

République algérienne démocratique et populaire  
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique  
Université A. Mira de Bejaia



Faculté de Technologie  
Département de Génie des procédés  
Laboratoire des Procédés Membranaires et Techniques de Séparation et de  
Récupération (LPMTSR)

## Mémoire EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE Master

Domaine : Science et Technologie Filière : Génie des Procédés  
Spécialité : Génie Alimentaire

Présenté par

**BOURENANE Nassima & BOURENANE Sahra**

*Thème*

**Caractérisation des huiles d'olive, soja, colza et tournesol.  
Elaboration d'un modèle par la méthode de l'analyse en composante  
principale pour l'identification de l'huile d'olive.**

Soutenue le 08 /07 /2024

Devant le jury composé de :

Nom et Prénom	Grade	Affiliation	Qualité
SENHADJI Ounissa	<b>Pr</b>	Université de Bejaia	Président
OUGHLIS Fadila	<b>MCB</b>	Université de Bouira	Examinateur
KACHBI Abdelmalek	<b>MCA</b>	Université de Bejaia	Encadrant
TAGMOUNI Sara	<b>Doctorante</b>	Université de Bejaia	Co- Encadrant

Année Universitaire : 2023/2024

# *Remerciements*

En préambule à ce mémoire, nous remercions ALLAH qui nous aide et nous donne la patience et le courage durant ces longues années d'études. Nous souhaitons adresser nos remerciements les plus sincères aux personnes qui nous ont apporté leur aide et qui ont contribué à l'élaboration de ce projet ainsi qu'à la réussite de cette formidable année universitaire.

Ces remerciements vont tout d'abord au corps professoral et administratif de la faculté de technologie et du département Génie des procédés, pour la richesse et la qualité de leur enseignement ainsi que les efforts déployés pour assurer à leurs étudiants une formation respectable.

Nous tenons à remercier sincèrement notre encadrant, monsieur Abdelmalek KACHBI et sa doctorante Sara TAGMOUNI, qui nous ont communiqués une confiance importante, se sont toujours montrés à l'écoute et disponible tout au long de la réalisation de ce projet, ainsi que pour l'inspiration, l'aide et le temps qu'ils ont bien voulu nous consacrer.

Nous remercions ensuite l'ensemble des membres du jury, qui nous font l'honneur de bien vouloir étudier avec attention notre travail et d'avoir accepté de consacrer une portion de leur précieux temps à examiner ce mémoire.

Nous adressons nos remerciements aux ingénieurs du laboratoire de LPMTSR.

Enfin, nous adressons nos plus sincères remerciements à nos parents, proches et amis pour leurs contributions, encouragements, patience, ainsi que soutien inconditionnel, de près ou de loin, au cours de la réalisation de ce mémoire.

Merci à toutes et à tous.

# *Dédicaces*

*À nos chers parents*

*Qui nous ont offert les meilleures conditions pour terminer nos études,  
en témoignage du grand amour, tendresse, encouragement et de leurs  
prières tout au long de notre parcours universitaire. Que Dieu les  
protège et les garde à nos côtés.*

*À notre sœur Nadjet*

*Pour leur aide, soutien et encouragement, à qui nous souhaitons  
encore plus de succès.*

