du glycérol, des pigments, et un grand nombre de composants dits «mineurs» présents en faibles quantités (0,5 à 15%) et qui ont des effets bénéfiques. Aparicio et ses collaborateurs (1999) ont estimé la contribution des composés phénoliques, acides gras, l' α -tocophérol et les pigments dans la stabilité de l'huile, à environ 30%, 27%, 11% et 6% respectivement.

IV.1 La fraction saponifiable :

La fraction saponifiable est constituée d'acides gras et de leurs dérivés (acylglycérols, phosphatides). Elle représente environ 99% de l'huile et lui confère la plupart de ses caractéristiques physiques, chimiques et métaboliques (Ryan et al., 1998).

✓ **Les triglycérides :**

Ce sont des triesters d'acides gras et du glycérol. Ils constituent environ 98% de l'huile d'olive et sont principalement mono insaturés. Le principal acide gras de l'huile d'olive est l'acide oléique. La popularité croissante de l'huile d'olive a été principalement attribuée à sa teneur élevée en acide oléique, qui peut affecter les profils lipidiques de plasma (Delplanque et al, 1999).

Les principaux triglycérides de l'huile d'olive sont : la trioléine « OOO » (40 à 60 %), la dioléopalmitine « POO » (10 à 20 %), la dioléolinoléine « OOL » (10 à 20 %), la palmitooléolinoléine « POL » (5 à 7 %) et la dioléostéarine « SOO » (3 à 7 %) (Ryan et al., 1998; Boskou et al., 2006).

✓ **Les acides gras**

Les acides gras sont des molécules organiques comprenant une chaîne carbonée terminée par un groupement carboxyle.

Pour les acides gras insaturés, ils sont souvent référencés selon la position de la première double liaison par rapport au groupement méthyle terminal. Il existe deux grandes familles d'AGPI: La série en n-6 (ou oméga 6) et la série en n-3 (ou oméga 3). Dans l'huile d'olive

on trouve de l'acide linoléique (oméga 6) et de l'acide alphalinoléique (oméga 3). Ces acides gras sont dits « essentiels » car ils ne peuvent pas être synthétisés par l'homme et doivent donc être apportés par l'alimentation. Dans la nature, les acides gras sont, généralement, sous forme de tri-esters entre des acides gras et du glycérol selon la formule: La composition en acides gras totaux est un paramètre de qualité et d'authenticité des huiles d'olives. Cette composition est très variable et dépend de la variété, du climat et de la région de production, de l'année et la période de récolte ainsi que des techniques d'extraction et des conditions de stockage (Zarrouk et al., 1996; Ait Yacine et al., 2002). De toutes les huiles végétales, l'huile d'olive est celle qui présente le plus fort rapport acides gras mono insaturés /acides gras polyinsaturés. Cette particularité confère à l'huile d'olive une plus grande stabilité à l'auto-oxydation (Perrin, 1992; Baccouri et al., 2008).

IV.2 La fraction insaponifiable :

Cette fraction, dénommée constituants mineurs, représente environ 2 % de la composition totale de l'huile d'olive et comptent plus de 230 composés différents (Visioli et Galli, 1998).

✓ Les stérols

Les stérols représentent les constituants majeurs de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive (20%) et sont présents sous forme libre et estérifiée avec les acides gras (Phillips et al., 2002). Les principaux stérols de l'huile d'olive sont le β -sitostérol (75% à 90%), le Δ -5avenastérol et le campestérol. D'autres stérols sont également présents à l'état de traces, à savoir : le cholestérol, le Δ -7-stigmastérol, le Δ -7-avenastérol et le campestanol (Boskou et al., 2006). Plusieurs travaux ont signalé que la composition de la fraction stérolique constitue un paramètre important dans la détection d'adultérations des huiles (Pardo et al 2007).

La quantité totale de stérols dans l'huile d'olive extra vierge varie de 113 à 265mg/100g (Gutierrez et al, 1999; Kiritsakis et Markakis, 1987).

✓ Les Tocophérols

Les tocophérols se présentent sous quatre formes (α , β , γ et δ) qui se différencient entre elles par le nombre et la position des groupements méthyles fixés sur le noyau aromatique (Soulier et Farines, 1992). Les tocophérols de l'huile d'olive se trouvent libres ou estérifiés, l' α

tocophérol, doté de la plus forte activité antioxydante, représentent plus de 95 % des tocophérols totaux (Ryan et al., 1998). Ils contribuent à la stabilité oxydative et aux

qualités nutritionnelles de l'huile d'olive (Ryan et al., 1998 ; Gimeno et al., 2002). Les teneurs en tocophérols, généralement rapportées pour une huile d'olive d'une bonne qualité, varient de 100 à 300 mg/Kg (Perrin 1992; Allalout et al., 2009). Ces teneurs varient en fonction de plusieurs facteurs dont la variété de l'olive et sa maturité ainsi que les conditions et la durée de la conservation de l'huile (Assmann et Wahrburg, 1999; Gimeno et al., 2002).

✓ **Les Pigments**

La couleur de l'huile d'olive est essentiellement liée à la présence des chlorophylles, de la phéophytine ainsi qu'aux caroténoïdes (Gandul-Rojas et Mínguez-Mosquera, 1996; Mínguez-Mosquera et al, 1991. C'est la présence, dans sa structure, de nombreuses doubles liaisons conjuguées qui permet une absorption du rayonnement lumineux.

Les chlorophylles sont également impliqués dans les mécanismes de l'auto-oxydation et de la photo-oxydation. Leur contenu dans l'huile d'olive s'étend entre 1 et 20 ppm (Boskou, 1996

Par ailleurs, Mínguez-Mosquera et ses collaborateurs (1990) ont constaté qu'environ 80% et 40% de chlorophylle et de caroténoïde respectivement, sont perdus pendant l'extraction de l'huile olive.

a) Les chlorophylles

Les chlorophylles a et b sont naturellement présentes dans les olives fraîches; les phéophytines a et b présentent 40 à 80% des chlorophylles totaux de l'huile et sont formées durant les étapes de broyage et le malaxage suite à la libération d'acides (Mínguez-Mosquera et al., 1990; Criado et al., 2007).

b) Les caroténoïdes

Les principaux caroténoïdes dans l'huile d'olive sont la lutéine, le β -carotène et les xanthophylles suivantes : néoxanthine, violaxanthine, lutéoxanthine, anthéroxanthine, mutatoxanthine et beta-cryptoxanthine (Ryan et al., 1998; Mateos et García-Mesa, 2006). Leur teneur dans l'huile d'olive dépend de la variété, du degré de maturité, des conditions environnementales, du procédé d'extraction et des conditions de stockage (Criado et al., 2004; Giuffrida et al., 2007

✓ **Les composés phénoliques**

La teneur en composés phénoliques de l'huile d'olive est fonction de la variété des olives, de leur maturité au moment de la récolte, de l'environnement et des conditions de traitement (Vinha et al, 2005). L'huile d'olive renferme plus de 30 composés phénoliques (Visioli et Galli, 1994; Tuck et Hayball, 2002). Ce sont des substances naturelles qui

d'autres hydrocarbures, mais en très faibles quantités tels que le β -carotène (provitamine A): 0,03-0,36mg/100g (Kiritsakis et Markakis, 1987).

V. Amélioration de la qualité de l'huile d'olive

V.1 Définition de la qualité

Le terme qualité est d'une remarquable imprécision, on peut admettre cependant que la qualité est le résultat d'un ensemble de propriétés particulières qui conditionnent son acceptabilité. On peut considérer la qualité intrinsèque qui correspond à des critères de composition et de valeur nutritive, la qualité hygiénique basée sur des critères de protection de la santé du consommateur et la qualité organoleptique englobant les aspects de la couleur, de la saveur et de la texture

V.2 Facteurs influençant la qualité d'une huile d'olive

La qualité de l'huile d'olive est influencée par un certain nombre de facteurs. Parmi ces facteurs on note les aspects agronomiques, climatiques et technologiques. La nature de la variété, le stade de la maturation des olives et leur origine géographique. Les aspects technologiques : la cueillette, stockage des olives, le broyage, et le stockage de l'huile.

Dans cette étude, nous nous focaliserons sur le stade de maturité des olives et les conditions de stockage des olives avant trituration.

- **Le degré de maturité** affecte la teneur en composants volatils qui confèrent à l'huile ses caractéristiques sensorielles particulières, sa teneur en composés mineurs, sa composition acide, essentiellement les acides palmitique, oléique et linoléique. C'est ainsi que les fruits récoltés précocement donnent une huile de très bonne qualité et très fruitée, ayant un faible degré d'acidité et une couleur vert-franc. Par contre, l'huile obtenue à partir d'olives récoltées à une date plus tardive à une acidité légèrement plus élevée, présente une couleur jaune-paille, n'est pas fruitée mais plutôt douce et parfois elle a un goût sec ou même de moisi.

Plusieurs travaux de recherches ont montré que la teneur en huile augmente au fur et à mesure du processus de maturation des fruits pour atteindre un plateau à la maturation complète, cette teneur reste constante pendant quelques mois (Kachouri et al.). La détermination d'une date optimale de récolte devrait par conséquent être recherchée pour préserver les propriétés organoleptiques de l'huile et empêcher la production d'une huile d'olive de qualité inférieure due à une récolte tardive (Parlati et al., 1994)

- **Conservation des olives :** D'après Boskou (1996) et Ryan et al., (1998), les olives cueillies doivent être triturées immédiatement après la récolte, afin de garantir la conservation des caractéristiques de qualité, car les olives mûres et tendres sont très sensibles aux altérations mécaniques et aux infections des pathogènes et tout retard dans leur traitement peut entraîner la production d'une huile d'olive d'une qualité inférieure. Les fruits doivent être conservés en couche fine dans des locaux frais et bien aérés pour ralentir le processus de détérioration de la qualité de l'huile (García et al, 1996b). Dans les huileries, pendant les périodes de grande affluence, le stockage des olives avant trituration s'impose. Toutefois, plus le temps de stockage est long et plus l'acidité libre tend à augmenter, ce qui agit négativement sur la qualité organoleptique des huiles produites (Ryan et al. 1998).

Durant les stades de pigmentation, stade vert, semi-noir et noir, les constituants phénoliques augmentent avec le degré de maturité jusqu'au stade semi-noir (olive semi-mûre). Au-delà, on assiste à une inversion de ce phénomène. L'obtention de l'huile d'olive de bonne qualité, étant donné que ces polyphénols interviennent comme antioxydants naturels et confèrent à l'huile, à côté d'autres composés d'arôme, ses propriétés organoleptiques

Le stockage inadéquat en tas et à l'air libre, porte atteinte à la qualité de l'huile d'olive, cette dernière subit fondamentalement deux types d'altérations : l'hydrolyse des triglycérides de l'huile caractérisée par une teneur élevée en acides gras libres due à l'action des lipases, de l'humidité et de la chaleur. Pratiquement toutes les mûsras triturent des olives stockées en vrac, 40% utilisent du fruit stocké dans des sacs et seulement 5% fonctionnent avec des olives stockées dans des caisses. Le temps de stockage des olives dépasse les 7 jours, dans 40% des cas, par contre 60% triturent des olives stockées plus de 15 jours.

V.3 Contamination des olives lors du stockage

Les olives, comme tout autre aliment, sont composés des trois groupes principaux de constituants : les glucides, les protides, les lipides et leurs dérivés. Ils contiennent en outre toute une série de substances mineures présentes sous forme de traces infinitésimales n'en jouant pas moins un rôle considérable dans l'alimentation humaine et en technologie alimentaire

VI. L'importance de la couleur de l'huile d'olive

Le consommateur est habitué à "évaluer" l'intensité de l'huile par sa couleur. D'où l'idée que le vert est synonyme d'une huile "forte" "intense", et le jaune d'un type plus léger et délicat.

La couleur est exprimée dans ses composants de ton et de clarté.

Le ton, qui peut varier du vert foncé au jaune doré, est déterminé par des facteurs tels que la variété des olives, leur état de maturation, la présence d'éléments chimiques comme les chlorophylles et les caroténoïdes. Il n'est pas un indicateur de la qualité de l'huile, beaucoup moins du type de caractéristiques. La clarté est en fait le résultat du fait que l'huile a été filtrée ou non. Le "matériel" présent dans les composants non filtrés ajoute quelques qualités saines et nutritives, d'une part, influe sur le laps de temps de conservation sur l'autre.

Dans tous les cas, les convictions, surtout quand ils sont basés sur les traditions et l'expérience de la famille, sont difficiles à changer. Cela est si vrai que les dégustateurs professionnels, lors de l'évaluation de l'huile, utilisent de verres de couleur bleue pour masquer la couleur de l'huile, afin d'éviter que la vue n'influence leur jugement!

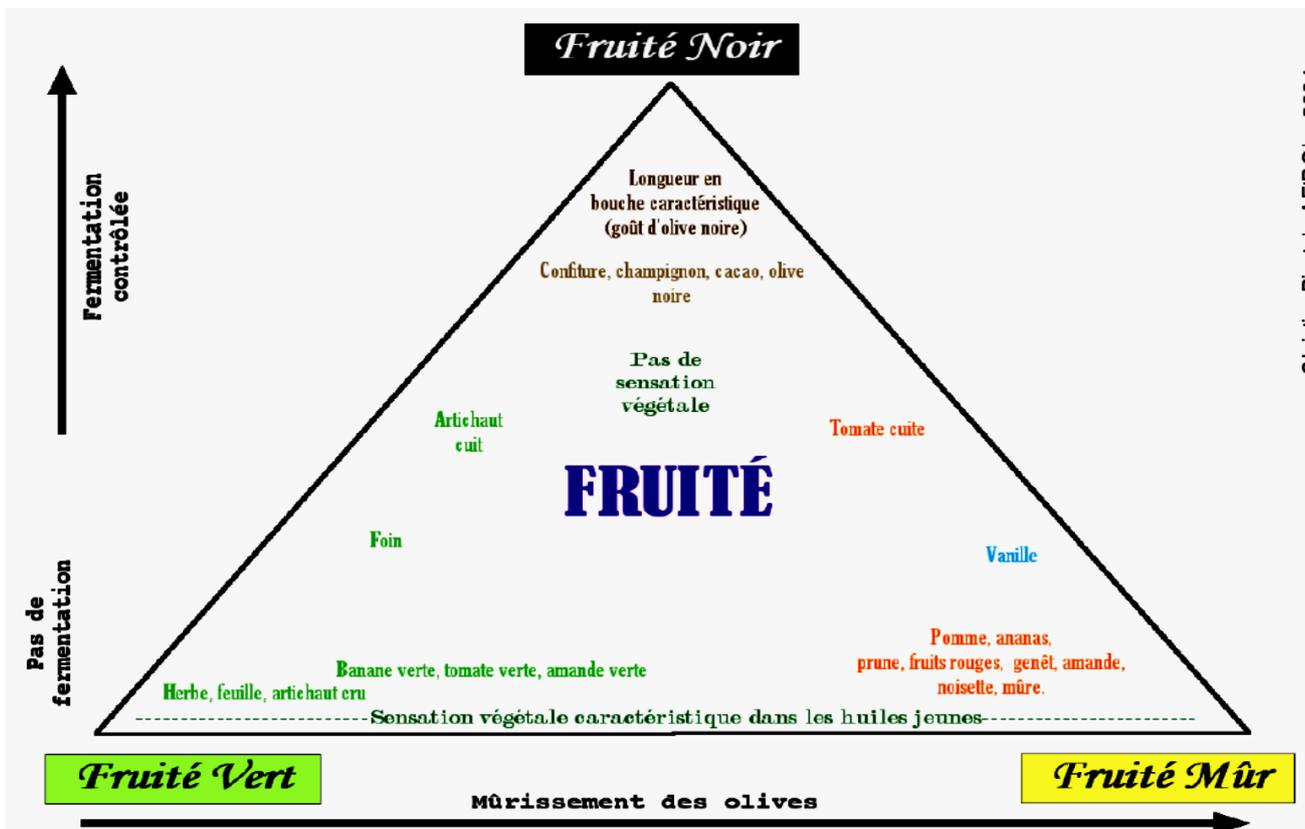


Figure 3 : saveurs présentes dans l'huile selon la maturité des olives et la durée de fermentation

Les huiles fruité vert sont obtenues à partir d'olives cueillies pendant leur cycle de maturation, avant la véraison et traitées immédiatement après récolte. Les olives sont cueillies au moment où l'olive passe du vert feuille à un vert légèrement jaunâtre et lorsque la pulpe commence tout juste à changer de consistance (avant son ramollissement). Les huiles fruité vert se caractérisent par leur arôme végétal. On y retrouve des arômes d'artichaut cru et de divers fruits verts (pomme verte, banane verte,...).

Les huiles fruité mûr sont obtenues à partir d'olives ayant atteint la maturité et traitées immédiatement après récolte. Ces huiles sont caractérisées par des arômes d'amandes, de fruits rouges ou jaunes, de tilleul et de divers arômes floraux.

Les huiles fruité noir sont obtenues à partir d'olives mures et qui ont subi un processus de fermentation contrôlé. Durant la fermentation, les olives sont enfermées dans des enceintes à l'abri de l'air. Au bout de quelques jours, l'amertume et l'ardence ont disparues.

Contrairement aux huiles fruitées vert et mûres, l'huile d'olive fruité noir ne comporte aucun arôme de fruit frais ou végétal. Les arômes qui la caractérisent sont ceux de cacao, de champignon, de vanille et de fruits confis.

VII. Le vieillissement de l'huile d'olive

La composition chimique de l'huile d'olive dépend de la variété de l'olivier, des conditions climatiques pendant la croissance et de la maturité des olives. Elle se compose principalement de triglycérides ($\approx 98\%$) et de composés mineurs incluant les composés phénoliques, les tocophérols, les alcools, les esters, les hydrocarbures, et les pigments (Cert et al., 2000). Les bénéfices nutritionnels de l'huile d'olive peuvent être attribués aux antioxydants (composés phénoliques et les tocophérols) et à sa composition en acides gras des triglycérides : une abondance d'acides gras mono-insaturés, principalement l'acide oléique comparé aux acides gras saturés et une présence appropriée des acides gras polyinsaturés, spécialement les acides gras $\omega 6$ et $\omega 3$. Ceux-ci ont une bonne influence sur les maladies cardio-vasculaires et le vieillissement cellulaire (López-Miranda et al., 2010). Bien que l'huile soit de très bonne qualité lors de sa production, elle va subir comme toute matière organique une altération naturelle, appelée oxydation lipidique. Ce phénomène est reconnu comme étant le principal problème des huiles comestibles car il provoque des modifications de leurs propriétés chimiques, sensorielles et nutritionnelles. Ces altérations oxydatives limitent alors la durée de conservation des huiles d'olive et les rendent impropres à la consommation de part la toxicité de certains produits d'oxydation. L'huile d'olive est sujette à des réactions d'oxydation telle que :

- l'oxydation enzymatique : due à l'activité de certaines enzymes (Morales et al., 2000) elle a lieu au cours de la maturation du fruit, lors du procédé d'extraction et principalement lors du malaxage (Tsimidou, 2006),
- l'auto-oxydation qui a lieu principalement lors de sa préparation et durant son stockage si l'huile est en contact avec l'oxygène dissout dans l'huile ou présent dans l'air environnant,
- La photo-oxydation lorsque l'huile est exposée à la lumière,
- l'oxydation thermique lorsque l'huile est entreposée à une température trop élevée. Quelque soit le mécanisme d'oxydation impliqué, l'huile subit alors un rancissement et voit sa composition chimique changer (Figure 2). De manière générale, cette oxydation lipidique donne alors naissance à des hydroperoxydes, qui sont considérés comme des composés primaires d'oxydation (PP). Instables, ils se décomposent ensuite pour donner naissance à des produits volatils et non volatils, aldéhydes, cétones, alcools, acides, polymères, ... (produits secondaires d'oxydation, PS).