*À tous les membres de la famille,*

*À toutes nos amies*

*À tous nos enseignants qui méritent notre profond respect*

*Et à tous ceux qui nous aiment,*

*Merci !*

*Nassima, Sahra.*

# *Table des matières*

# Table des matières

---

## Table des matières

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

**Introduction générale..... 1**

### **Chapitre I. Synthèse bibliographique**

I.1. L'Olivier et l'Oliver..... 3

I.1.1. Historique de l'olivier ..... 3

I.1.2. L'oléiculture..... 3

I.1.2.1. L'oléiculture dans le monde..... 3

I.1.2.2 L'oléiculture dans l'Algérie ..... 4

I.1.3 Description de l'olive..... 5

I.1.4 Composition chimique de l'olive ..... 6

I.2. Huile d'olive..... 6

I.2.1. Définition..... 6

I.2.2. Composition chimique de l'huile d'olive ..... 6

I.2.2.1. Fraction saponifiable..... 7

I.2.2.2. Fraction insaponifiable ..... 8

I.2.3. Propriété physicochimique des huiles d'olive..... 12

I.2.3.1. Teneur en eau (Humidité)..... 12

I.2.3.2. Densité..... 12

## Table des matières

---

I.2.3.3. Indice de réfraction.....	12
I.2.3.4. Coefficients d'extinction spécifique.....	12
I.2.3.5. L'acidité libre (%)......	12
I.2.4. Classification des huiles d'olive.....	13
I.2.4.1. Les huiles d'olive vierges.....	13
I.2.4.2. L'huile d'olive raffinée.....	13
I.2.4.3. L'huile d'olive composée d'huile d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges .....	14
I.2.4.4. L'huile de grignons d'olive.....	14
I.2.5. Etapes de production de l'huile d'olive .....	14
I.2.5.1. Récolte des olives .....	14
I.2.5.2. Effeuilage et lavage.....	15
I.2.5.3. Le Broyage .....	15
I.2.5.4. Malaxage.....	15
I.2.5.5. Séparation des phases .....	16
I.2.5.6. Extraction d'huiles d'olive.....	16
I.2.6. Les facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive .....	18
I.2.6.1. L'effet du climat.....	19
I.2.6.2. L'effet de l'altitude .....	19
I.2.6.3. L'effet du sol.....	19
I.2.6.4. Effet des ravageurs .....	19

## Table des matières

---

I.2.6.5. Effet du cultivar.....	19
I.2.6.6. Effet de la récolte et du stade de maturation.....	19
I.2.6.7. Effet du Transport et du stockage des olives .....	20
I.2.7. Condition de stockage et de conservation de l’huile d’olives.....	20
I.2.8. Les effets bénéfiques de l’huile d’olive sur la santé.....	21
I.3. Généralité sur les huiles alimentaires .....	22
I.3.1. L’huile de soja.....	22
I.3.1.1. La plante de soja.....	22
I.3.1.2. La graine.....	22
I.3.1.3. Définition de l’huile de soja.....	22
I.3.1.4. Composition de l’huile de soja.....	22
I.3.1.5. L’extraction de l’huile brute de soja .....	23
I.3.2. Huile de colza.....	25
I.3.2.1. La plante de colza.....	25
I.3.2.2. Description de l’huile du colza.....	25
I.3.2.3. Composition de l’huile de colza.....	25
I.3.3. L’huile de tournesol .....	27
I.3.3.1. Description de la plante de tournesol.....	27
I.3.3.2. Définition.....	27
I.3.3.3. Les compositions de l’huile de tournesol .....	27

## Chapitre II. Matériels et méthodes

## Table des matières

---

II.1. Introduction.....	29
II.2. Echantillonnage .....	29
II.3. Matériels utilisés.....	31
II.4. Produits et réactifs chimiques.....	31
II.5. Préparation des solutions.....	32
II.6. Méthodes d'analyses physico-chimiques.....	34
II.6.1. Teneur en eau et en matière volatiles (Humidité).....	34
II.6.1.1. Définition.....	34
II.6.1.2. Mode opératoire.....	34
II.6.1.3. Méthode de calcul.....	34
II.6.2. Densité .....	34
II.6.2.1. Définition .....	34
II.6.2.2. Mode opératoire .....	34
II.6.2.3. Méthode de calcul.....	35
II.6.3. Indice de réfraction.....	35
II.6.3.1. Mode opératoire.....	36
II.6.4. Coefficients d'extinction spécifique .....	36
II.6.4.1. Définition .....	36
II.6.4.2. Principe .....	36
II.6.4.3. Mode opératoire .....	36

## Table des matières

---

II.6.4.4. Méthode de calcul.....	37
II.6.5. Acidité libre (A%).....	37
II.6.5.1. Définition .....	37
II.6.5.2.principe.....	37
II.6.5.3. Mode opératoire .....	38
II.6.6. Extraction des composés phénoliques.....	39
II.6.6.1. Mode opératoire .....	39
II.6.7. Dosage des polyphénols totaux.....	39
II.6.7.1. Mode opératoire.....	39
II.6.7.2. Courbe d'étalonnage de l'acide gallique.....	40
II.6.7.3. Calcul de la teneur en polyphénols totaux .....	41
II.6.8. Dosage des flavonoïdes totaux .....	42
II.6.8.1. Définition.....	42
II.6.8.2. Mode opératoire.....	42
II.6.8.3. Courbe d'étalonnage de la quercétine.....	43
II.6.8.4. Calcul de la teneur en flavonoïdes totaux.....	43
II.6.9. Dosages des pigments .....	44
II.6.9.1. Détermination de la chlorophylle .....	44
II.6.9.2. Détermination des caroténoïdes .....	44
II.7. Analyse UV Visible.....	45
II.8. Analyses par spectroscopie Infrarouge .....	46