VIII. Huile d'Olive et Santé

VIII.1 Composés Mineurs :

- Tocophérol (Vit E)
- Poly phénols:
- α tocophérol:95%
- ac. phénolique
- β, γ tocophérol:5%
- Flavonoides
- yrosol,hydroxytyrosol •
- Caroténoïdes:
- β caroténoïdes, lutéine
- antioxydants
- ✓ Vertus du régime alimentaire méditerranéen : produits végétaux: pâte, pain, légumes frais, sec poisson, volaille, produits laitiers et œuf d consommation modérée de viande rouge huile d'olive: principale source de lipides (30% RC)
- ✓ Les méditerranéens ne sont pas des sédentaires :
 - **Attention** : huiles d'olive: intérêt nutritionnel démontré. mais valeur énergétique élevée (9 kcal/g)

✓ Actions pharmacologiques de certains composés:

• Acide Oléique : abaisse les taux sanguins LDLcholestérol réduction de la sensibilité des cellules endothéliales à l'oxydation

- prévention de l'activation de l'endothélium par inhibition de l'expression des molécules d'adhésion oxydation moindre des liposomes
- Phénols : Diminuent les dommages liés à l'oxydation des lipides effet anti inflammatoire
- Stérols : inhibent AcétylcoA / cholestérol acyl transférases séquestrent les Acides biliaires
- Hydroxytyrosol : inhibe l'agrégation plaquettaire
- Tocophérol : interfère avec la régulation de la cyclo oxygenase module le métabolisme de l' eicosanoïde
- Oleuropeine : vasodilatateur coronarien; action antiarythmique antihypertenseur; antispasmodique
- Triterpènes : antioxydant; anti inflammatoire cardiotonique; vasodilatateur

✓ Huile d'Olive et Prévention des maladies Cardiovasculaires :

mise en évidence du rôle protecteur contre l'insuffisance coronarienne (agréé par FDA,

2004 (USA) : ingestion 2 cuil à soupe (23 g/j) peut réduire le risque d'Insuffisance

Coronarienne. concentrations sériques en ac.oléique élevées et diminuées en ac.linoléique

- phénols: préviennent activation endothéliale; effet antidiinflammatoire
- stérols, tocophérols:améliorent équilibre facteurs vasoprotect/thromb
- terpenoïdes: rôle antioxydant, cardiotonique, vasodilatateur, antidiinflammatoire.

✓ Huile d'Olive et Prévention du Cancer :

- Relation entre incidence Cancer et excès d'apport en lipides
- Etudes épidémiologiques : incidence moins élevée des cancers du sein, de l'ovaire et du colorectal en Méditerranée/ Europe du Nord
- Expérimentation animale: cancer du sein

L'Huile d'olive contient une grande proportion de AGM (MUFA)c ac.oléique, de Vit. E et de composés phénoliques. • Beaucoup de travaux scientifiques plaident en faveur du rôle protecteur des composés de l'huile d'olive contre l'insuffisance Coronarienne • Des axes de recherche multidisciplinaire se précisent pour mieux apprécier profondir certaines notions: c des effets spécifiques et différentiels des micronutriments de l'huile d'olive sur

L'athérogénèse et de l'impact du régime méditerranéen sur l'obésité, le syndrome métabolique et le diabète. Les effets des composés de l'huile d'olive sur l'oncogénèse et l'importance de l'association des huiles d'olive et de poisson et l'activité antioxydante chez l'homme et les études épidémiologiques, dans les populations avec ou sans huile d'olive, des groupes à risque.

- L'huile d'olive a une grande valeur nutritionnelle mais n'a pas encore livré tous ses secrets. Elle reste, depuis des millénaires, une source d'inspiration pour les chercheurs. L'Europe cultive environ 80 % des oliviers cultivés dans le monde. L'Espagne est le premier producteur d'huile d'olive devant l'Italie et la Grèce. L'Italie est le premier consommateur d'huile d'olive en Europe devant l'Espagne et la Grèce, la France arrive en quatrième position.

La consommation moyenne d'huile d'olive par an et par habitant dans différents pays européens (chiffres année 2000) :

- Espagne 12,60 litres / habitant / an
- Grèce 25,00 litres / habitant / an
- France 1,40 litres / habitant / an
- Italie 12,30 litres / habitant / an
- Portugal 6,90 litres / habitant / an

Les cinq pays producteurs d'huile d'olive vierge extra produisant des AOP sont :

AOP : Appellation d'Origine Protégée

Elle désigne la dénomination du produit dont la production, la transformation et l'élaboration doivent avoir lieu dans une aire géographique déterminée avec un savoir-faire reconnu et constaté. Pour donner des repères aux consommateurs, l'AOP pourra éventuellement être remplacée par des sigles traditionnels équivalents (français A.O.C., italiens D.O.C ou par la mention espagnole D.O.). Le DOP permet d'avoir 80 % de produit local (cultivar) et 20 % d'autres cultivars de la même zone.

1. ESPAGNE 2. FRANCE 3. GRECE 4. ITALIE 5. PORTUGAL

L'olive étant un fruit riche en antioxydants (oleuropéine, ligstroside...), l'huile brute qui en résulte est elle aussi riche en composés antioxydants. Les principaux antioxydants de l'huile d'olive sont des dérivés de l'oleuropéine et du ligstroside et font donc partie de la classe des composés phénoliques. Ces composés vont permettre une bonne conservation de l'huile d'olive dans le temps puisque ces molécules ainsi que le tocophérol vont prévenir son oxydation.

IX. Méthodes de fabrication de l'huile d'olive

Selon le COI, l'huile d'olive est une huile obtenue à partir du fruit de l'olivier, à l'exclusion des huiles obtenues par extraction avec des solvants, par des procédures de réestérification, ou par n'importe quel mélange avec d'autres types d'huiles. A la différence des autres huiles végétales ou d'autres produits tels que le vin, l'huile d'olive ne requiert aucune étape de raffinage ni aucune transformation chimique. Grâce à cette simplicité procédurale, l'huile d'olive a pu être fabriquée depuis l'antiquité. La technique a subi de nombreuses évolutions au cours du temps qui peuvent être regroupées en deux grandes catégories : les évolutions relatives au broyage des olives et les évolutions relatives à la séparation des différentes phases. Entre ces deux grandes étapes, la pâte d'olive est malaxée afin d'être homogénéisée et de permettre la coalescence des gouttelettes d'huile.

X. Présentation du matériel végétal :

X.1 Echantillonnage :

Le matériel végétal consiste en une variété d'olive très répandue en Algérie : la variété Chemlali de la région de Beni Amrane. La variété d'olivier à huile 'Chemlali' qui couvre plus de 80 % à la production nationale d'huile d'olive L'olivier Chemlali est vigoureux, fertile et résistant à la sécheresse. Son fruit petit, est l'un des plus riches en huile . Le feuillage est relativement dense et de dimension moyenne, le limbe est pâle, de forme elliptique et allongée, mate, de couleur verte foncée sur la face supérieure et violet sur l'autre surface. Le fruit est petit et à dépression pédonculaire en cuvette peu profonde et le noyau est très petit.



Figure 4 : l'olive

Extraction :

Les olives destinées à la trituration au laboratoire ont été traitées par la méthode Abencor. La méthode comprend le broyage des olives, le malaxage de la pâte jusqu'à l'obtention de huile par rotavapor.



Figure 5 : extraction d'huile au laboratoire

Les olives destinées à la trituration au industrie la méthode comprend le lavage , broyage ,malaxage décantation, séparation



Figure 6 :Représentation photographique de l'Extraction d'huile dans une maasara industrielle.

Les olives destinées à la trituration artisanale la méthode comprend le

- ✓ lavage ,broyage ,malaxage, séparation



Figure 7 : Représentation photographique de l'extraction d'huile d'olive Artisanale

Pour les besoins de notre thématique, nous avons réalisés 9 échantillons d'huiles , provenant de 3 méthodes d'extractions : par solvant , industrielle et artisanale.



Figure 8 : huile d'olive

X.2 Détermination de l'indice de maturité :

Principe :

La détermination de l'indice de maturité a été réalisée selon la méthode mise en point par l'Institut National des Recherches Agronomiques de Jean en Espagne en se basant sur un Système de ponctuation correspondant à chaque étape de coloration du péricarpe et du mésocarpe

(Uceda et Hermoso, 1998).

Mode opératoire :

Cent fruits de chaque variété ont été choisis au hasard sur un lot d'un kilogramme

D'olive. L'indice de maturité est déterminé par notation visuelle selon une échelle de coloration de 0 à 5 variant d'une peau verte intense jusqu'à une peau noire et une pulpe entièrement violette (Tovar *et al.*, 2002).

L'indice de maturité (IM) est donné par la formule suivante :

$$IM = [(0 \times n_0) + (1 \times n_1) + (2 \times n_2) + (3 \times n_3) + (4 \times n_4) + (5 \times n_5)] / 100$$

Où n est la fréquence sur cent olives et les chiffres de 0 à 5 représentent :

- 0 : épiderme vert intense;
- 1 : épiderme vert et pulpe vert intense
- 2 : épiderme vert avec taches rougeâtres;
- 3 : épiderme noir intense
- 4 : épiderme violet et pulpe jaun sur moins de la moitié de la pulpe;
- 5 : épiderme noir et pulpe violette intense sur plus de la moitié de la pulpe

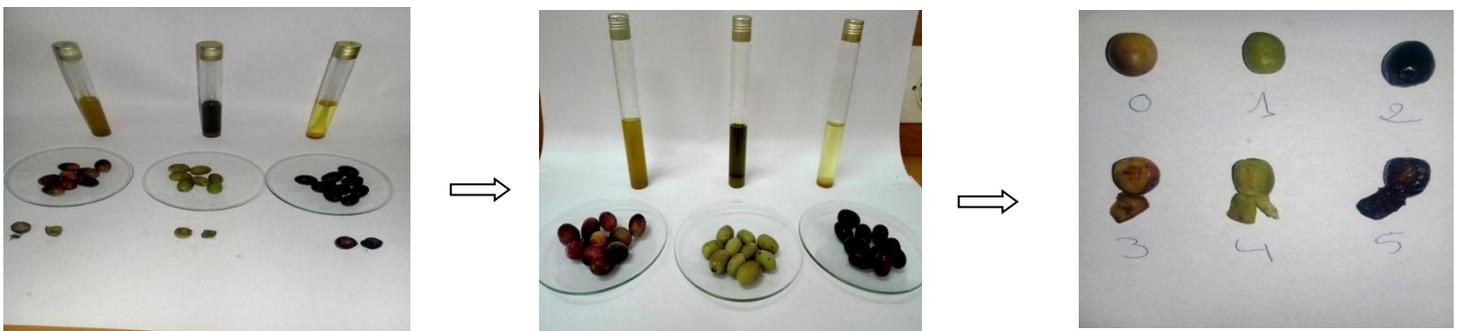


Figure 9 : Procédé de mesure de l'indice de maturité

X.3 Indice de couleur sur l'olive :

la couleur est un critère important dans la décision d'achat par le consommateur, elle est considérée comme indicateur globale de la qualité des produits alimentaires.

La couleur de l'olive et l'oléaste a été déterminée par un colorimètre de type MINOLTA

X.4 Poids des olives

Le poids des fruits qui permet d'évaluer la grosseur du fruit, a été déterminé par une pesée de 100 fruits frais à l'aide d'une balance de précision de 0,001g (El Antari *et al.*, 2003).

II : Analyse physico-chimique d'huile :

X.5 Extraction des huiles :

Le protocole d'extraction suivi est la méthode normalisée du Soxhlet décrite par la méthode standard d'AFNOR ISO (1998) . Les olives ont été séparées des fruits, séchées dans l'étuve à 25 °C pendant 3 heures puis broyées à l'aide d'un mixeur. Après le broyage, vingt grammes d'olive ainsi broyées ont été soumis à une extraction par l'éther de pétrole (250 ml) distillant entre 40 et 60 °C dans un soxhlet. Le temps d'extraction total est de 4h.

Après évaporation du solvant sous pression réduite à l'aide d'un évaporateur rotatif à 40-60°C, la teneur en huile est calculée et exprimée en pourcentage de matière sèche de graines selon la formule suivante :

$$\% \text{ de matière grasse} = \frac{m1 \times 100}{m2}$$

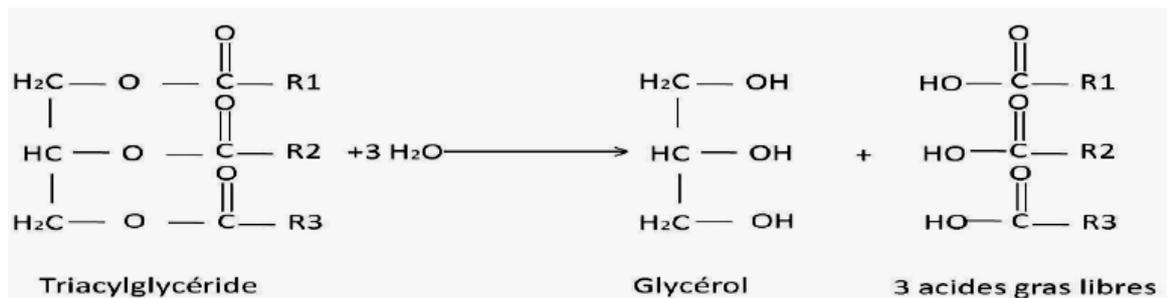
Soit :

m1 = masse de la matière grasse extraite (g)

m2 = masse de la prise d'essai (g)

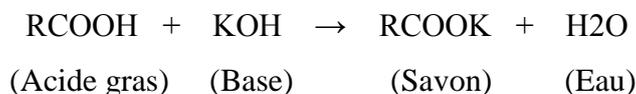
X.6 Détermination de l'acidité :

Définition : L'acidité de l'huile d'olive est la teneur en acides gras libres résultant de l'hydrolyse des triglycérides (R. 1). Elle est exprimée en grammes d'acide oléique libre pour 100 grammes d'huile (Christian Pinatel, 2013).



Réaction : 1 : d'hydrolyse de triglycéride en acides gras et glycérol.

Principe : La détermination de l'acidité de l'huile est basée sur un titrage des acides gras libres avec une solution d'hydroxyde de potassium en présence d'un indicateur coloré selon la réaction suivante (R. 2)



Réaction 2 : Neutralisation des acides gras libres par une base.

Mode opératoire : Dissoudre une prise de 5g d'huile d'olive dans 5 ml d'éthanol ,ajouter 3 à 5 gouttes de phénolphaléine ,à l'aide d'une burette, titrer les acides gras libres par une solution de KOH éthylique à 0,1 N ,noter le volume V versé à l'équivalence dès l'apparition de la couleur rose.

Expression des résultats : Pourcentage d'acidité :

$$A \% = \frac{N \cdot M \cdot V}{m \cdot 1000} * 100$$

V : volume en ml de la solution titrée de KOH éthylique

N : La normalité de KOH éthylique (0,1 N)

m: masse d'huile pesée en g (5g)

M : masse molaire de l'acide oléique C₁₇H₃₃COOH (282 g /mol).

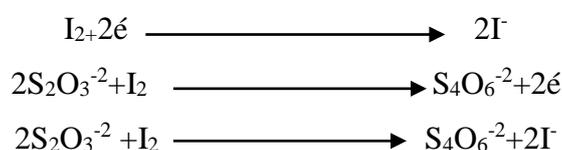
X.7 Détermination de l'Indice de peroxyde :

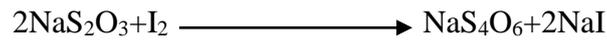
Définition : Les peroxydes sont les premiers produits formés par oxydation de la matière grasse. Ils Résultent de la fixation de l'oxygène de l'atmosphère sur les doubles liaisons des acides gras Insaturés. Vu leur structure instable, ces peroxydes évoluent par la suite vers d'autres Structures plus stables (aldéhydes, hydrocarbures ...) qui altèrent la qualité de l'huile (odeur de Rance). L'indice de peroxyde (I.P.) est ainsi un critère très utile et d'une bonne sensibilité, pour Évaluer les premières étapes d'une détérioration oxydative de la matière grasse. L'IP est la quantité d'O₂ actif des peroxydes contenus dans 1 kg de corps gras, susceptible D'oxyder l'iodure de potassium avec libération d'iode. Il est exprimé en milliéquivalents d'O₂ Actif par kg de corps gras.

Principe: en milieu acide, les hydro peroxydes sont réduits par l'ion iodure :



L'iode formé est ensuite dosé par volumétrie. L'iode est titré par une solution de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon, utilisé comme indicateur coloré.





Mode opératoire : on pèse environ 2 g d'huile dans un erlenmeyer de 250ml auquel on ajoute 10ml de chloroforme et 15ml d'acide acétique et immédiatement après 1 ml d'une solution aqueuse saturée d'iodure de potassium. On agite pendant une minute et on met à l'obscurité pendant 5 min à une température comprise entre 15 et 25°C. On ajoute 75ml d'eau distillée en agitant rigoureusement et quelques gouttes d'empois d'amidon (Indicateur). Le dosage se fait alors avec une solution de Thiosulfate de sodium 0,01N. [43]. Un essai à blanc sans le corps gras est effectué parallèlement au premier essai. La procédure Expérimentale est identique à celle pour l'échantillon d'huile

Expression du résultat : Le calcul d'indice de peroxyde IP (meq O₂/ kg d'huile) est donné par la formule suivante :

$$\text{IP} = \frac{V - V_b * N * 1000}{P}$$

Avec :

V : volume en ml de la solution de thiosulfate de sodium utilisée pour l'essai,

V_b : volume en ml de la solution de thiosulfate de sodium utilisée pour l'essai à blanc,

N : normalité de la solution de thiosulfate de sodium utilisée,

P : masse, en g, de la prise d'essai.

X.8 Déterminations de l'Indice de réfraction :

L'indice de réfraction est le rapport entre le sinus de l'angle d'incidence et le sinus de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée passant de l'air dans l'huile maintenue à température constante (LION ,1995).

Principe : Il est soit pour mesurer directement l'angle de réfraction, soit pour observer la limite de réflexion totale, l'huile étant maintenue dans les conditions d'iso-tropisme et de transparence

Mode opératoire : Etalonner l'appareil par l'eau distillé - Nettoyer la lame de réfractomètre Déposer quelques gouttes de l'huile d'olive dans la lame et régler la cercle de chambre sombre et claire dans la moitié. Effectuer la lecture en prenant compte la température (20°C)

X.9 Détermination de la Densité :

Définition : C'est le rapport de la masse d'un certain volume d'huile à 20 °C ,et la masse d'un volume égale d'eau distillée a la même température (LION , 1995)

Principe : Effectuer des pesés successives de volume égale d'huile et d'eau .

$$\text{Méthode de calcul : } D = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0}$$

Avec :

M_0 : masse du pycnomètre vide en gr.

M_1 : masse du pycnomètre rempli d'eau en gr.

M_2 : masse de pycnomètre rempli d'huile en gr.

Mode opératoire : Nettoyer le pycnomètre, sécher d'un l'étuve pendant une 1 h. Déterminer la masse du pycnomètre vide. A l'aide d'une pipette rempli le pycnomètre par l'eau distillé et déterminer la masse du pycnomètre rempli avec d'eau distillée. Nettoyer, sécher le pycnomètre dans l'étuve à l'aide d'une pipette rempli le pycnomètre par l'huile d'olive et déterminer la masse du pycnomètre rempli de l'huile d'olive.

X.10 Diène conjugués spectrophotomètres uv :

Cette analyse consiste à déterminer les coefficients d'extinction K_{232} et K_{270} calculés à partir de l'absorption à 232 et 270 nm qui correspondent au maximum d'absorbance deshydroperoxydes et des produits secondaires d'oxydation respectivement (Alais *et al.*, 1999).

Mode opératoire : On pèse environ 0.25g de l'échantillon d'huile d'olive dans une fiole de 25 ml qu'on complète avec le cyclohexane. La solution obtenue doit être parfaitement limpide. On agite la solution puis on en remplit la cuve pour mesurer l'extinction à 232nm et à 270nm.

Expression des résultats :

Le coefficient d'extinction K_{232} est calculé ainsi : $K_{232}=A_{232}/P$.