## Table des matières

---

II.9. Etude de l'adultération de l'huile d'olive .....	46
--	----

### Chapitre III. Résultats et discussions

III.1. Analyses physico-chimiques .....	47
III.1.1. Teneur en eau (Humidité).....	47
III.1.1.1 Teneur en eau dans les huiles d'olives.....	47
III.1.1.2. Teneur en eau d'autres huiles végétales.....	48
III.1.2. Densité .....	48
III.1.2.1. Densité des huiles d'olives.....	48
III.1.2.2. Densité d'autres huiles végétales.....	49
III.1.3. Indice de réfraction.....	50
III.1.3.1. L'indice de réfraction des échantillons d'huile d'olive.....	50
III.3.2. Indice de réfraction d'autres huiles végétales.....	51
III.1.4. Coefficients d'extinction spécifique.....	52
III.1.4.1. Coefficients d'extinction spécifique de l'huile d'olive .....	52
III.1.4.2. Coefficients d'extinction spécifique d'autres huiles végétales...	53
III.1.5. L'acidité libre (%).....	54
III.1.5.1. L'acidité des échantillons de l'huile d'olive.....	54
III.1.5.2. Acidité d'autres huiles végétales.....	55
III.1.6. Teneur en polyphénols totaux.....	56
III.1.7. Teneur en flavonoïdes totaux.....	58
III.1.8. Pigments colorants.....	59

## Table des matières

---

III.1.8.1. Détermination de la teneur en caroténoïdes .....	59
III.1.8.2. Détermination de la teneur en chlorophylles.....	60
III.2. Analyse UV Visible des échantillons d'huile.....	61
III.2.1. Spectres moyens d'absorption de chaque type d'huile.....	61
III.3. Analyse IR des échantillons d'huile.....	64
III.3.1. Spectres moyens d'absorption de chaque type d'huile.....	64
<b>Conclusion générale</b> .....	<b>67</b>
Références bibliographiques.....	70

## Liste des figures

<b>Figure I.1:</b> Diffusion géographique des aires oléicoles dans le monde.....	4
<b>Figure I.2:</b> Répartition de la zone oléicole en Algérie.....	5
<b>Figure I.3:</b> Différentes parties de l'olive.....	5
<b>Figure I.4 :</b> Synthèse de triglycéride.....	8
<b>Figure I.5:</b> Structure du squalène.....	9
<b>Figure I.6 :</b> Principaux stérols de l'huile d'olive.....	9
<b>Figure I.7 :</b> Structure générale d'un tocophérol.....	10
<b>Figure I.8:</b> Extraction par presse (méthode traditionnelle).....	17
<b>Figure I.9 :</b> Chaîne continue à trois phases pour l'extraction d'huile.....	18
<b>Figure I.10 :</b> Chaîne continue à deux phases pour l'extraction d'huile d'olive.....	18
<b>Figure I.11 :</b> la graine de soja.....	22
<b>Figure I.12 :</b> Procédé d'extraction de l'huile brute de soja.....	24
<b>Figure I.13 :</b> Photographies du colza (a : Plante, b : Graines).....	25
<b>Figure II.1:</b> origine géographique des échantillons d'huile d'olive étudiés.....	30
<b>Figure II.2 :</b> Différentes étapes de la détermination du taux d'humidité de l'huile d'olive .....	34
<b>Figure II.3:</b> Détermination de la densité.....	35
<b>Figure II.4:</b> Détermination de l'indice de réfraction .....	36
<b>Figure II.5:</b> Détermination de l'extinction spécifique.....	37
<b>Figure II.6 :</b> Détermination de L'acidité libre.....	38
<b>Figure II.7:</b> Extraction liquide- liquide.....	39
<b>Figure II.8:</b> Dosage des polyphénols totaux.....	40
<b>Figure II.9:</b> Dosage des flavonoïdes.....	42
<b>Figure II.10:</b> Dosage des pigments.....	44
<b>Figure II.11:</b> Spectrophotomètre IR.....	46
<b>Figure III.1:</b> Valeurs de la teneur en eau des échantillons d'huile d'olive.....	47
<b>Figure III.2 :</b> Valeurs de la teneur en eau dans les huiles végétale.....	48
<b>Figure III.3 :</b> Densité des différents échantillons d'huile d'olive.....	49
<b>Figure III.4 :</b> Densité de différentes huiles végétales.....	50
<b>Figure III.5 :</b> Valeurs de l'indice de réfraction des échantillons d'huile d'olive.....	51
<b>Figure III.6 :</b> Valeurs de l'indice de réfraction des huiles végétales.....	51
<b>Figure III.7 :</b> Extinctions spécifiques des différents échantillons étudiés.....	52