Avec A_{232} : absorbance à 232nm et P : masse de la prise d'essai.

Le coefficient d'extinction K_{270} est calculé ainsi : $K_{270}=A_{270}/P$.

Avec A_{270} : absorbance à 270nm et P : masse de la prise d'essai.

X.11 Détermination de la teneur en pigments :

✓ **Détermination de la teneur en chlorophylles :**

Les chlorophylles et les phéophytines correspondants peuvent être dosées par spectrophotométrie au domaine visible directement sur l'échantillon de l'huile. On mesure l'absorbance d'huile d'olive dans une plage de longueurs d'ondes. La **chlorophylle A** présente un maximum d'absorbance à **664 nm**, la **chlorophylle B** à **645.5nm**, la **phéophytine A** à **668 nm** et la **phéophytine B** à **656 nm**. La cuve est remplie directement avec

l'échantillon de l'huile et l'absorbance est mesurée aux longueurs d'ondes suivantes : 645.5, 656, 664 et 668nm. La cuve témoin est remplie avec du tétrachlorure de carbone.

Les valeurs sont exprimés en partie par million (ppm) selon les équations suivantes:

Chlorophylles A (ppm): $0.38 * A_{645.5} - 23.76 * A_{656} + 72.5 * A_{664} - 52.34 * A_{668}$.

Chlorophylles B (ppm): $3475 * A_{645.5} - 28.83 * A_{656} + 18.20 * A_{664} - 9.33 * A_{668}$.

Phéophytine A (ppm): $3.96 * A_{645.5} - 0.12 * A_{656} - 59.46 * A_{664} + 67 * A_{668}$.

Phéophytine B (ppm): $-40.52 * A_{645.5} + 92.71 * A_{656} - 81.71 * A_{664} + 38.1 * A_{668}$.

✓ **Dosage du β carotène**

Mode opératoire : Les caroténoïdes sont des pigments colorés en rouge aux fortes concentrations et en jaune en solution diluée, ils sont alors dosés par colorimétrie directe au voisinage de 450nm. Par convention, les caroténoïdes totaux sont exprimés en β carotène. On pèse environ 1 g de l'échantillon d'huile dans une fiole de 20ml et on complète avec l'éther de

pétrole, puis on mesure l'absorbance de la solution à 452 nm.

$$\text{Teneur en } \beta \text{ carotènes (mg/100g)} : K \lambda_{\max} * 10^5 / 2650.$$

Maximum d'absorbance des caroténoïdes

Caroténoïdes	λ_{\max}
α carotène	445
β carotène	452
γ carotène	461
δ carotène	472

X.12 Détermination des polyphénols totaux :

L'extraction des composés phénolique a été réalisée selon la méthode décrite par olivier et al (2004), dans un tube à centrifuge, dissoudre 2 g d'huile dans 2 ml de méthanol /eau (80/20) agiter pendant 2 min au vortex, centrifugation pendant 15 min à 3800 rpm, la phase méthanolique a été récupérée et transférée dans une fiole jaugée de 50 ml avec la solution méthanol /eau (80/20)

✓ **Le dosage des polyphénols totaux dans l'huile d'olive :**

des cinq échantillons a été effectué par colorimétrie en utilisant le réactif de Folin – Cicalteu (Li et al, 2007).

Principe: Le réactif de Folin-Ciocalteu est constitué d'un mélange d'acide phosphotungstique (H₃PW₁₂O₄₀) et d'acide phosphomolybdique (H₃PMo₁₂O₄₀) de couleur jaune. Il est réduit, lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxyde bleu de tungstène (W₈O₂₃) et de molybdène (Mo₈O₂₃). La coloration produite est proportionnelle à la quantité de polyphénols présente dans l'huile d'olive (Li et al, 2007).

Mode opératoire :

- ❖ Diluer une prise de 1g de chaque échantillon d'huile d'olive dans 5ml de méthanol;
- ❖ prendre 125µl de chaque dilution d'échantillon;
- ❖ ajouter 500µl d'eau distillée et 125µl du réactif de Folin-Ciocalteu 0,2 N;
- ❖ agiter et laisser reposer pendant six minutes;
- ❖ ajouter 1250µl de la solution de Na₂CO₃ à 7% et 3ml d'eau distillée;
- ❖ incuber le mélange dans l'obscurité pendant 90 minutes;
- ❖ mesurer la densité optique de ces solutions avec un colorimètre à 760 nm contre un blanc.
- ❖ effectuer les mêmes opérations pour réaliser une gamme d'étalonnage utilisant l'acide gallique à des concentrations de 0 à 0,1mg/ml.

Expression des résultats : Le taux des polyphénols totaux dans nos huiles a été calculé à partir de l'équation de régression de la courbe d'étalonnage ($y = a x$) établie avec des concentrations précises d'acides gallique et exprimée en milligramme équivalent d'acide gallique par gramme d'huile d'olive (mg EAG/ ml H.O.).

X.13 Etude de l'activité antioxydant des extraits méthanoliques

✓ **Pouvoir réducteur :** Ce pouvoir mesure la capacité d'un antioxydant à réduire le fer ferrique Fe³⁺ (FeCl₃) en fer ferreux Fe²⁺ (FeCl₂) en présence d'un agent chromogène ferricyanure de potassium K₃ [Fe (CN)₆]. Ceci se traduit par le virage de la couleur jaune de ferricyanure de potassium vers une couleur bleu verte dont l'intensité dépend du pouvoir réducteur de l'antioxydant (Chou *et al.*, 2003). Le protocole de Lugasi *et al.* (2003) est utilisé pour évaluer le pouvoir réducteur des Extraits méthanoliques. Un volume de 1 ml d'extrait méthanolique est additionné à 2,5 ml d tampon phosphate (0,2 M ; pH 6,6) et 2,5 ml ferricyanure de potassium K₃ [Fe (CN)₆] à 1%.

Après incubation à 50°C pendant 20 min, 2,5 ml d'acide trichloracétique à 10 % sont ajoutés au Mélange puis, centrifugé pendant 10 min à 1500 tours/min. 2,5 ml du surnageant sont mélangés à 2,5 ml d'eau distillée et 0,5 ml de chlorure ferrique (FeCl₃) à 0,1 %. L'absorbance est mesurée à 700 nm après 10 min de réaction. La quantité d'antioxydants ayant un pouvoir

réducteur est déterminée à partir d'une courbe d'étalonnage (annex) réalisée avec l'acide ascorbique. Les résultats sont exprimés en mg d'E.A.G./ml

✓ **Activité scavenger sur le radical DPPH**

La technique au DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl) est largement employée pour évaluer l'activité antioxydant. Elle est rapide et facile à mettre en œuvre comparée à d'autres méthodes, elle s'effectue à température ambiante ce qui permet de préserver les molécules testées de l'éventuelle dégradation thermique (Keceli et Gordon, 2001). Le DPPH est un radical libre, stable et caractérisé par une couleur violette dont l'intensité est mesurée à 515 nm (Brand-Williams *et al.*, 1995). La substance antioxydant agit en transférant un électron ou un atome d'hydrogène ce qui conduit à la réduction du DPPH au cours de la réaction et à un changement de coloration jaune pâle. Ce passage, de la première forme à la deuxième, est accompagné d'une diminution de l'absorbance qui peut exprimer le pourcentage de réduction de DPPH (Molyneux, 2004; Villano *et al.*, 2007). Un volume de 0,1 ml d'extrait est mélangé avec un volume de 2,9 ml solution méthanolique de DPPH (6×10^{-5} M). La décoloration par rapport au témoin, contenant le DPPH et le solvant, est mesurée au spectrophotomètre à 515 nm après 30 min d'incubation à l'obscurité (Keceli et Gordon, 2001).

Expression des résultats : L'activité antioxydant est exprimée en pourcentage d'inhibition du radical DPPH selon :

$$\text{(\% d'inhibition du DPPH)} = (\text{Ac} - \text{Ae} / \text{Ac}). 100$$

Ac : Absorbance du contrôle.

Ae : Absorbance de l'échantillon

✓ **Détermination de l'activité scavenger sur le peroxyde d'hydrogène**

La capacité des extraits méthanoliques d'huiles à piéger le peroxyde d'hydrogène est mesurée selon le protocole rapporté par Benkeblia (2005), basée sur la méthode de Rush *et al.*(1989) dont le principe consiste en un suivi de la décroissance de la concentration de l'H₂O₂ par spectrophotométrie. Un volume de 2 ml d'extrait méthanolique est ajouté à 1,2 ml d'une solution de peroxyde d'hydrogène (40 mM) préparée dans un tampon phosphate (0,1 M ; pH 7,4). La concentration de H₂O₂ est déterminée spectrophotométriquement par la mesure de son absorbance à 230 nm (coefficient d'extinction molaire = 81 (M.L-1.cm-1). L'absorbance des échantillons est mesurée à 230 nm après un temps de réaction de 10 min. Le pouvoir

antioxydant est exprimé en % d'inhibition du peroxyde d'hydrogène selon la formule suivante:

$$\% \text{ d'inhibition d'H}_2\text{O}_2 = [(A_t - A_e) / A_t] * 100$$

At : Absorbance du témoin (2 ml de méthanol (95 %) et 1,2 ml d'H₂O₂)

Ae : Absorbance de l'échantillon.

Transestérification à froid au moyen d'une solution méthanoïque d'hydroxyde de potassium :

Cette méthode rapide est applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive Ayant une teneur en acides gras libres inférieure à 3,3%. Les acides gras libres ne sont pas Estérifiés par l'hydroxyde de potassium. Les esters éthyliques d'acides gras se transestérifient plus lentement que les esters glycéridiques et il est possible qu'ils ne se méthylent que partiellement.

Principe :(point 5 de la méthode ISO 5509:2000, point 5 de la méthode IUPAC 2.301).

Les esters méthyliques se forment par transestérification dans une solution méthanolique D'hydroxyde de potassium comme phase intermédiaire avant la saponification.

Mode opératoire : Dans une éprouvette à bouchon vissant de 5 ml, peser environ 0,1 g de l'échantillon D'huile. Ajouter 2 ml d'heptane ou Hexane et agiter. Ajouter 0,2 ml de la solution méthanoïque 2 N D'hydroxyde de potassium, boucher à l'aide du bouchon muni d'un joint en PTFE, bien Fermer et agiter énergiquement pendant 30 secondes. Laisser reposer jusqu'à ce que la Partie supérieure de la solution devienne claire. Décanter la couche supérieure, qui est celle qui contient les esters méthyliques. La solution d'heptane est prête pour l'injection dans le Chromatographe. Il est conseillé de maintenir la solution au réfrigérateur jusqu'au moment De l'analyse chromatographique. Il n'est pas recommandé de stocker la solution pendant Plus de 12 heures.



X.14 :condition chromatographique pour esters méthyliques des huiles

Conditions Chromatographiques pour esters méthyliques des huiles	
Chromatographe	Chrompack CP 9002
Détecteur	FID (250C°)
Injecteur	SPLIT 1/100 (250C°)
Gaz vecteur	Azote
Colonne Capillaire	Cp Sil 8 CB(5%Phenyl+ 95% dimethylpolysiloxane)
Longueur	30 m
Diamètre intérieur	0,32 mm *0.25 UM
Epaisseur	0,25 µm
Injecteur	250°C
Détecteur	280°C
Four	150 C°----- 200 C° (4C°/mn)
Quantité injectée	0.8ul
Vitesse du papier	0.5 cm/ mn

XI. Caractérisation des olives :

XI.1 Indice de maturité :

L'indice de maturité est spécifique pour chaque variété et constitue un indicateur de maturité des fruits. En effet, ce paramètre augmente au cours de maturation (Boukachabine *et al.*, 2011). Dans notre cas, l'olive utilisée a un indice égal à 2,2. Cette valeur est moyenne par rapport à l'échelle de 0 à 5. La couleur des olives varie de la épiderme vert et pulpe vert intense et d'épiderme vert avec taches rougeâtres. La variation des valeurs d'indice de maturité est justifiée d'abord par l'effet variétal et par la variation des charges des oliviers entre les vergers. En effet, avec la charge des arbres, il se produit une grande compétition entre les fruits dont résultent les faibles valeurs de l'indice de maturité au moment de la récolte (Cimato, 1990).

L'oléastre utilisée a un indice égal à 3.2 Cette valeur est moyenne par rapport à l'échelle de 0 à 5. La couleur des olives varie de la épiderme noir intense et d'épiderme violet et pulpe jeun

XI.2 Poids moyenne des olives :

En se référant aux différentes classes variétales établies selon leurs poids de fruits par Abaza *et al.* (2002), on peut classer la variété chammlali comme étant des variétés à poids faible (1.9g), La différence constatée au niveau du poids moyen des fruits est liée principalement à l'héritage génétique de chaque variété, qui a une incidence significative sur ce paramètre (Cimato, 1990). Les conditions culturales peuvent également intervenir en modifiant ce paramètre jusqu'à une certaine limite sans modifier les caractéristiques variétales d'origine (Cimato, 1990; Michelakis, 1995).

XI.3 Rendement d'extraction des huiles :

Les résultats obtenus montrent qu'il y a une différence dans les taux d'extraction de l'huile. D'une façon générale, les HOV détiennent le meilleur taux d'extraction de l'huile avec 28.4%, suivi de HON 22.45%. Le rendement le plus faible a été observée chez les HOVI avec 10.56%. le rendement HOV et HON sont supérieur a celles de l'Olé V et de l'Olé N. Les

résultats sont présentés dans la figure suivant :

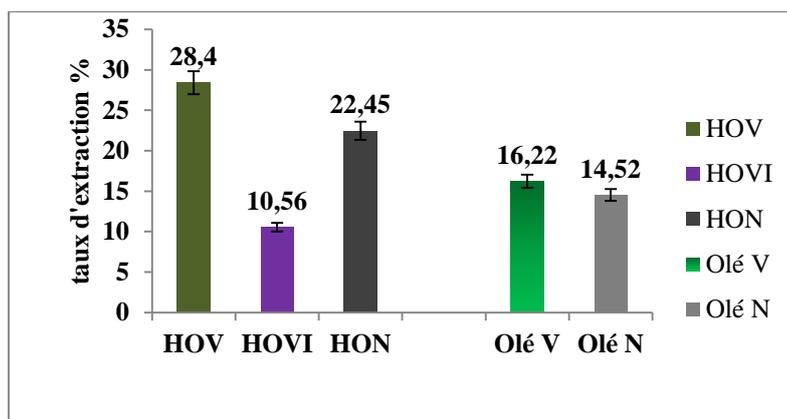


Figure 10 : Rendement en huiles des différentes variétés d'olives et fonction de la maturité.

D'après les résultats obtenue Le rendement est diminué au cours de matura

XI.4 Les acidités des huiles obtenues :

L'acidité est le pourcentage d'acides gras libérés par l'hydrolyse des chaînes de triacylglycérols. Cette libération évolue progressivement avec l'accumulation des lipides et l'intégration de leurs acides gras constitutifs au cours de la maturation des olives.

L'analyse de l'acidité libre des échantillons étudiés a donné les résultats suivants. Ils sont exprimés en pourcentage d'acide oléique. On remarque que l'acidité libre des huiles d'olive de différents échantillons (9) étudiées se situe entre 0.4 et 0.9 %. Sur la base de ces résultats et selon la norme commerciale du Conseil Oléicole International, on ne constate que les échantillons analysés de type extra vierge (acidité inférieure à 1)

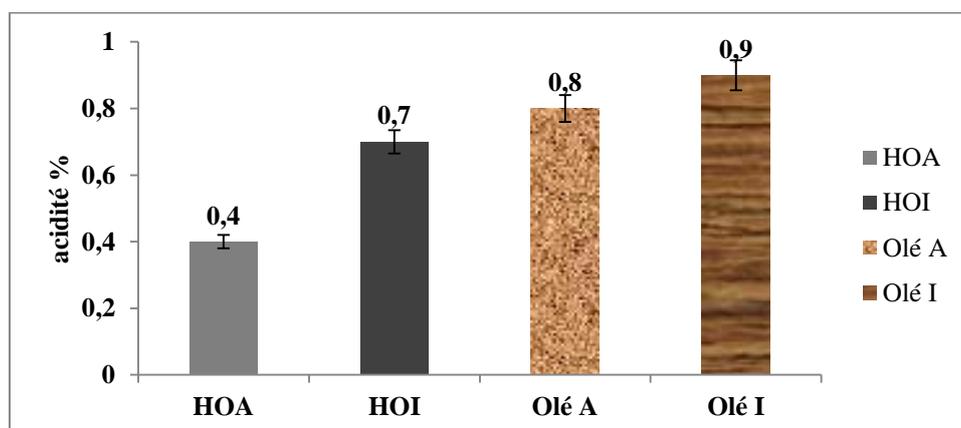


Figure 11 : Valeurs de l'acidité des huiles extraites par la méthode Artisanale et industrielle

L'acidité présente une valeur de 0.4% dans l'échantillon HOA, celle-ci est inférieure à celle de HOLéA soit 0.8% , tout en sachant que les conditions d'extraction sont identiques pour les 2 échantillons. S'agissant de l'acidité de l'échantillon HOI soit 0.7%, tout en étant inférieur a celle de l'échantillon HOLéI qui présente une valeur de 0.9 %.

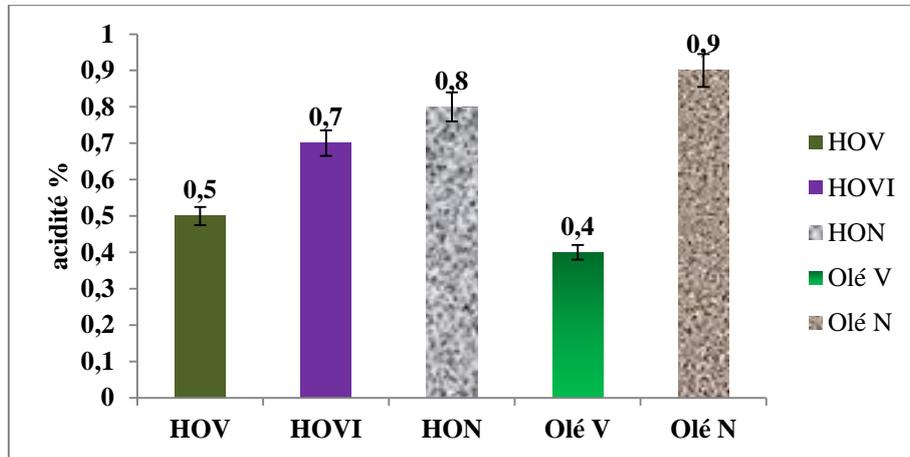


Figure 12: Valeurs de l'acidité des huiles extraites par solvant

Les résultats d'analyse des échantillon d'huiles extraits par solvant, et selon le degré de maturité, révèlent que l'acidité de HOV et HOLéV , est de 0.5% et 0.4% , respectivement, alors que l'acidité des échantillons HON et OLéN, sont significativement supérieur avec les valeurs e 0.8 et 0.9 respectivement. Ces résultats établissent de façon claire, la relation entre l'acidité de l'huile et le degré de maturité des olives. Les acidités élevées, peuvent être expliquées **par l'état de maturité** très avancé des fruits, à l'insuffisance de précautions prises lors de la récolte ou du stockage des olives ce qui entraîne la détérioration des fruits et par conséquent l'augmentation de la teneur en acides gras libres, sous l'action des lipases (El Antari et al, 2000). Cependant, les valeurs observées dans cette étude sont moins élevées que celles rapportées par Benabid *et al.* des huiles d'olives de différentes régions oléicoles d'Algérie (Benabid et al, 2008).