<b>Figure III.8</b> : Extinction spécifique des différents échantillons de soja, colza et tournesol.....	53
<b>Figure III.9</b> : Acidité libre des échantillons d'huile d'olive.....	54
<b>Figure III.10</b> : Acidité libre des huiles végétales.....	55
<b>Figure III.11</b> : Courbe d'étalonnage de l'acide gallique.....	56
<b>Figure III.12</b> : Teneurs en polyphénols totaux (TPT).....	57
<b>Figure III.13</b> : Courbe d'étalonnage de la quercétine pour le dosage des flavonoïdes totaux.....	58
<b>Figure III.14</b> : Teneurs en flavonoïdes totaux.....	59
<b>Figure III.15</b> : la teneur en caroténoïdes des différents échantillons d'huile d'olive.....	60
<b>Figure III.16</b> : la teneur en chlorophylles des différents échantillons d'huile d'olive.....	60
<b>Figure III.17</b> Spectre moyen d'absorption UV visible des échantillons d'huile d'olive...	61
<b>Figure III.18</b> : Spectre moyen d'absorption UV visible des échantillons d'huile de soja	62
<b>Figure III.19</b> : Spectre moyen d'absorption UV visible des échantillons d'huile de soja	63
<b>Figure III.20</b> : Spectre moyen d'absorption UV visible des échantillons d'huile de tournesol .....	63
<b>Figure III.25</b> : Spectre moyen d'absorption IR des échantillons d'huile d'olive.....	64
<b>Figure III.26</b> : Spectre moyen d'absorption IR des échantillons d'huile de soja.....	65
<b>Figure III.27</b> : Spectre moyen d'absorption IR des échantillons d'huile de colza.....	65
<b>Figure III.28</b> : Spectre moyen d'absorption IR des échantillons d'huile de tournesol.....	66

## Liste des tableaux

<b>Tableau I.1:</b> Composition chimique de l'olive (%).....	6
<b>Tableau I.2 :</b> Composition de l'huile d'olive en acide gras.....	7
<b>Tableau I.3 :</b> Structures des composés phénoliques identifiés dans l'huile d'olive.....	10
<b>Tableau I.4 :</b> Composition en acides gras de l'huile de soja.....	23
<b>Tableau I.5 :</b> Constituants mineurs de l'huile de soja.....	23
<b>Tableau I.6:</b> Composition de l'huile de colza par les composés insaponifiables.....	26
<b>Tableau I.7 :</b> Composition de l'huile de colza en acides gras.....	27
<b>Tableau I.8 :</b> Composition des acides gras de l'huile de tournesol.....	28
<b>Tableau II.1 :</b> les codes des échantillons d'huile végétale.....	30
<b>Tableau II.2 :</b> Les réactifs utilisés lors des expériences.....	32
<b>Tableau II.3 :</b> Concentrations des étalons de l'acide gallique.....	41
<b>Tableau II.4 :</b> concentrations des étalons de la quercétine.....	43