XI.5 Valeur de l'Indice de peroxyde :

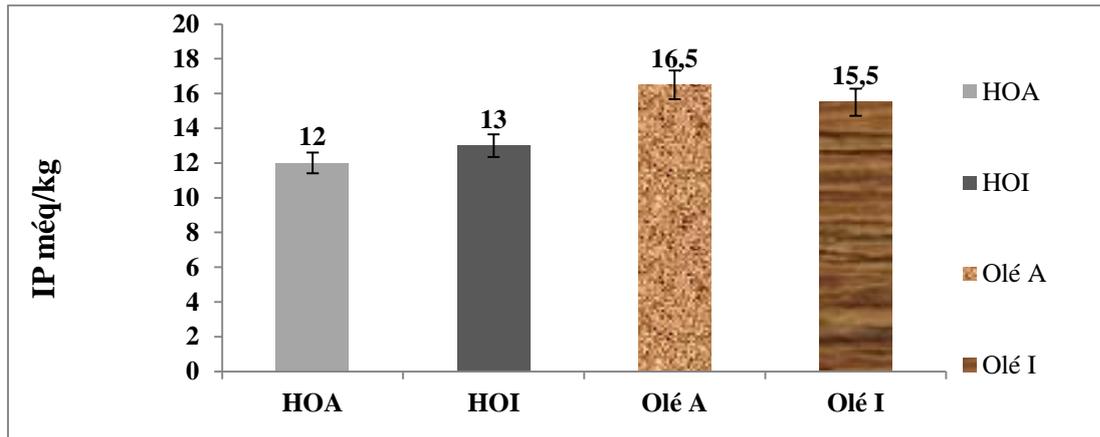


Figure 13 Valeur de IP par la méthode artisanale et industrielle

L'indice peroxyde de HOA soit 12 méq/kg, est inférieure à celui de HOLéA 16.5 méq/kg. Ce Nous constatons un écart important, bien que les 2 échantillons ont été extrait dans les mêmes conditions. S'agissant de la valeur de l'indice de peroxyde de HOI soit 13 méq/kg, celle ci est bien inférieure à celle de HOLéI qui est de 15.5 méq/kg

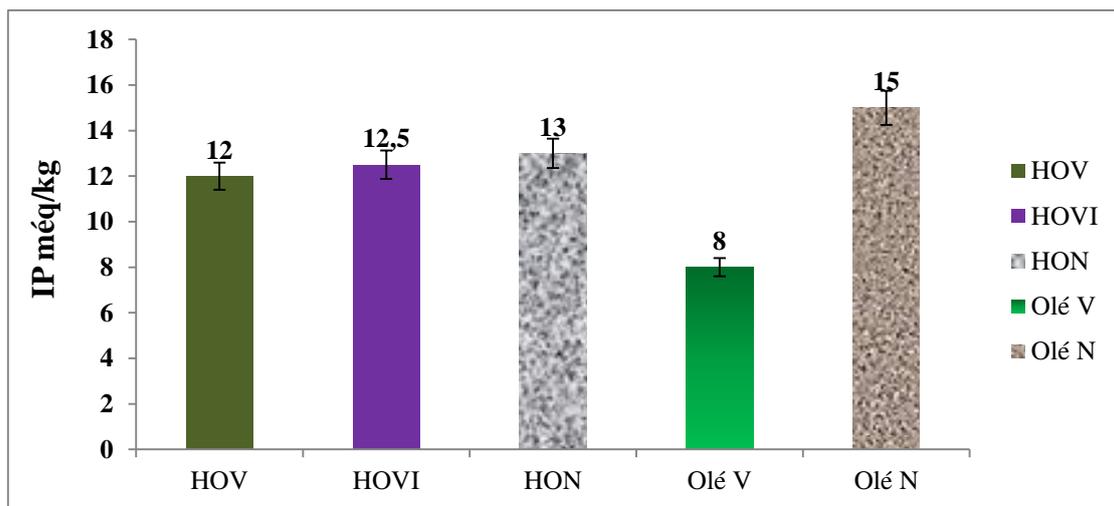


Figure 14 : Valeurs de l'IP des huiles extraites par solvant

Les résultats de l'IP pour les échantillons l'HOV et HOLéV, présente des valeurs de 12 et 8 méq/kg qui reste supérieures à celles de HON et OLéN avec 13et 15 méq/kg Encore une fois, les valeurs de l'IP sont étroitement corrélés avec **l'état de maturité des olives**.

Les résultats obtenus pour la teneur en peroxyde sont représentés sur les figure 10et 11 indiquent qu'elles n'excèdent pas les limites fixées par le Conseil Oléicole International pour les huiles d'olives vierges (Conseil Oléicole International, 2011).

Nos résultats font ressortirent, que l'indice de peroxyde, des différents échantillons d'huiles d'olive se situe entre 8 méq/kg et 15 méq/kg. Sur la base de ces résultats, et selon la norme

commerciale du Conseil Oléicole International, on constate que nos échantillon répondent aux normes de type extra vierge (indice peroxyde ($IP \leq 20$ meq O₂/kg)). Ces basses valeurs de l'IP montent 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'oxydera pas prématurément et se conservera au cours du temps. Il faut noter que l'IP 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 ou prolongé, est également une des causes d'augmentation de ce paramètre IP.

En effet, la détermination de l'indice de peroxyde des huiles d'olives permet d'évaluer le niveau d'oxydation de l'huile par l'oxygène atmosphérique. Cette réaction se déroule pour former des composés qui affectent la qualité de l'huile et représentent la cause principale de l'altération de son goût et de son odeur (Cheftel, 1992). Un indice de peroxyde élevé est le résultat d'une oxydation poussée, qui se traduit par un rancissement de l'huile et qui est due à la dégradation des acides gras insaturés, et la production de composés secondaires d'oxydation (Chimi, 2001).

XI.6 Valeurs des coefficients d'extinction

La détermination de l'extinction à l'UV permet, une approximation de l'état d'oxydation de l'huile d'olive.

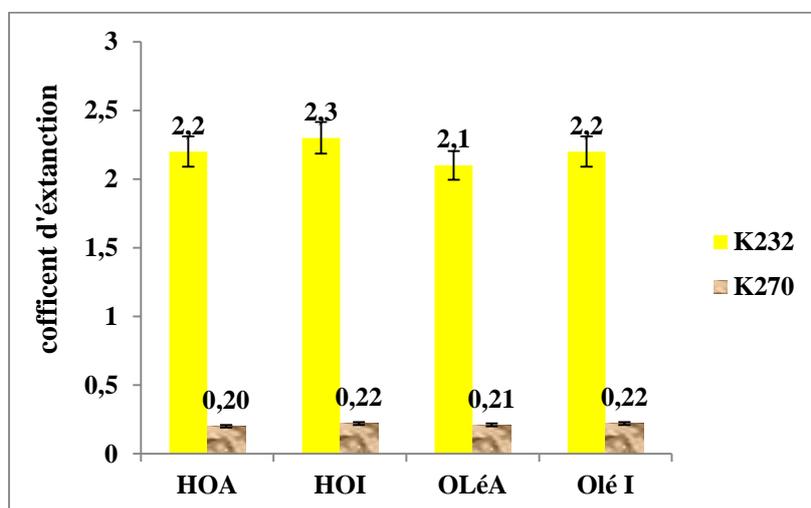


Figure 15: l'extinction des huiles extrait par la méthode artisanale et industrielle

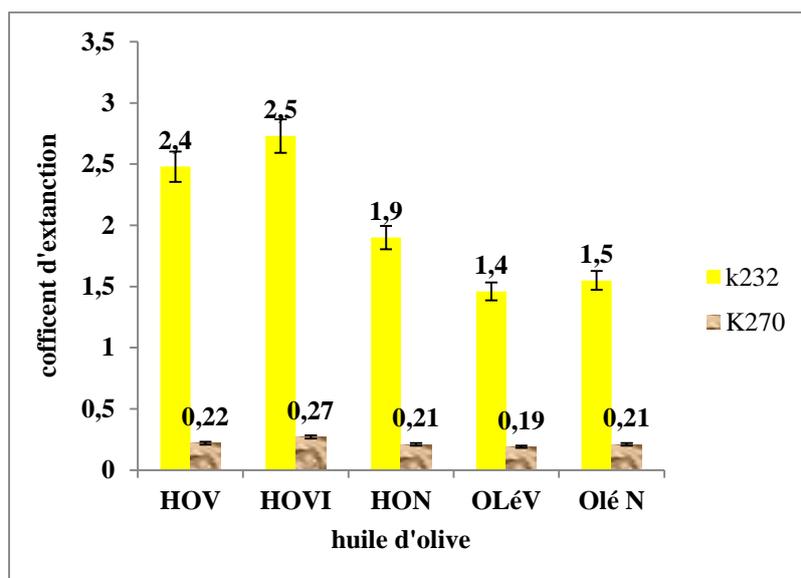


Figure 16 : l'extinction des huiles extrait par solvant

L'extinction à 232nm et 270nm nous renseigne sur l'état d'oxydation de l'huile. Plus son extinction à 232nm est forte plus elle est peroxydée ; plus celle à 270nm est forte, plus elle est riche en produits secondaires d'oxydation (Bouchekkif, 1991). Les résultats obtenus concernant ces deux paramètres restent toujours aux normes du conseil oléicole international(2009) pour l'huile d'olive vierge extra ($k_{232} \leq 2,5$, le $k_{270} \leq 0,22$). L'extinction spécifique des huiles dans l'ultraviolet constitue un paramètre important de leur qualité. L'oxydation de l'huile d'olive conduit à la formation d'hydroperoxyde linoléique qui absorbe à la lumière au voisinage de 232nm. Si l'oxydation se poursuit, il se forme des produits secondaires d'oxydation ; en particulier des dicétones et des cétones insaturés qui absorbent la lumière vers 270nm.

XI.7 Valeur de la Densité des huiles

La détermination de la densité d'une huile nous renseigne sur sa pureté elle est fonction de la composition chimique des huiles et de la température (KARLESKIND 1992) dans notre étude ,nous avons déterminé ce critère de pureté a une température de 20°C chez les différents échantillon des huiles .on a représenté dans le tableau suivants :

Tableau 6: Résultats de la densité des huiles extraites par solvant, artisanale et industrielle

Huile d'olive	HOT	HOI	Olé T	Olé I	HOV	HOVI	HON	Olé V	Olé N
Densité	0.911	0.912	0.913	0.915	0.915	0.916	0.913	0.911	0.912
C.O.I	0.910-0.916								

Les valeurs obtenues montrent que les 9 échantillons sont inférieurs aux normes établies par le C.O.I qui nous permet de dire que ces huiles sont totalement pures ce paramètre est un critère de pureté.

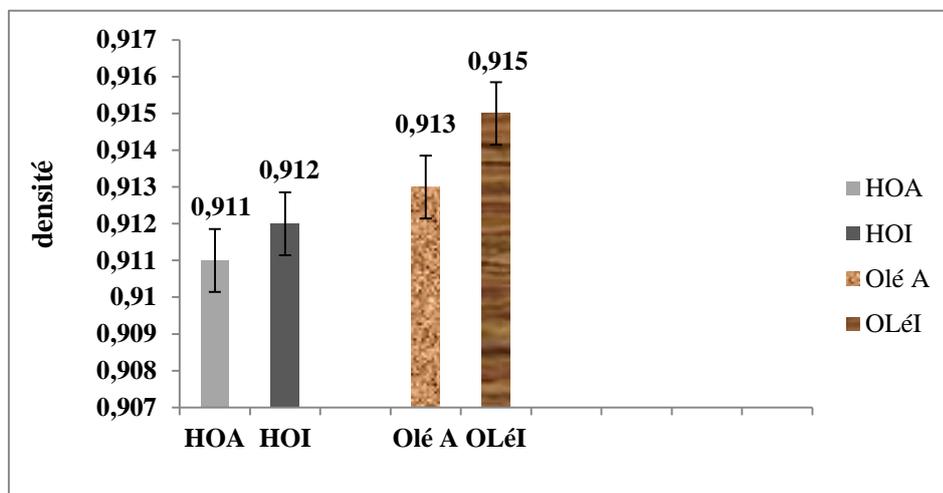


Figure 17: la densité des huiles extrait par les méthodes artisanales et industrielles

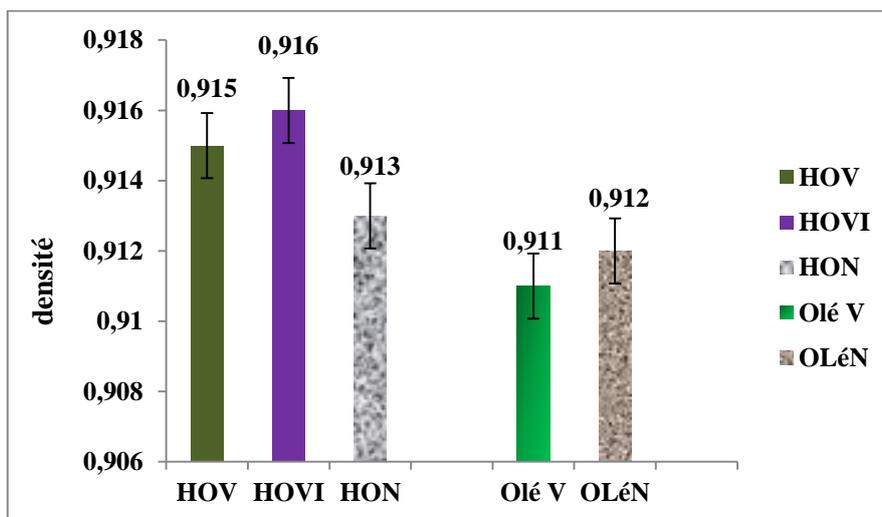


Figure 18 : Valeurs des densités des huiles extrait solvant

XI.8 Teneur en eau :

Tableau 7 : les valeurs de teneur en eau :

Huile d'olive	HOT	HOI	Olé T	Olé I	HOV	HOVI	HON	Olé V	Olé N
H%	0.12	0.14	0.05	0.1	0.11	0.04	0.05	0.1	0.15
C.O.I	MAX 0.2 %								

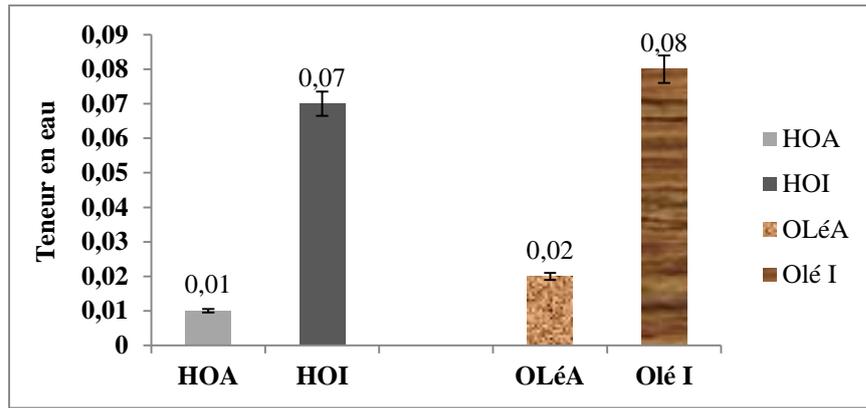


Figure 19 : Teneur en eau des huiles extrait par les méthodes artisanales et industrielles

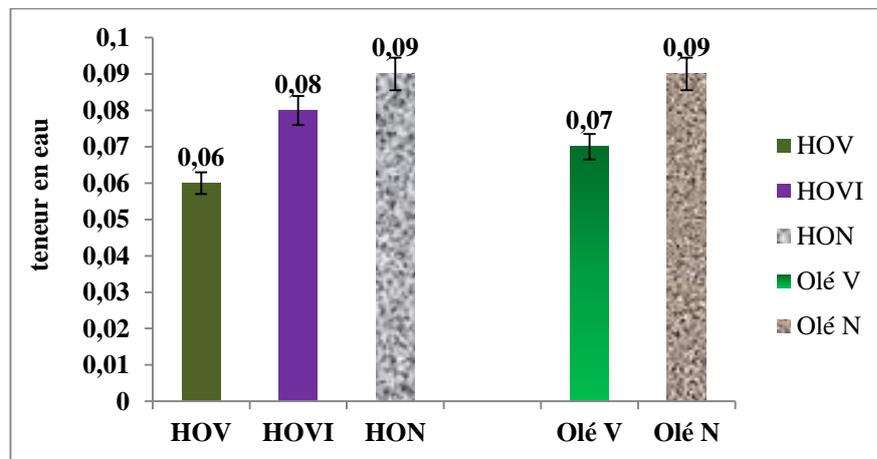


Figure 20: la teneur on eau des huiles extrait par solvant

Les résultats obtenus concernant ce paramètre restent toujours aux normes du conseil oléicole international pour l'huile d'olive(max 0.2)

XI.9 Indice de réfraction :

Les mesures sont effectuées avec un réfractomètre avec une température fixée à 20°C. Le tableau ci-dessous résume les résultats de l'indice de réfraction des huiles analysées

Tableau 8: Indice de réfraction des huiles analysées

Huile d'olive	HOT	HOI	Olé T	Olé I	HOV	HOVI	HON	Olé V	Olé N
IR	1.4692	1.4702	1.4692	1.4682	1.4670	1.4680	1.4673	1.4701	1.4522
COI	1.4669-1.4679								
CA	1.4677-1.4705								

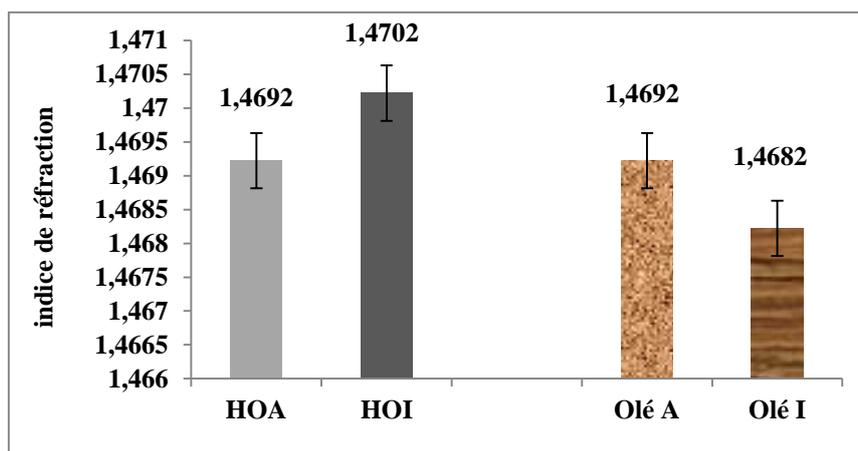


Figure 21 : Valeurs de l'indice de réfraction des huiles extraites par la méthode artisanale et industrielle

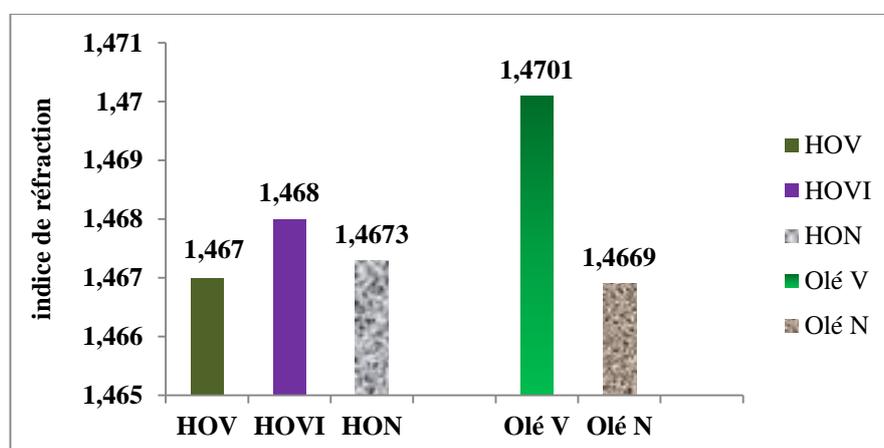


Figure 22 : Valeur de l'indice de réfraction des huiles extrait par solvant

En comparant ces valeurs à ceux de la norme du C.A, on constate que tous les échantillons analysés sont compris dans l'intervalle du C.A. Cependant, ils sont un peu supérieurs à la norme établie par le C.O.I. Ce qui nous permet de déduire que ces huiles sont conforme aux normes définies par le C.A.