## Liste des abréviations

**A** : Absorbance.

**A%** : Acidité libre.

**ACP** : Analyse en composantes principales.

**AG** : Acide gras.

**COI** : Conseil Oléicole International.

**CP** : composante principale.

**EAG**: Equivalent en Acide Gallique.

**H%** : Humidité.

**IR** : Infrarouge.

**IRTF** : Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier.

**ISO**: International Standard Organisation.

**K232** : Coefficient d'extinction molaire à 232 nm.

**K270** : Coefficient d'extinction molaire à 270 nm.

**meq** : Milliéquivalent.

**mg EAG** : Milligramme Equivalent de l'acide galique.

**mg EQ**: Milligramme Equivalent de la quercétine.

**N** : Normal.

**nm** : Nanomètre.

**O** : Acide oléique.

**UV**: Ultraviolet.

# *Introduction générale*

### Introduction générale

L'huile d'olive représente l'un des produits méditerranéens par excellence. On la retrouve à travers l'histoire, depuis la civilisation grecque jusqu'à nos jours [1]. Elle est la principale source de matière grasse du régime méditerranéen qui est bien connue pour ses effets bénéfiques sur la santé humaine. Si l'huile d'olive est un produit intéressant d'un point de vue nutritionnel c'est tout d'abord pour sa composition en acides gras. En effet, elle est largement insaturée et contient une partie d'acides gras essentiels. Outre cette composition particulière en acides gras, l'huile d'olive est aussi riche en composés antioxydants, et surtout intéressante pour ses composés minoritaires tels que les polyphénols [2]. L'intérêt nutritionnel de ces composés phénoliques réside dans leur forte capacité antioxydante qui pourrait prévenir ou ralentir l'apparition de certaines maladies dégénératives ainsi que les maladies cardiovasculaires [3].

La qualité des huiles d'olive est un ensemble de caractéristiques physico-chimiques et organoleptiques permettant le classement des huiles en différentes catégories [4]. Cette qualité est influencée par plusieurs facteurs, tels que les techniques culturales, l'apport hydrique, la période de récolte, les techniques d'extraction et les conditions de stockage [5].

L'huile d'olive est souvent sujet à l'adultération. Cette pratique consiste à mélanger de l'huile d'olive avec d'autres huiles végétales raffinées moins chères, altérant ainsi sa qualité et sa valeur nutritionnelle. Face à cette problématique, ce travail se propose d'explorer la caractérisation de l'huile d'olive et des méthodes pour détecter quelques fraudes.

Le premier objectif de ce travail, est de caractériser les paramètres physico-chimiques des échantillons d'huile d'olive collectés de différentes régions de la wilaya de Bejaia, et des huiles végétales (soja, colza, tournesol) commercialisés. Les paramètres analysés incluent la teneur en eau, la densité, l'indice de réfraction, coefficient d'extinction molaire à 232 nm et 270 nm, l'indice d'acide, ainsi que la teneur en polyphénols totaux, flavonoïdes totaux et pigments (chlorophylles, caroténoïdes).

Le second objectif de ce travail, est d'élaborer un modèle mathématique utilisant la méthode de la chimiométrie afin de détecter l'authenticité des huiles d'olive à partir des données spectrales UV et IRTF.

Ce manuscrit comprend trois chapitres :

- Le premier chapitre est dédié à une étude bibliographique. Elle couvre des généralités sur l'huile d'olive et des huiles végétales étudiées, ainsi que la problématique de

## Introduction générale

---

l'authenticité de l'huile d'olive. Le chapitre I se termine par quelques notions sur la méthode chimométrique utilisée dans notre étude.

- Le deuxième chapitre est consacré à la description du matériel utilisé et des modes opératoires suivis.
- Le troisième chapitre englobe les résultats obtenus dans cette étude.

L'étude se termine par une conclusion générale résumant les principaux résultats de ce travail.

# *Chapitre I*

## *Synthèse bibliographique*

## Chapitre I

### Synthèse bibliographique

#### I.1. L'Olivier et l'Olive

##### I.1.1. Historique de l'olivier

L'histoire de l'olivier se confond avec celle des civilisations qui ont vu le jour autour de bassin méditerranéen. Ainsi, l'olivier et son huile occupent une place prépondérante dans la culture et le patrimoine des grandes civilisations antique [6].

L'olivier est le premier des arbres rapporté par la bible. Mais l'olivier été déjà présent bien avant que l'homme n'apparaisse sur la planète [7].