XI.10 Teneur en pigments :

La mesure des teneurs en chlorophylles et en caroténoïdes pour les huiles est importante car ces pigments sont impliqués dans les mécanismes de l'auto-oxydation et de la photo-oxydation des acides gras affectant la stabilité oxydative des huiles, leurs teneurs ne doit pas dépasser 20 ppm (Ait yacine *et al.*, 2001).

a/valeur des chlorophylliens :

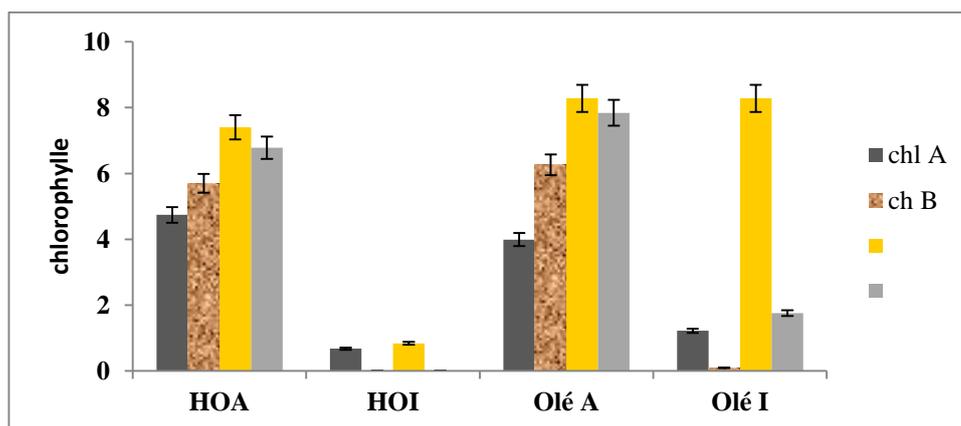


Figure 23 : Valeur de chlorophylle des huiles extrait par solvant

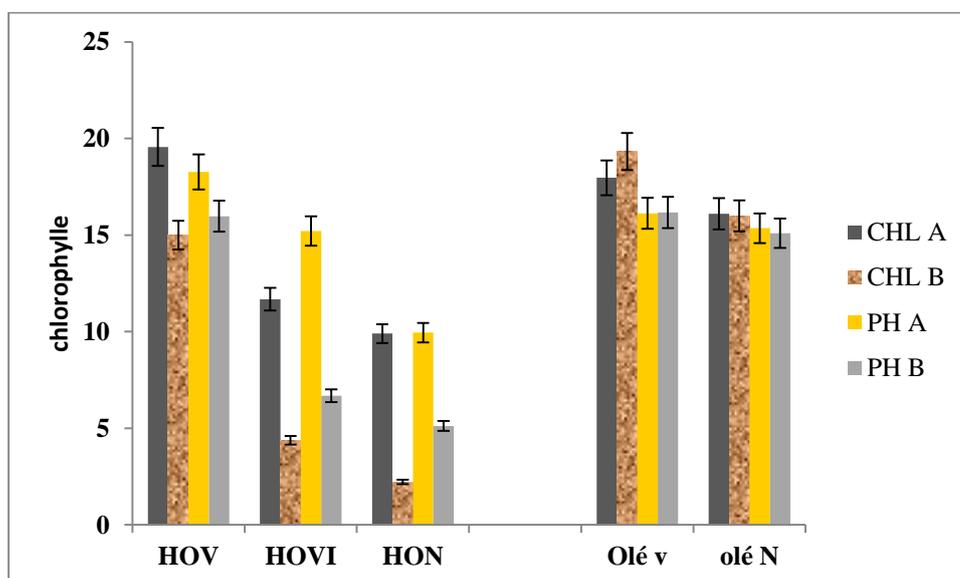


Figure 24 : valeur de chlorophylle des huiles extraites par méthodes artisanale et industrielle

Les teneurs en chlorophylle des huiles étudiées sont représentées dans la figure 20,21. Les valeurs obtenues pour nos 9 échantillons oscillent entre un maximum de 19.57 ppm(chl A) pour l'huile HOI et 19.33ppm (chl B) pour huile olé V , et un minimum de chl A et chl B HOI d'un valeur 0.68ppm ,0 ppm Le faible taux enregistré pour l'huile HOI peu être expliqué par son indice de maturité légèrement plus élevé que celui de Les autres huiles . En effet la teneur en chlorophylles des fruits diminuent au fur et a mesure de leur maturation suite à la réduction de la l'activité photosynthétique qui diminue progressivement (Criado *et al.*, 2007 ; Baccouri *et al.*, 2008). La teneur en chlorophylles de notre variété *Chemlal* est plus élevée (19.57ppm) que les deux variétés *Chemlal* étudiées par Lincer *et al.* (2016) qui présentent des teneurs de 0,8 et 0,4 ppm. En revanche, nos huiles est supérieur aux résultats obtenus par Liliana Serrano *et al.* (2015) pour les variétés portugaise *Cobrançosa*, *Galega* et leurs assemblage avec les variétés *Verdeal* et *Cordovil*. au début de la maturité des olives, la

concentration en effet, le suivi de l'évolution de la teneur de l'huile en chlorophylles au cours de la maturation des olives montre une diminution progressive de ces pigments. Nous avons constaté que les huiles obtenues à partir d'olives récoltées précocement contiennent des quantités appréciables de chlorophylles figure 21 Ces résultats sont en complète concordance avec ceux d'autres travaux (Grati Kammoun et al., 1997, 1999 ; Rahmani et Csallany, 1991). La présence des chlorophylles est inévitable dans les huiles d'olive , leur élimination affecterait la qualité de l'huile telle qu'elle est perçue par les consommateurs. Cette valeur diminue continuellement au fur et à mesure de la maturité des olives. Cette diminution est due à la dégradation de la chlorophylle en phéophytines qui confèrent à l'huile sa couleur jaune (Psomiadou et al, 2001 ; Ait Yacine, 2001.)

b/Valeurs des pigments caroténoïdes

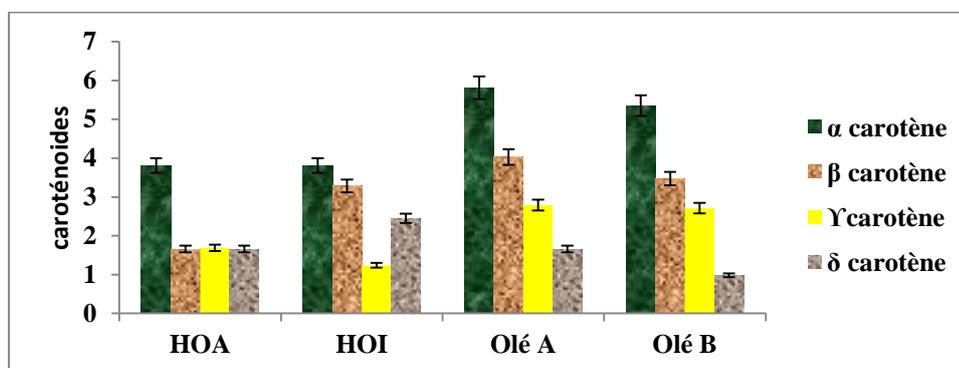


Figure 25: Teneurs en caroténoïdes des huiles artisanale et Industriel

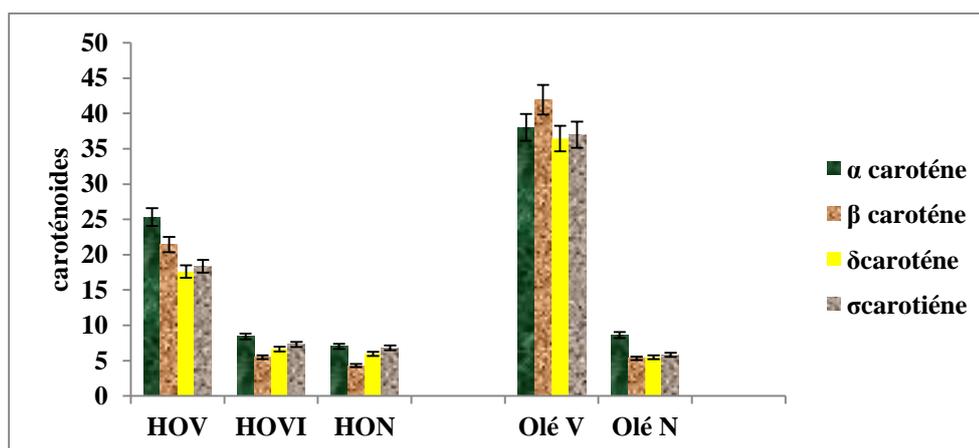


Figure 26: Teneurs en caroténoïdes des huiles extraite par solvant

Les caroténoïdes jouent un rôle dans la stabilité de l'huile d'olive. Les teneurs en caroténoïdes des échantillons analysés sont indiqués dans la figure 21 ,22. elle est augment au olé A et oléI par rapport aux HOA et HOI .(figure 21)

Les teneurs en caroténoïdes de(la figure 22) montrent une diminution au cours du maturité , cette réduction en ces composés serait due à leur destruction au cours de leur activité antioxydant, cette sensibilité serait due à leur structure polyinsaturée. L'étude faite par Psomiadou et Tsimidou(2001) a révélé que la teneur en caroténoïde dépend ainsi de la variété, du stade de maturité du fruit, le mode d'extraction d'huile et des conditions de stockage (Psomiadou E and Tsimidou M.2001).Ces pigments sont également impliqués dans les mécanismes d'auto-oxydation et de photo-oxydation. En effet, les carotènes présents dans l'huile d'olive vierge sont bien connus comme désactivants de l'oxygène et sont donc des inhibiteurs très efficaces de la photoxydation induite par les pigments chlorophylliens (Perrin, 1992).

XI.11 Valeur de l'indice de couleur

La couleur de l'huile d'olive peut subir une altération quand elle est exposée à la lumière. Les pigments naturels de l'huile, essentiellement la chlorophylle se dégradent en présence de la lumière pour produire la phéophytines et la phéoforbide (Lampi et Kamal Eldine, 1998). D'autre part, l'oxydation affecte aussi la couleur. Un bon nombre de pigments, comme la chlorophylle et les caroténoïdes ; sont oxydés par les peroxydes formés lors de l'oxydation de l'huile (Pokorny, 2003). La dégradation de la chlorophylle en phéophytines qui confère à l'huile sa couleur jaune (Psomiadou et al.2001 ; Ait Yacine, 2001)(.voir annexe)

XI.12 Teneur en polyphénols totaux des huiles:

La concentration des polyphénols totaux est déterminée par la méthode de Folin-Ciocalteu (Li et al., 2007) à partir d'une courbe d'étalonnage utilisant l'acide gallique comme témoin dont la quantité est exprimée en milligramme d'équivalent d'acide gallique par gramme d'huile d'olive (mg EAG/ ml huile). L'absorbance est étroitement corrélée à la concentration de l'acide gallique utilisée dans la gamme d'étalonnage avec un R2 de 0,998

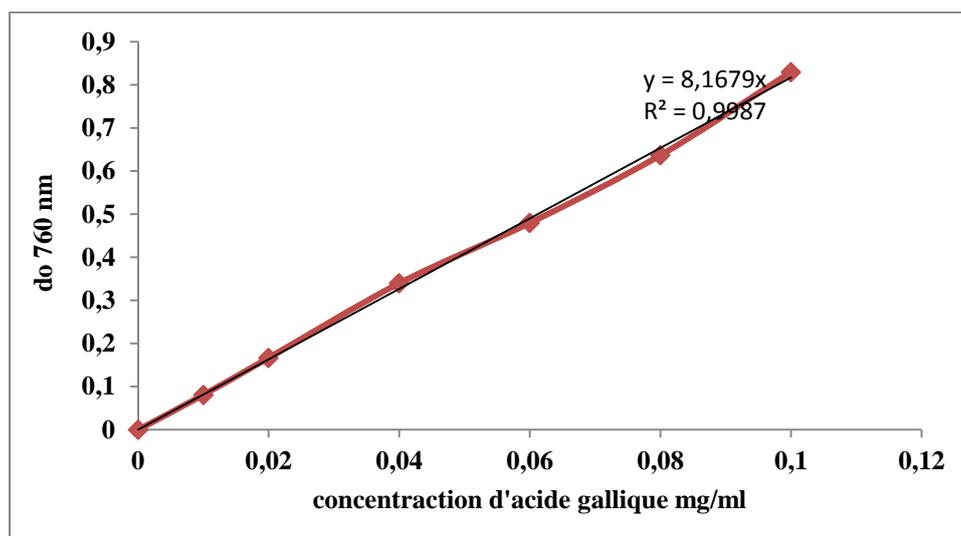


Figure 27: Courbe d'étalonnage de l'acide gallique on mg/ml

Les résultats obtenus montrent que les huiles d'olive étudiées renferment une quantité appréciable de composés phénoliques. Cette quantité oscille entre 160 mg/kg et 560 mg/kg. Les composés phénoliques passent dans l'huile lors de son extraction. Ils sont considérés comme des antioxydants naturels qui protègent l'huile contre l'oxydation et lui confèrent une meilleure stabilité lors du stockage et une saveur amère (Tanouti et al, 2011).

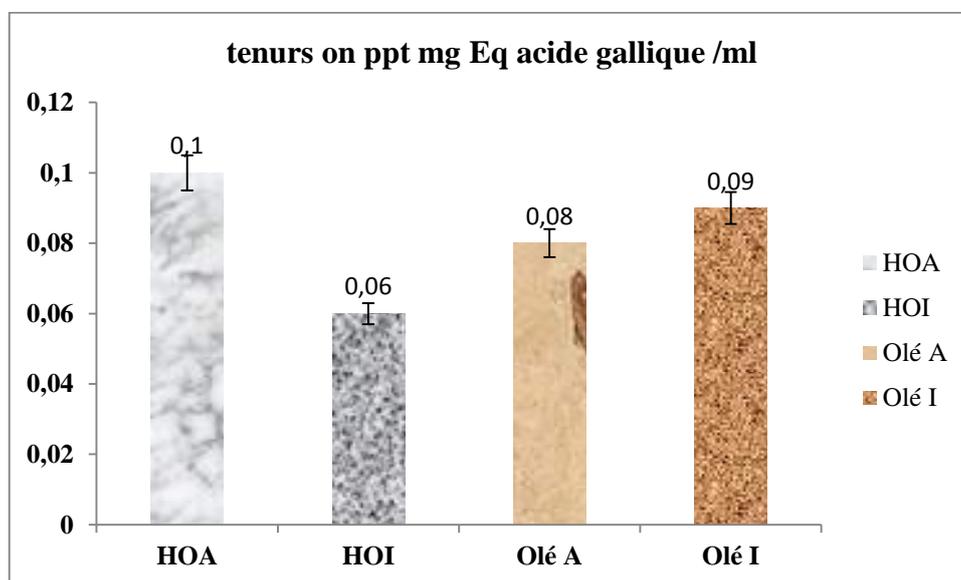


Figure 28: Teneurs en polyphénols totaux des huiles artisanales et industriels

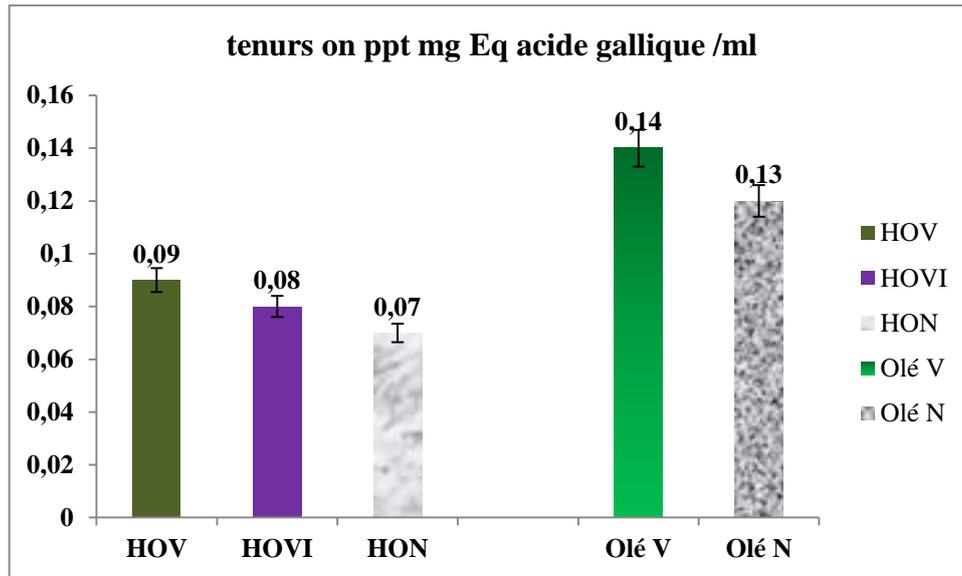


Figure 29: Teneurs en polyphénols des huiles extraites par solvant

Les huiles d'olives sont connues pour leur teneur élevée en composés phénoliques par rapport aux autres huiles végétales raffinées. Ces composés contribuent à la saveur globale complexe de l'huile d'olives et lui fournissent des effets antioxydants et sont en grande partie responsables de sa durée de conservation (Del Carlo et al., 2004).

Pour les échantillons étudiés, nous constatons que la teneur en polyphénols totaux de HOA (0.1 mg Eq AG /ml) est supérieure à celle de Olé TA (0.08 mg Eq AG /ml). Ainsi que la teneur en polyphénols totaux de HOI (0.06 mg Eq AG /ml) est inférieure à celle de Olé I (0.09 mg Eq AG/ml). Pour les échantillons étudiés, nous constatons que la teneur en polyphénols totaux de l'échantillon HOA et HOI présente la teneur la plus élevée (560 mg EAG/Kg huile, 520 mg EAG/g huile) en comparaison avec les autres échantillons HOV, et HON, avec des valeurs (320 mg EAG/Kg huile), et (280 mg EAG/Kg huile). Ainsi, l'échantillon HOA (400 mg Eq AG/kg d'huile) est supérieur à HOI (320 mg Eq AG/kg d'huile).

Le HOI révèle la concentration la moins élevée en polyphénols totaux (240 mg EAG/kg huile). Tandis que l'échantillon HOI présente une teneur de (360 mg EAG/kg huile). La diminution des teneurs en polyphénols totaux de HOVI et HON est en relation avec le degré de maturité du fruit qui influence fortement sur la concentration en polyphénols. En général, au cours de la maturation, la concentration en acides phénoliques diminue et celle en anthocyanes augmente (Nakbi et al., 2010). D'après Owen et al. en 2000, la teneur en polyphénols est de 232 mg/Kg pour l'huile d'olives extra vierge et de 620 mg/g

. Le résultat annoncé par Nakbi et al. (2010) pour la variété tunisienne nommée Chemlali est de l'ordre de $0,16 \pm 282$ mg EAG/kg.

Les quantités des polyphénols présentes dans les huiles d'olives qui ont été rapportées dans la littérature sont très variables. l'étude faite par Visioli et Galli en 1992, supérieures à 500mg/Kg .

XI.13 Valeur de l'Activité antioxydante des huiles

a) Pouvoir réducteur :

La figure illustre les résultats du pouvoir réducteur exprimés en mg E.A.A /kg en montrant des différences entre les extraits d'huiles étudiées,

L'extrait de l'huile de la Olé V et Olé N exerce la meilleure capacité à réduire le Fe₃₊ (fer ferrique) en Fe₂₊ (fer ferreux) avec une activité respectives de 0.10 mg EAA/ml et de 0.09 mg EAA/ml pour les huiles extrait par solvant

L'extrait des huiles extrait par la méthode traditionnelle et industrielle le HOA et Olé A exerce la meilleure capacité à réduire le Fe₃₊(fer ferrique) en Fe₂₊ (fer ferreux) avec une activité respective de 0.09 mg EAA/ml et 0.08 mg/ml

Le pouvoir réducteur est un indicateur potentiel antioxydant d'une substance, et présente un profil comparable à celui des teneurs en substances antioxydantes dont la teneur et la concentration contrôlent son intensité. D'après Tian et al. (2009), la capacité réductrice est strictement dépendante du degré d'hydroxylation des composés phénoliques.

b) Inhibition de DPPH

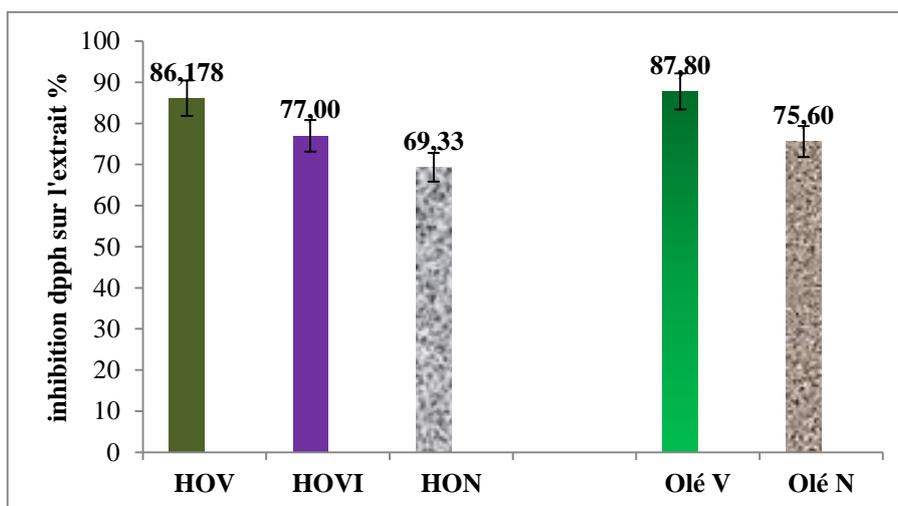


Figure 30 : valeur dpph sur l'extrait huile extrait par solvant

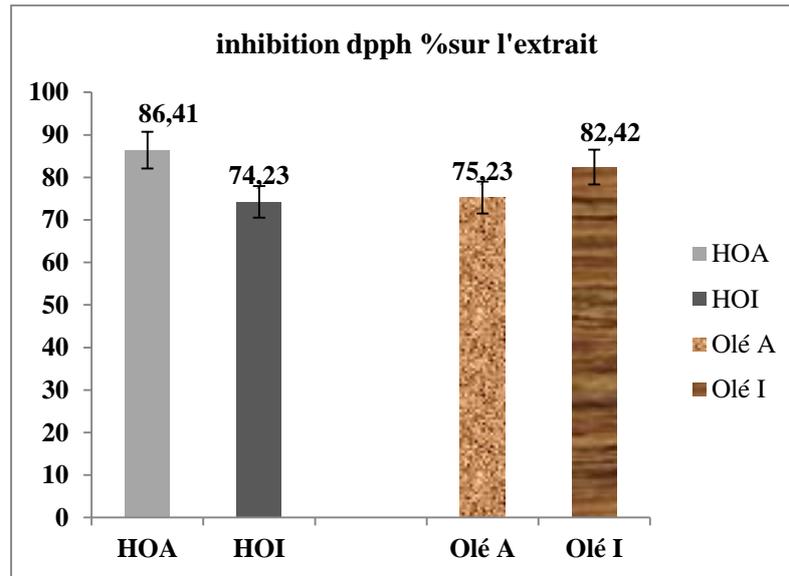


Figure 31 : valeur dpph sur l'huile extrait artisanale , industrielle

Les résultats obtenus sont représentés dans la figure 27 ,28. L'extrait phénolique de HOLÉ V , HOV exerce le meilleur pourcentage d'inhibition du radical DPPH (87.80 %), (86.17%). Pour les huiles extrait par solvant

les extraits d'huiles étudiées, par extraction artisanale et industrielle le HOA et HOLÉI sont exerce le meilleur pourcentage d'inhibition du radical DPPH(86.41,82.42%)

entre les 9 échantillon ayant enregistrées le plus faibles taux d'inhibition du radical DPPH, à savoir, HON avec des taux d'inhibition respectifs de 69.23%. L'ensemble des résultats obtenus sont augmenté par rapport à ceux rapportés par Nakbi et al. (2010) ou ils avaient enregistré des valeurs de 78,56% et 37,23% respectivement pour les variétés Chemlali.

« Les extraits les plus riches en composés phénoliques manifestent les activités les plus importantes contre le radical DPPH. »

cette inhibition montre que notre extrait contient des antioxydant.

C) Inhibition de H_2O_2 :

La figure montre les taux d'inhibition du peroxyde d'hydrogène des différents extraits méthanoliques d'huiles d'olive. D'après ces résultats, le taux d'inhibition de H_2O_2 varie de 95,91% pour HOA et à 42.85% pour Olé N.

Les 9 échantillon ayant un taux de polyphénols totaux supérieur à 240 mg/Kg ont toutes

enregistré des pourcentages d'inhibition de H₂O₂ dépassant 40%.

L'extrait de la HOA qui est de 400 mg/kg taux en polyphénols elle exerce une activité scavenger sur le peroxyde d'hydrogène supérieure à celui de la HOI qui présente la teneur polyphénols totaux (320 mg/kg), Olé I qui est de 360mg/kg taux en polyphénols elle exerce une activité scavenger sur le peroxyde d'hydrogène supérieure à celui de la HOI avec un taux de polyphénols 240 mg /kg

De même le Olé v exerce un activité scavenger sur le peroxyde d'hydrogène qui taux de polyphénols (560 mg /kg) supérieure à celui HOV qui est présent teneur on polyphénols totaux (360 mg/kg) ,HON qui est de 320mg/kg taux en polyphénols exerce une activité scavenger sur le peroxyde d'hydrogène (42.85 %) inférieure à celui Olé N(46.93 %)qui présent teneur on polyphénols totaux 520 mg/kg

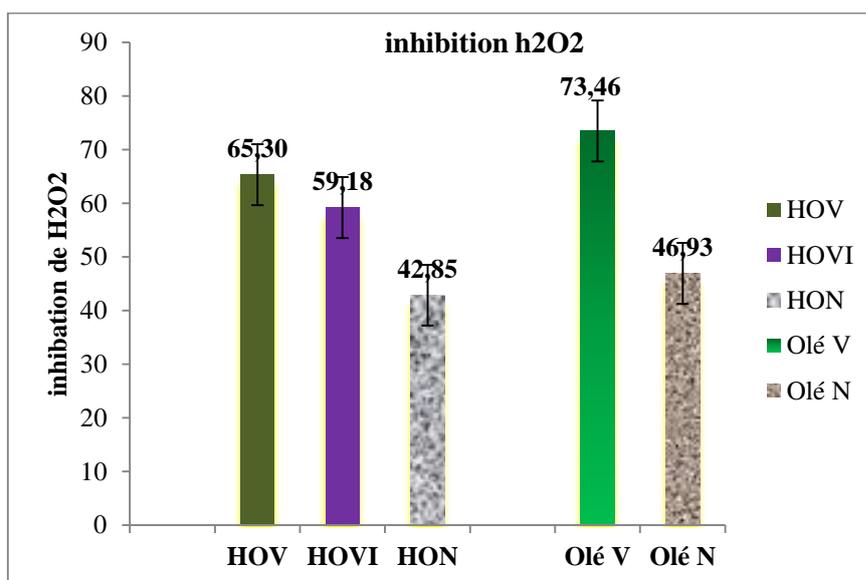


Figure 32 : inhibition H₂O₂ dans les huiles artisanales et industrielles

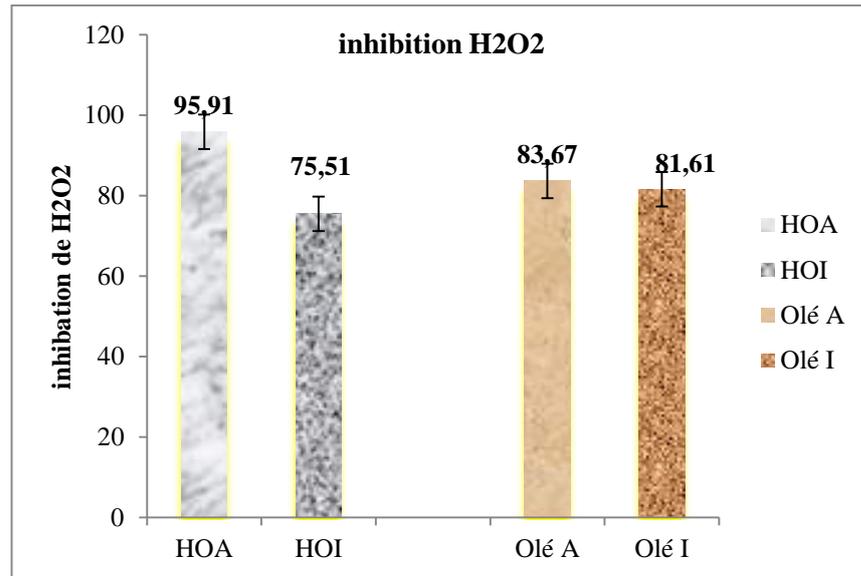


Figure 33 : inhibition H2O2 dans les huiles extraite par solvant

XI.14 Détermination de la composition en acide gras :

Les résultats obtenus de la chromatographie en phase gazeuse sont présentés dans le tableau ci-dessous : Les résultats obtenus pour les 9 échantillons étudiés montrent que la composition en acides gras des huiles d'olive analysées répond aux normes fixées par le Conseil Oléicole International (Conseil Oléicole International, 2009). Cette composition acide est variable. En effet, les pourcentages de l'acide oléique (C18:1) varient entre **56,35 %** pour l'échantillon **HOVI** et **72,62 %** pour l'échantillon **Olé v** alors que les pourcentages de l'acide linoléique (C18:2) varient entre **15.13 %** pour l'échantillon **HOVI** et **4.32 %** pour l'échantillon **Olé V**. Ces deux acides gras sont donc les prédominants, suivi des acides palmitique (C16 :0) et stéarique (C18:0) à des taux de l'ordre de 21.04 % pour l'échantillon HOVI à 19.01 % pour l'échantillon Olé V et de 1,73 % pour l'échantillon HOVI à 1.90 % pour l'échantillon Olé V respectivement.

La présence de l'acide gras polyinsaturé : acide linoléique (C18:2) avec un pourcentage important comparativement aux autres acides gras insaturés peut être expliquée par la présence d'une enzyme, l'Oléate desaturase qui transforme l'acide oléique (C18:1) en acide linoléique (C18:2) au cours de la maturation du fruit (Gutierrez et al, 1999).

Les pourcentages en acide oléique dans les huiles d'olive étudiés sont similaires aux valeurs trouvées par Abu-Reidah et al. qui ont trouvé des valeurs allant de 67.24 à 72.27 % pour des huiles palestiniennes (M. Abu-Reidah et al, 2013). Cependant, ils sont un peu élevés

que les valeurs rapportées par Issaoui et al pour les huiles tunisiennes (54.6 à 66.8 %) (Issaoui et al, 2010)

Les variations dans la composition en acides gras de l'huile d'olive dépendent essentiellement des variétés mais également du climat, de la latitude et du degré de maturation.

La CPG a identifié les pourcentages des acides gras présents dans l'huile d'olive

. L'analyse chromatographique aboutit à l'obtention d'un chromatogramme qui représente l'évolution d'un paramètre lié à la concentration instantanée des acides gras, élué, en fonction du temps (temps de rétention). Les pourcentages des acides sont calculés à partir des surfaces des pics qui les représentent sur le chromatogramme.

Les acides gras mono-insaturés ont une grande importance sur la qualité de l'huile d'olive aussi bien sur le plan nutritionnel que sur l'état oxydative. L'acide oléique (C 18 : 1), comme étant un acide gras mono-insaturé, est le principale composant de l'huile d'olive .

Remarque :tous les analyse :Nombre de réception :3 fois

XII. Représentation figures des cpg

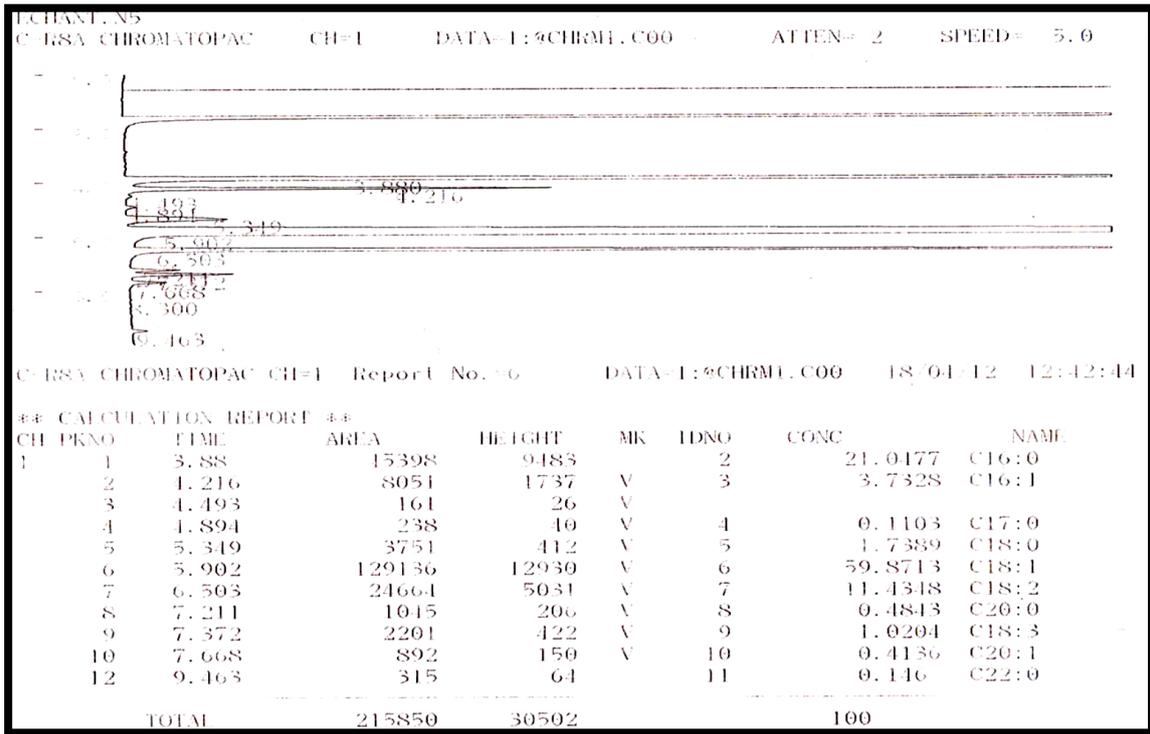


Figure 34 : Chromatogramme CPG des AG (HOV)

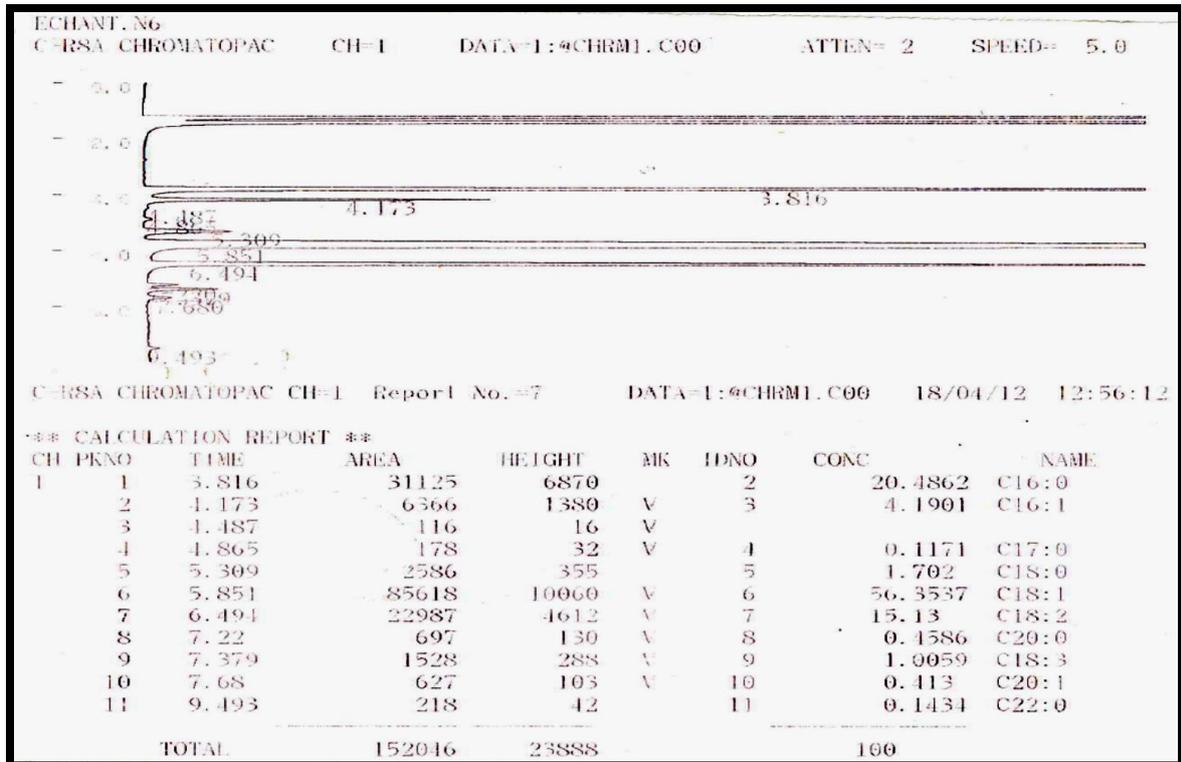


Figure 35 : Chromatogramme CPG des AG (HOV I)

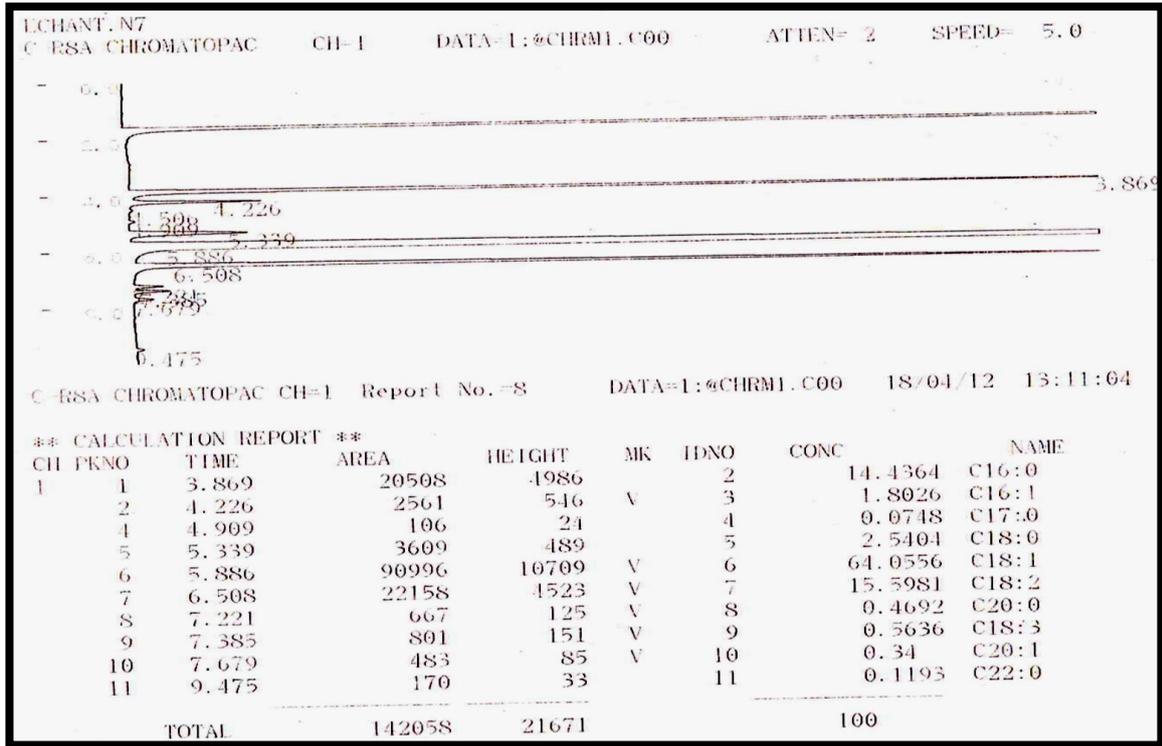


Figure 36: Chromatogramme CPG des AG (HON)