L'olivier béni est l'un des arbres qui produit l'huile depuis 14ème siècle et par lesquels Dieu, béni et exalté soit-il, a juré dans son livre saint (coran), et il est inutile de prêter serment à ses serviteurs, lorsqu'il a dit :

والتين و الزيتون(1) و طور سنين(2) و هذا البلد الامين(3)

"Par le figuier et l'olivier! {1} Et par le Mont Sînân! {2} Et par cette Cité sûre! {3} "

Notre Seigneur, béni et exalté soit-il, a loué les olives et leur huile dans six autres endroits du Saint Coran (Sourate « El-Mouaminon, verset 20 », Sourate « E'Noure, verset 35 »), (sourate "el nahl", verset 11), (sourate "el anam", verset 99 et 141), (sourate "Abasa", verset 29).

Selon la légende, c'est Isis, femme d'Osiris, qui aurait enseigné aux égyptiens la technique d'extraction de l'huile.

En Algérie, l'olivieraie n'a pas retrouvé son deuxième souffle d'adaptation aux nouvelles techniques de production, a l'instar de ses deux pays voisins (Tunisie et Maroc) qui ne cessent de renouveler les techniques de plantation sur des nouvelles bases de l'oléiculture ou la rentabilité est prise en considération [8].

##### I.1.2. L'oléiculture

###### I.1.2.1. L'oléiculture dans le monde

Il est montré que l'origine de l'olivier se situe en Asie mineure où il est très abondant. La zone de culture de ce dernier est très étendue allant de la Syrie à la Grèce, bien que d'autres hypothèses la situent dans la basse Egypte, en Ethiopie, dans les montagnes de l'atlas et dans certaines régions de l'Europe [9]. À partir du VIème siècle avant J-C, la culture de l'olivier s'est étendue sur tout le bassin méditerranéen en passant par l'Algérie, la Tunisie, la

Tripolitaine, la Sicile et à l'Italie méridionale. En effet, la propagation de l'olivier est tenue par les romains dans tous les pays côtiers de la Méditerranée (Espagne, Italie, Grèce...). La culture de l'olivier s'est étalée en dehors du bassin Méditerranée vers l'Amérique. En 1560, la culture de l'olivier s'est diffusée dans le sud au Pérou, en Argentine, au Chili, en Uruguay, et dans le Nord - zones côtières du Mexique et des États-Unis - où il a trouvé son environnement idéal dans l'État de Californie. Au cours des périodes plus récentes, l'olivier a poursuivi son expansion au-delà de la Méditerranée, s'implantant dans des régions fortement éloignées de son lieu d'origine comme l'Afrique du Sud, le littoral australien, la Nouvelle-Zélande et la Chine (Figure I.1) [10].



**Figure I.1:** Diffusion géographique des aires oléicoles dans le monde [11].

## I.1.2.2. L'oléiculture dans l'Algérie

L'oléiculture est la première richesse arboricole de l'Algérie. Elle constitue une source de subsistance pour de nombreuses familles. L'oliveraie occupe 45% du verger arboricole total et compte 32 millions d'arbres dont 80% sont destinés à la production d'huile d'olive [12]. L'oliveraie algérienne se répartit sur trois zones importantes : la zone de l'ouest représentant cinq Wilayas (Tlemcen, Aïn Temouchent, Mascara, Sidi Belabbes, et Relizane. Cette zone représente 16,40% du verger oléicole national. la région centrale du pays détient la plus vaste superficie avec 57,5% du verger oléicole national répartis entre Aïn Defla, Bouira, Tizi Ouzou, Bejaia, Boumerdes et Blida. La région de la Kabylie (Bouira, Tizi Ouzou, Bejaia) détient la 44e de la superficie oléicole nationale. La région Est détient une superficie de 26,1% du patrimoine national, répartis entre Jijel, Skikda, Mila et Guelma. Malgré l'importance du

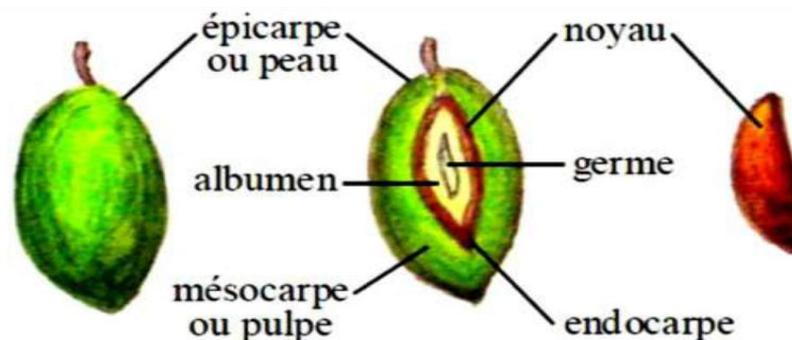
patrimoine oléicole qui constitue 44e du verger arboricole national, cette culture ne génère que 4% des besoins du marché en matière grasse végétale. De ce fait le recours aux importations d'huiles de graines est important [13].



**Figure I.2:** Répartition de la zone oléicole en Algérie [14].

### I.1.3. Description de l'olive

L'olive est une drupe de forme ovale constituée d'un péricarpe (épicarpe et mésocarpe) et d'un endocarpe (noyau) [15]. La paroi du fruit est constituée de l'épicarpe (peau) solidement attaché à la pulpe (Figure I.3). A la maturation, l'épicarpe passe de la couleur vert tendre (olive verte), à la couleur violette ou rouge (olive tournante) puis à la coloration noirâtre (olive noire) [16,17].



**Figure I.3:** Différentes parties de l'olive [18].

### I.1.4 Composition chimique de l'olive

Le fruit d'olive est composé principalement d'eau, d'huile, de protéines, de minéraux (cendres), des composés hydrosolubles (sucres, phénols) et constitué en outre d'une fraction colloïdale insoluble (hémicellulose, celluloses). [19].

**Tableau I.1:** Composition chimique de l'olive (%) [19].

Compositions	Exprimé (%)
Eau	50 %
Huiles	22 %
Polyphénols	1.5 %
Protéines	1.5 %
Sucres	18 %
Cellulose	5.5 %

## I.2. Huile d'olive

### I.2.1. Définition

L'huile d'olive est considérée comme un jus de fruit obtenu à partir des olives, fruits de l'olivier, uniquement par des procédés mécaniques, dans des conditions thermiques notamment qui n'entraînent pas l'altération de l'huile et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration [20].

Selon le Conseil Oléicole International [21], « l'huile d'olive est l'huile provenant uniquement du fruit de l'olivier (*Olea europaea* L.) 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 ».

L'huile d'olive appartient à différentes catégories : l'olive étant une sorte de fruit, sa composition chimique dépend non seulement de l'action des enzymes biochimiques, mais aussi des conditions du processus d'extraction et de paramètres externes (comme le temps). Par conséquent, il existe différents types d'huile d'olive et leur composition chimique est très différente. Par conséquent, l'huile d'olive est classée par prix [22].

### I.2.2. Composition chimique de l'huile d'olive

Les constituants de l'huile d'olive sont souvent classés en deux catégories :

### I.2.2.1. Fraction saponifiable

Elle est constituée généralement de 98% à 99% de triglycérides, de 1% à 2% d'acides gras libres ainsi que de composés mineurs de nature glycéridique tels que les cires, les mono et diglycérides et les phospholipides [23,24].

#### ➤ Les acides gras

Les acides gras sont des paramètres de qualité et d'authenticité des huiles d'olives. Ils peuvent se présenter à l'état saturé, mono-insaturé ou polyinsaturé. Comparée à d'autres huiles végétales, l'huile d'olive est caractérisée par sa richesse en acides gras mono-insaturés principalement l'acide oléique qui représentent 55% à 83% [25-27]. L'huile d'olive est constituée aussi d'un pourcentage modéré d'acides gras polyinsaturés essentiels tels que l'acide linoléique et l'acide linoléique et d'acides gras saturés comme les acides palmitique et stéarique [28].