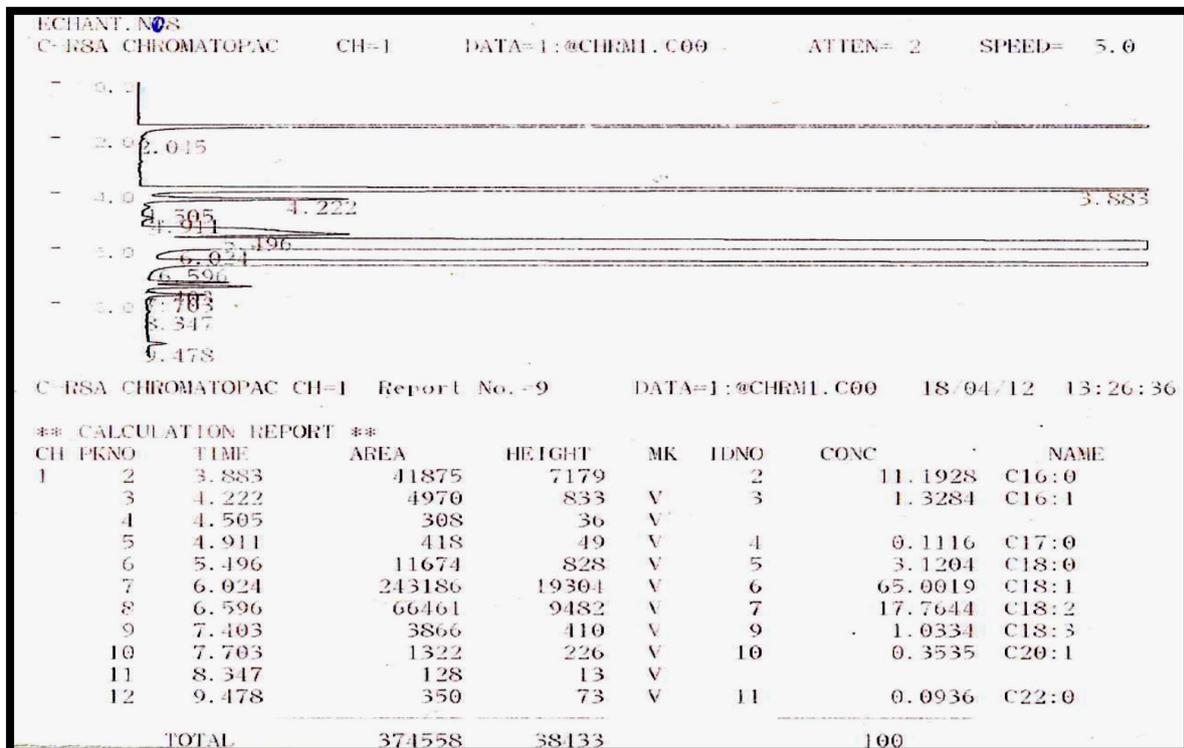


Figure 37 : Chromatogramme CPG des AG (HOLÉ N)

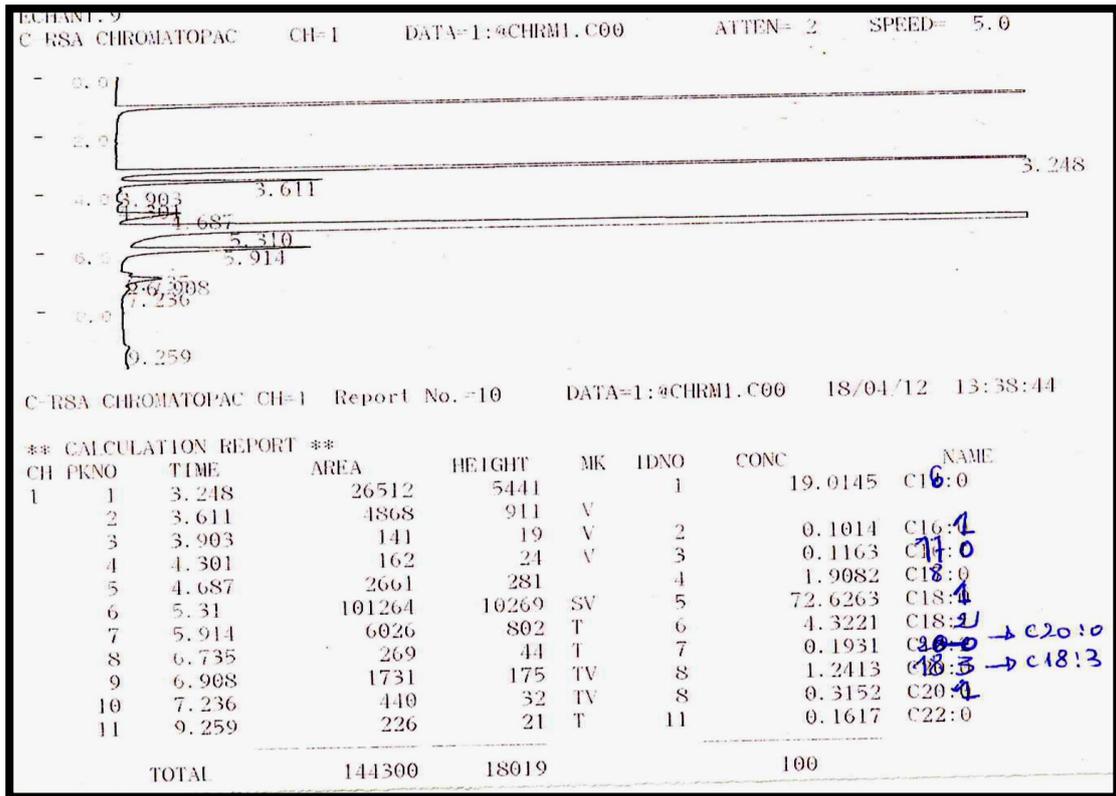


Figure 38: Chromatogramme CPG des AG(HOLé V)

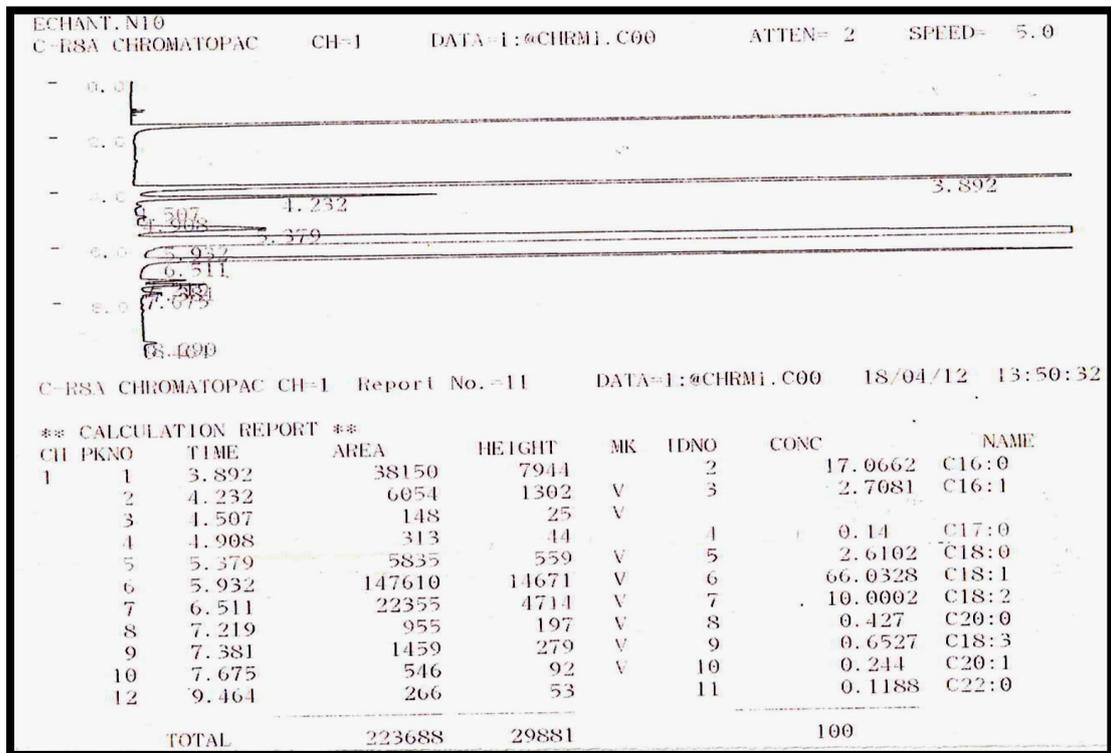


Figure 39 : Chromatogramme CPG des AG (HOLé A)

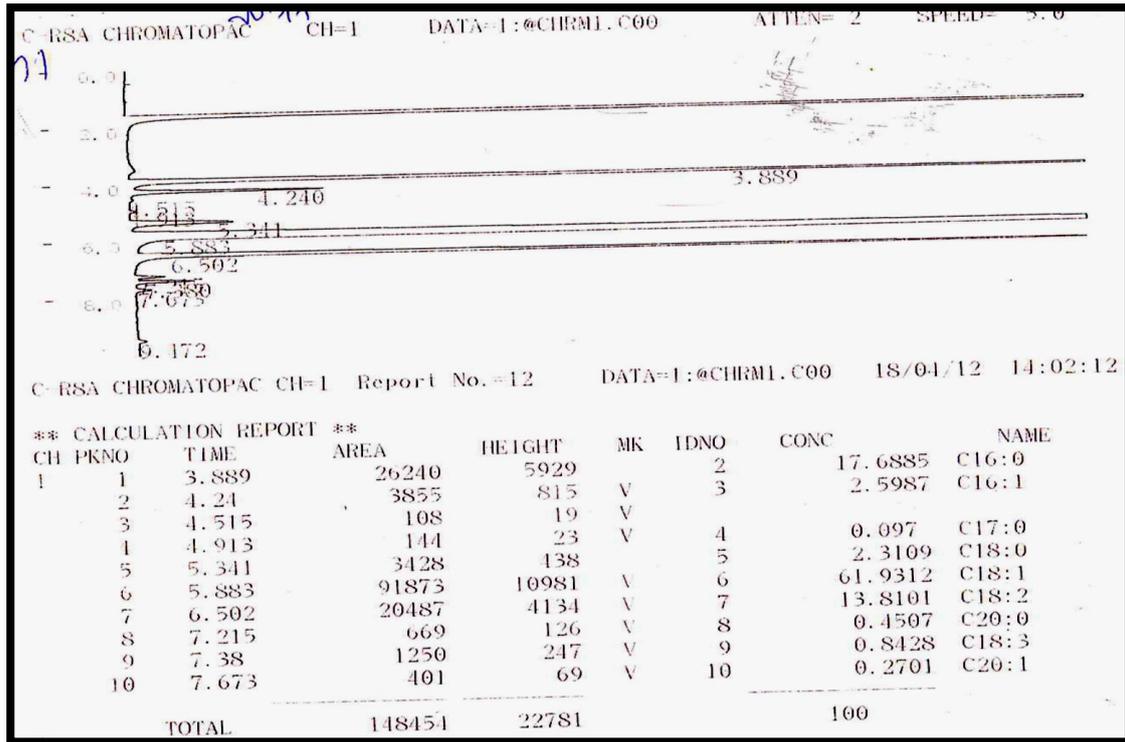


Figure 40 : Chromatogramme CPG des AG (HOLÉ I)

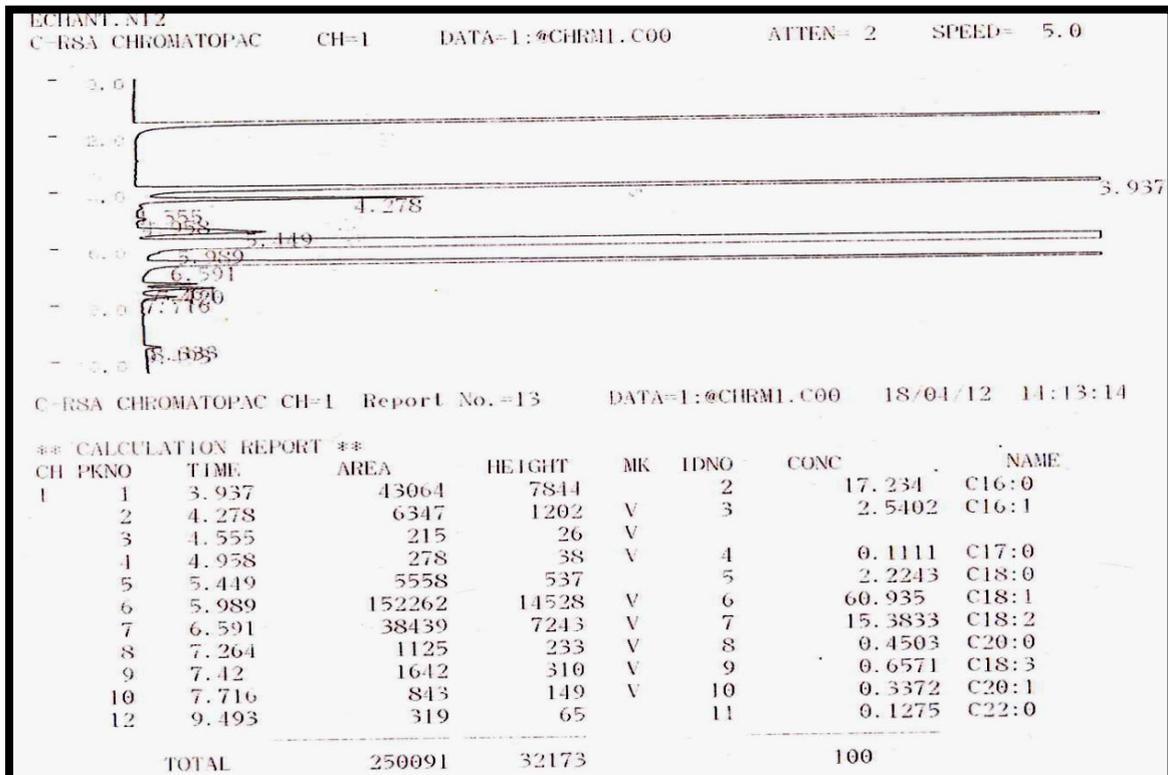


Figure 41 : Chromatogramme CPG des AG (HOA)

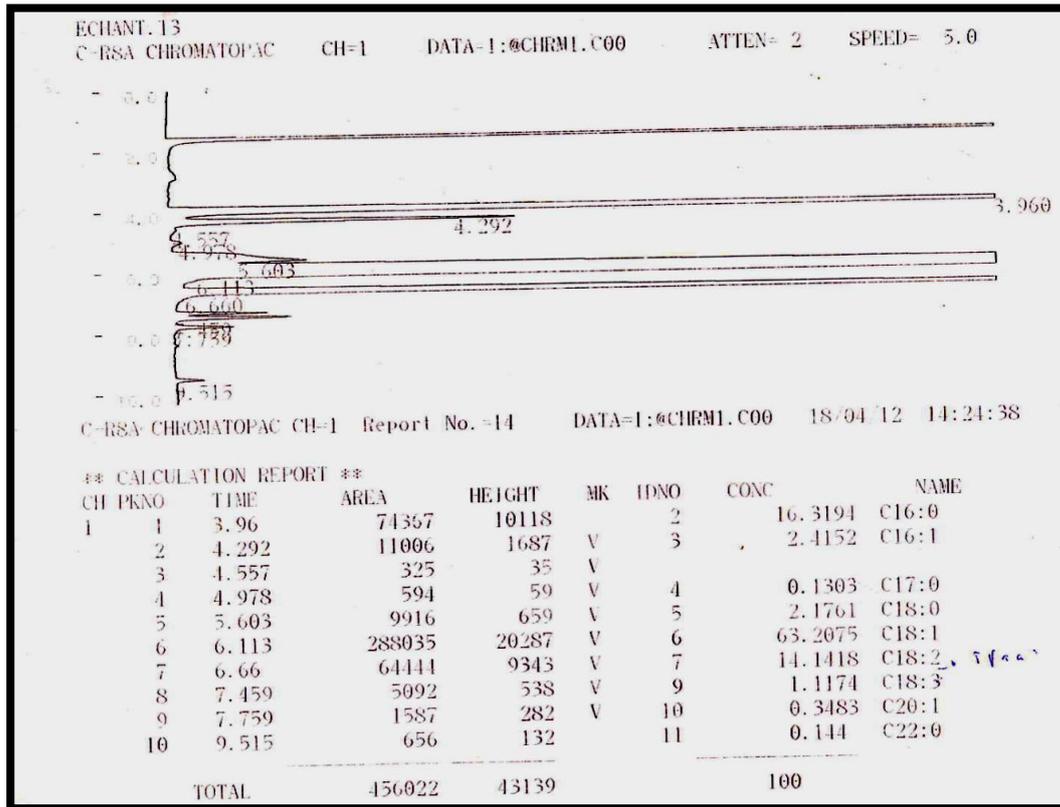


Figure 42 : Chromatogramme CPG des AG (HOI)

Conclusion

Comme assigné dans l'objectif de cette modeste contribution, nous avons cerné les paramètres et indices qui induisent une influence directe sur les critères de qualité des huiles d'olive issues des huileries et maasras de la région de Beni Amrane, que ce soit pour les huiles extraites par les techniques industrielles où traditionnelles. La caractérisation physicochimique et biochimique en se basant sur les méthodes standards décrites par le règlement CEE / 2568/91 et le Conseil Oléicole International (COI, 2013), montre que les tous les indices de qualité se rétablissent aux normes, et bien plus au classement des huiles obtenus, ceci dès qu'il y a une volonté de respecter l'itinéraire agricole de l'olivier à partir de la préparation du végétal jusqu'à l'obtention de « l'or vert ». Les contraintes, s'expliquent par le non respect des bonnes pratiques de récolte, pour des raisons évidentes :

- ◆ Les pratiques culturales souvent traditionnelles.
- ◆ L'enclavement et l'éloignement des zones de production.
- ◆ Les techniques d'entretien qui demeurent en général rudimentaires;
- ◆ La vétusté des équipements au niveau des maâsras ce qui engendre des pertes importantes.

Un ensemble de mesure doit être pris en considération :

- La détermination d'une date optimale de récolte devrait par conséquent être recherchée pour préserver les propriétés organoleptiques de l'huile et empêcher la production d'une huile d'olive de qualité inférieure
- Mettre en place des grandes lignes des bonnes pratiques d'hygiène et de production.

Il est tout de même, impensable de conserver un produit aussi noble que l'huile d'olive, dans des bouteilles en plastique, exposée au soleil en bordure des autoroutes.

En ce qui concerne l'évaluation des caractéristiques sensorielles, celle-ci a été délibérément occultée, car sans la disponibilité d'un laboratoire spécialisés dédiés à cet effet, nous considérons caduque toutes ses tests réalisés par tâtonnement que l'on retrouve dans des manuscrit de thèse, alors que leur résultats n'ont aucune valeur scientifique, car loin des critères normalisés par le COI (1996).

Nous proposons également, pour les huiles déclassées par les tests physicochimiques, l'enrichissement par l'huile *d'oléastre*, appelé "Ahachad". L'*Oléastre*, une variété de l'olivier sauvage très répandu dans la région de Beni Amrane, est resté l'apanage exclusif des femmes d'agriculteurs et de l'oléiculture en montagne.

L'objectif sociaux économique de la filière oléicole dans la région, demeure la stabilisation des populations agricoles en leur permettant d'assurer un revenu agricole

correcte tout en valorisant produits locaux, et pourquoi pas intégrer le concept d'agrotourisme qui s'intègre dans développement durable de la région.

Tout ceci, ne pourra être possible que si les pouvoir publique en premier, doivent apporter toute l'aide et assistance aux agriculteurs à toutes ces femmes et hommes qui travail la terre et qui mettent à notre disposition des aliments aux vertus incomparables.

Pour cela, il faudrait une réelle volonté politique de hisser les régions agricoles, aux développements sociaux économiques. Mais la volonté politique à elle seule ne suffit pas, faut il encore, qu'il y est bonne gouvernance. k

Référence bibliographique

A

Allalout A., Krichène D., Methenni K., Taamalli A., Oueslati I., Daoud D. and Zarrouk M. (2009). Characterization of virgin olive oil from super intensive Spanish and Greek varieties grown in northern Tunisia. *Scientia Horticulturae*, 120: 77-83.

Assmann G. and Wahrburg U. (1999). Effets des composants mineurs de l'huile d'olive sur la santé. Institut de recherche sur l'athérosclérose, Université de Mûnster, Allemagne, 1-8.

Ait Yacine Z., Serhrouchni M. and Hilali S. (2002). Evolution de la composition acidique de l'huile d'olive à différents stades de la maturité des olives. Cas du périmètre du Tadla-Maroc. *Olivae*, 94: 51-53.

Ait Yacine Z. 2001. Étude des facteurs déterminant la meilleur période de récolte des olives (var. picholine marocaine) destinée à la trituration dans le Tadla. Thèse de Doctorat d'ètaès-Sciences, Université Mohamed Ier, Faculté des Science, Oujda.

Ait Yacine Z., Serhrouchni M., Hilalis S. 2001. Étude de quelques paramètres déterminant la date de récolte des olives. Cas du périmètre du Tadla-Maroc. *Olivae* 88 :

Abaza L., Msallem M., Daoud D. et Zarrouk M. 2002. Caractérisation des huiles de sept variétés d'olivier tunisiennes. John Libbey Eurotext, *OCL*, 9 (2): 174-9.

B

Bouhekif M.1991. Evolution quantitative et qualitative de l'huile d'olive au cours de la maturation et du stockage. P.34. Thèse d'ingénieur d'états en technologie des I.I.A.et nutrition humaine : Institut National Agronomique ; ALHARRACH (ALGER).

Baccouri B., Zarrouk W., Baccouri O., Guerfel M., Nouairi I., Krichene D., Daoud D., Zarrouk M. 2008. Composition, quality and oxidative stability of virgin olive oils from some selected wild olives (*Olea europaea L. subsp. Oleaster*). *Grasas y Aceites*, 59: 346-350.

Boukachabine N., Ajana H. et El Antari A.2011. A study of fatty acid and triglycerides oils composition and quality parameters of five autochthon olive varieties in Morocco. *Lebanese Science Journal*, 1 (2): 45-63.

Brand-Williams W., Cuvelier M. E and Berset C. 1995. Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *Lebensmittel-Wissenschaft Technologie*, 28: 25-30.

Benkeblia N. (2005). Free-Radical scavenging capacity and antioxidant properties of some selected onions (*Allium cepa L.*) and garlic (*Allium sativum L.*) extracts. *Brazilian Archive of Biology and Technology*, 48: 753-759.

Bouskou D., Tsimidou M., Blekas G. 1996. Polar Phenolic Compounds. Olive Oil Chemistry and Technology A.OCS Press: USA: 73-80.

C

Criado M., Motilva M., Goni M., Romero M. 2007. Comparative study of the effect of the maturation process of the olive fruit on the chlorophyll and carotenoid fractions of drups and virgin oils from Arbequina and Farga cultivars. *Food Chemistry*, 100: 748-755

Conseil Oléicole International. 2007. Analyse sensorielle de l'huile d'olive: méthode d'évaluation organoleptique de l'huile d'olive vierge. COI/T.20/Doc.n°15/Rev.2. Septembre 2007.

CEE N°2586/91. Communauté économique européenne .Règlement(CEE) N°2586/91 de la commission du 11 juillet1991.Relatif aux caractéristiques des huiles d'olive et des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive ainsi qu' aux méthodes d'analyse y afférent :27-30.

Conseil oléicole international (COI). (2006) guides de gestion de la qualité de l'industrie de l'huile d'olive : les entreprises de conditionnement, T.33-2/Doc.N° 4.

Conseil oléicole international (COI a). (2011) détermination des caractéristiques des olives à huile, COI/OH/Doc N° 1.

Conseil oléicole international (COI b). (2011). Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et huiles de Grignons d'olive ,COI/T.15/NCn°3/Rév.6.

Chou S.T., Chao W.W. and Chung Y.C. (2003). Antioxidative activity and safety of 50% ethanolic red bean extract (*Phaseolus radiatus L. var. Aurea*). *Journal of Food Science*, 68(1): 21-25.

Cimato, A.1990. Effect of agronomic factors on virgin olive oil quality. *Olivae*, 31: 20-31.

Cimato A., Cantini C., Sani G. et Marranci M. 1997. Il germoplasma dell'olivo in Toscana Regione. *Toscana-CNR-A.R.S.I.A*

Cheftel J.C., Cheftel H. (1992). Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. Edition Lavoisier Tec & doc.

Chimi H. (2001). Qualité des huiles d'olive au Maroc, enquête nationale et analyses au laboratoire. Transfert de technologie en agriculture. Bulletin mensuel d'information et de liaison du PNTTA. Département des sciences alimentaires et nutritionnelles IAV Hassan II, Rabat.

Christian Pinatel (2013). Association Française Interprofessionnelle de l'Olive AFIDOL : Acidité de l'huile d'olive.

Dosage des composés phénoliques dans les huiles d'olive vierges. Institut des Corps Gras, Pessac, France

[www\iterg.org](http://www.iterg.org).

E

El Antari A., El Moudni H., Ajana H. et Cert A. 2003. Etude de la composition lipidique de deux compartiments du fruit d'olive (pulpe et amande) de six variétés d'oliviers cultivées au Maroc. *Olivae*, 98 :20-28.

El Antari F., Hilal A., Boulouha B., El-Moudni A. (2000). Etude de l'influence de la variété, de l'environnement et des techniques culturales sur les caractéristiques des fruits et la composition chimique de l'huile d'olive vierge extra au Maroc. *Olivae* ; 80 : 29-36.

F

Favati E., Caporale G., Bertuccioli M. Rapid determination of phenol content in extra virgin olive oil. *Grasas y Aceites* (1994), 45, 68.

Favati F, Caporale G. and Bertuccioli M. (1994). Rapid determination of phenol content in Extra virgin olive oil. *Grasas Y. Aceites*, 45, 68-70.

G

García, J.M., Gutierrez, F., Castellano, J.M., Perdiguero, S., Albi, M.A., (1996a). Influence of storage temperature on fruit ripening and olive oil quality. *J. Agric. Food Chem.* 44, 264-267.

Grati Kamoun N. (2007). Etude de la diversité génétique de l'olivier cultivé en Tunisie : Approche pomologique, chimique et moléculaire. Thèse de doctorat en Sciences biologiques : Faculté de Sciences de Sfax. 323 p.

K

Kiritsakis A., Markakis P. 1987. Olive oil: A Review. *Advances in Food research*, 31: 453-482.

Keceli T. and Gordon M.H. (2001). The antioxidant activity and stability of the phenolic fraction of green olives and extra virgin olive oil. *Journal of Science and Food Agriculture*, 81: 1391-1396.

Karleskind A., Guthmann J. F., Walff J.P. 1992. Manuel des corps gras. Paris. PP: 695-768.
Kataja-Tuomola M. et Sundell J.R. 2008. Effect of alpha-Tocopherol and beta-carotene supplementation on the incidence of type 2 diabetes., *Diabetologia*. Jan, 51 (1): 47-53.

L

Laincer F., Iaccarino N., Amatos J., Pagano B., Pagano A., Tenore G., Tamendjari A., Rovellini P., Venturini S., Bellan G., Ritieni A., Mannina L., Novellino E., Rnadazzo A., 2016. Characterisation of monovarietal extra virgin olive oils from the province of béjaia (Algeria). *Food Research International* 89, 1123-1133

Loussert R., Brousse G. 1978. L'olivier, Ed. *Maisonneuve et Larose*, Paris, 1:45.

Liliana S., Crusa A., Sousa S., Morais Z. 2016. Alterations in monovarietal blended and aromatised Portuguese virgin olive oils under four storage conditions for 12 months. *European Food Research Technology*, 242: 1041-1055.

Lugasi A., Hóvári J., Sági K.V. and Bíró L. (2003). The role of antioxidant phytonutrients in the prevention of diseases. *Acta Biologica Szegediensis*, 47 (1-4): 119-125.

Luna G., Morales M., Aparicio R. 2006. Characterisation of 39 varietal virgin olive oils by their volatile compositions. *Food Chemistry*, 98: 243-252.

Li H.B., Cheng K.W., Wong C.C., Fan K.W., Chen F., Tian Y. (2007). Evaluation of antioxidant capacity and total phenolic content of different fraction of selected microalgae. *Food Chemistry* ; 102: 771-776.

M

Minguez-Mosquera, I., Rejano J.L., Gandul B., Higinio A. et Garrido J. 1990. Pigments present in the olive oil. *Journal of American Oil Chemist's Society*, (3):192-196.

Matos L.C., Cunha S.C., Amaral J.S., Pereira J.A., Andrade P.B., Seabra R.M. and Oliveira B.P.P (2007). Chemometric characterization of three varietal olive oils (Cvs. *Cobrançosa, Madural* and *Verdeal Transmontana*) extracted from olives with different maturation indices. *Food Chemistry*, 102: 406-414.

Molyneux P. (2004). The use of the stable free radical diphenylpicrylhydrazyl (DPPH) for estimating antioxidant activity. *Songklanakarin Journal of Science Technology*, 26 (2):

Morales M T. et M Tsimidou. 2000. The role of volatile compound and polyphenols olive oil sensory quality. in: Harwood, J. and Ramon Aparicio, eds. *Handbook of Olive Oil. Analysis and Properties*. USA: Aspen Publication. 211- 219

Montedoro G., Servili M., Baldioli M. et Miniati E. 1992. Simple and hydrolyzable phenolic compounds in virgin olive oil. Their extraction, separation, and quantitative and semiquantitative evaluation by HPLC. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 40(9):1571-1576.

Michelakis N. 1995. Effet des disponibilités en eau sur la croissance et le rendement des oliviers. *Olivae*, 56 : 29-39.

Maestro R., Garcia J.M. and Castellano J.M. (1993). Changes in polyphenol content of olives stored in modified atmospheres. *Hortscience*, 28: p 1.

N

Nakbi A., Issaoui M., Dabbou S., Koubaa N., Echbili A., Hammami M. and Attia N. (2011). Evaluation of antioxidant activities of phenolic compounds from two extra virgin olive oils. *Journal of Food Composition and Analysis*, 23:711-715.

Ninfali P., Aluigy G., Bacchiocca M. and Magniani M. (2001). Antioxydant capacity of extravirgin olive oil. *American Journal Oil Chemist's Society*, 78 (3): 243-247

O

Ollivier D., Artaud J., Pinatel C., Durbec J. P., Guerere M. (2003). Triacylglycerol and Fatty Acid Compositions of French Virgin Olive Oils. Characterization by Chemometrics. *J. Agriculture Food Chemistry* ; 51: 5723-5731

Owen W., Mier W., Giacosa A., Huli W., Spiegelhajder B., Bartsh H. 2000. Phenolic compounds and squalene in olive oils the concentration and antioxydant potential of total phenols, simple phenols, secoiridoid, lignans and squalene. *Food and Chemical Toxicology*, 38: 647-659.

P

Perrin J.L. (1992). Les composés mineurs et les antioxygènes naturels de l'olive et de son huile. *Etude et recherche*, 4 : 25-31.

Psomiadou E. and Tsimidou M. (2001). Pigments in Greek virgin olive oils: occurrence and levels. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 81: 640-647.

R

Rahmani M., Csallany A. 1991. Chlorophyll and β -caroten pigments in Moroccan virgin olive oil Measured by high-performance liquid chromatography. *Journal of the American Oil Chemists Society* , 68: 672-674

Ryan D. et Robards K. 1998. Phenolics compounds in olives. *Analyst*, 123:41-Gimeno E., Castellote A.I., Lamuela-Raventos R.M., De la Torre M.C. and Lopez- Sabater

M.C. (2002). The effects of harvest and extraction methods on the antioxidant content (phenolics, α -tocopherol, and β -carotene) in virgin olive oil. *Food Chemistry*, 78: 207-

S

Salas J.J., Sanchez J., Ramli U.S., Manaf A.M., Williams M. and Harwood J.L. (2000). Biochemistry of lipid metabolism in olive and other oil fruits. *Progress in Lipid Research*, 39: 151-180.

Soulier J. and Farines M. (1992). L'insaponifiable In : Manuel des corps gras. Lavoisier, Ed. Technique et Documents, pp.95-112.

T

Tsimidou M. (1998). Polyphenols and quality of virgin olive oil in retrospect. *Italian Journal of Food Science*, 10 (2), 99-112. Tsimidou M. (1998). Polyphenols and quality of virgin olive oil in retrospect. *Italian Journal of Food Science*, 10 (2): 99-116.

Tsimidou M., Papadopoulos G and Boskou D. (1992). Phenolic compounds and stability of virgin olive oil-Part I. *Food Chemistry*, 45:141-144.

Tanouti K., Eaid H., Benali E., Harkous M., Elamrani A. 2011. Amélioration qualitative d'huiles d'olives produite dans le Maroc. *Les technologies de laboratoire*, 6 (22) :1-12.

U

Uceda M. et Hermoso M. 1998. La calidad del aceite d'oliva, in Barranco D, Fernández-Escobar R, Rallo L. (Eds.) *El Cultivo del Olivo. Junta d'Andalucía, MAPA and Ediciones Mundi-Prensa*, 547-572.

V

Villano D., Fernandez-Pachon M.S., Moya M.L., Troncoso A.M. and Garcia-Parrilla M.C. (2007). Radical scavenging ability of polyphenolic compounds towards DPPH free radical. *Talanta*, 71: 230-235.

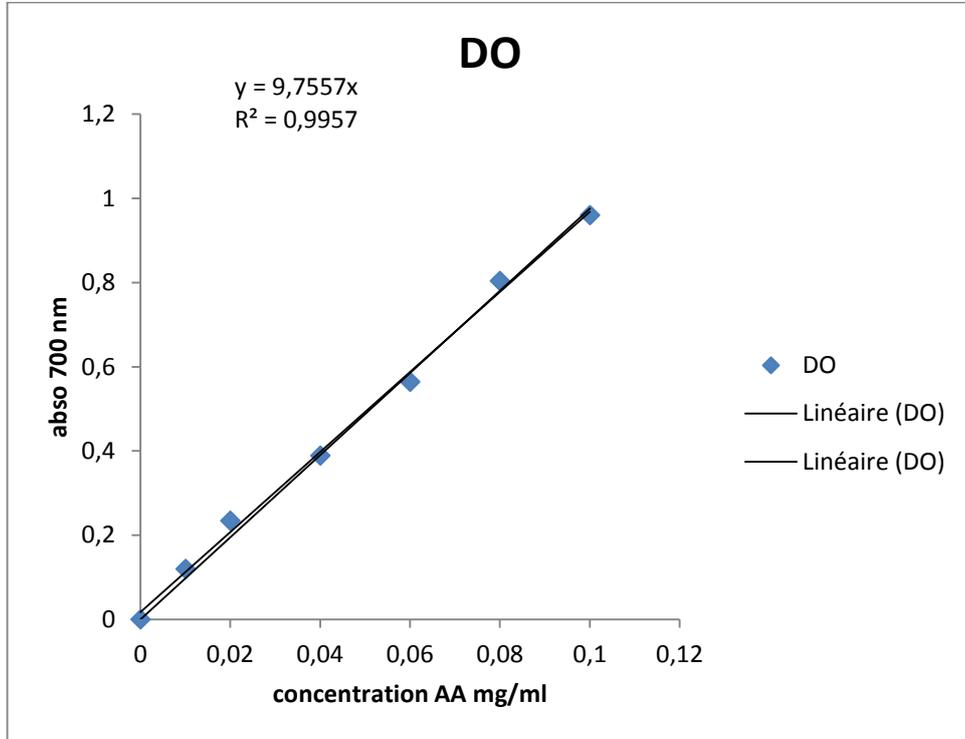
Vichi S., Castellote A.I., Pizzale L., Conte L.S., Buxaderas S. and Lopez-Tamames E. (2003). Analysis of virgin olive oil volatile compounds by headspace solid-phase

microextraction coupled to gas chromatography with mass spectrometric and flame ionization detection. *Journal of Chromatography A*, 983: 19-33.

Annexe :

Préparation des échantillon et le courbe d'étalonnage d'acide galiique

	Gamme d'étalonnage							Echantillon				
Tubes	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
(mg / ml)	0	0.01	0.02	0.04	0.06	0.08	0.1	Ech1	Ech2	Ec3	Ch4	Ec5
Ac.gallique µl	125	125	125	125	125	125	125					
Echantillon µl	-							125	125	125	125	125
Eau distillée µl	500	500	500	500	500	500	500	500	500	500	500	500
Folin – ciocalteu 0.2 N	125	125	125	125	125	1215	125					
Incubation pendant 6 min à température ambiant avec agitation												
Na ₂ CO ₃ 7% µl	1250	1250	1250	1250	1250	1250	1250	1250	1250	1250	1250	1250
Eau distillée ml	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
Incubation pendant 90 min à l'obscurité Lecture à 760 nm												



Courbe détalonnage d'acide ascorbique

Tableau 1 indice de colure sur l'olive

Olé v	Olé N
A :(-3,9)	A :(0,1)
B :(33)	B :(-0,8)
L :(41,9)	L :(22,5)

OV	O VI	ON
A :(-4,8)	A :(+4,2)	A :(8,9)
B :(36,2)	B :(+28,7)	B :(6,6)
L :(66,2)	L :(52)	L :(25,4)

Tableau 2 :indice de colure sur l'huile

	L	C	h	A	B
HOA	37.34	5.71	101.77	-1.17	5.59
HOI	35.34	6.41	99.65	-1.07	6.32
HOLé A	35.08	9.69	97.62	-1.29	9.61
HOLé I	34.00	7.50	98.81	-1.15	7.41
HOV	31.37	12.90	86.82	0.72	12.88
HOVI	33.81	9.71	96.92	-1.17	9.64
HON	36.94	4.71	99.03	-0.74	4.65
HOLé V	24.51	1.67	35.86	1.35	0.98
HOLé N	29.95	8.14	44.86	5.77	5.74

L : la clarté A : le rouge B :le jaune C :la chroma H :le hue

Quand le L est positif ca veut dire que le produit est blanc ,si il est négatif vers le noir .

Le rouge est positif rougeâtre quand il est négatif veut dire que il est verdâtre quand le B positif jaunâtre quand il est négatif bleuté

Tableau 3 : valeur d'extinction k270, k232

K270	K232
HOA est inf Olé T	HOA est supérieure à Olé T
HOI est égale à Olé I	HOI est supérieure à Olé I

Tableau 3 : valeur de l'extinction k270, k232

K270	K232
HOV est supérieure à Olé V	HOV est supérieure à Olé V
HON est égale à Olé N	HON est supérieure à Olé N

Tableau 4 représente la teneur en chlorophylle

	HOA	HOI	Olé A	Olé I	HOV	HOVI	HON	Olé V	Olé N
Chlo A	4.74	0.68	3.99	1.22	19.57	11.68	9.90	17.97	16.11
Chli B	5.70	0	6.26	0.09	15.00	4.38	9.85	19.33	16.00
Phéo A	7.40	0.84	8.28	1.76	18.27	15.22	9.95	16.13	15.36
Phéo B	6.78	0	7.84	0.03	15.98	6.68	9.83	16.18	15.20