La teneur en acide gras de l'huile d'olive varie en fonction de la zone de production, l'altitude, le climat, la variété et le stade de maturation du fruit. Les limites de la composition en acides gras fixée par le COI sont représentées dans le tableau I.2 :

**Tableau I.2 :** Composition de l'huile d'olive en acide gras [21].

Acides gras	Formule brute	Limite de variabilité(%)
Acide myristique	C14:0	≤0,03
Acide palmitique	C16:0	7,5-20
Acide palmitoléique	C16:1n-7	0,3-3,5
Acide héptadécanoïque	C17:0	≤ 0,3
Acide héptadécénoïque	C17:1n-8	≤ 0,3
Acide stéarique	C18:0	0,5-5
Acide oléique	C18:1n-9	55-83
Acide linoléique	C18:2n-6	2,5-21
Acide $\alpha$ -linoléique	C18:3n-3	≤ 1,0
Acide arachidonique	C20:0	≤ 0,6
Acide gadoléique	C20:1n-9	≤ 0,4
Acide béhénique	C22:0	≤ 0,2
Acide lignocérique	C24:0	≤ 0,2

### ➤ Les triglycérides

Les triglycérides sont des esters d'acides gras et du glycérol. Les glycérides constituent le principal composant d'huile d'olive, environ 98% [29]. Les principaux triglycérides présents dans l'huile d'olive et par ordre d'importance quantitative on trouve, la trioléine 'OOO' dont le taux est très élevé (47,54 à 58,34%), la dioléopalmitine 'POO' (18,72 à 21,81%), la dioléolinoléine 'OOL' (15,10 à 20,96%), la palmitooléolinoléine 'POL' (3,16 à 6,94%) et la dioléostéarine 'SOO' (2 à 5%) [30].

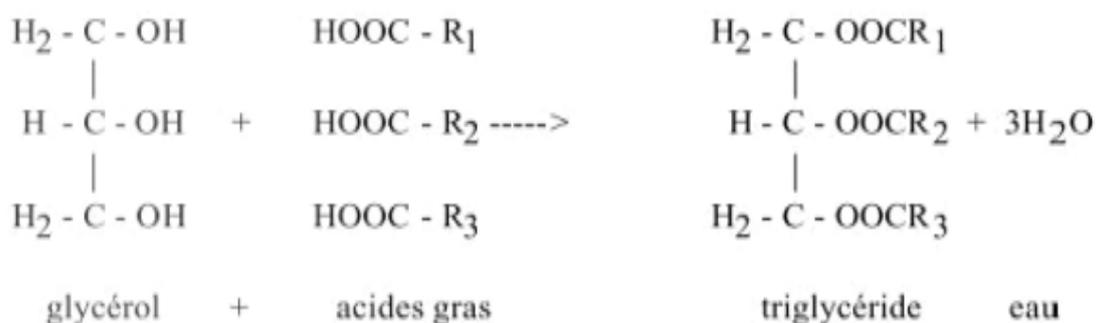


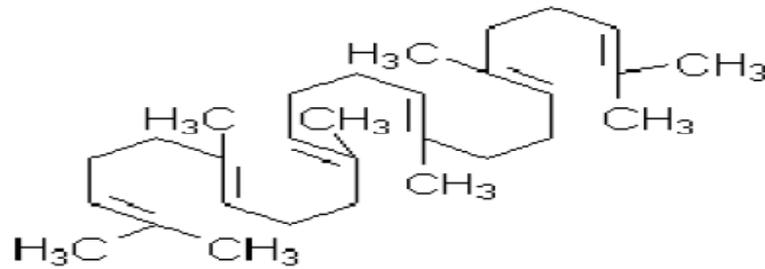
Figure I.4 : Synthèse de triglycéride [31].

### I.2.2.2. Fraction insaponifiable

En plus de la partie saponifiable, l'huile d'olives contient un grand nombre de composés (plus de 230 composés) qui ne sont présents qu'en très faible quantité, mais qui ont une grande importance pour la qualité et la stabilité d'huile et qui lui donnent ses vertus santé [32]. Les composants mineurs de l'huile d'olive représentent environ 2 % du poids de l'huile d'olive. Elle est constituée d'hydrocarbures, de stérols, de tocophérols et de pigments (chlorophylle, caroténoïdes) [33].

### ➤ Les hydrocarbures

Ce sont quantitativement les principaux composants de la fraction insaponifiable [6]. Deux hydrocarbures sont présents dans l'huile d'olive en quantités considérables, squalène qui est le composant majeur constitue 30 à 50 % de cette fraction et le  $\beta$ -carotène. La présence de squalène dans l'huile d'olive contribue probablement de manière significative aux effets de ce dernier sur la santé et de son action chimio-préventive contre certains cancers [34].



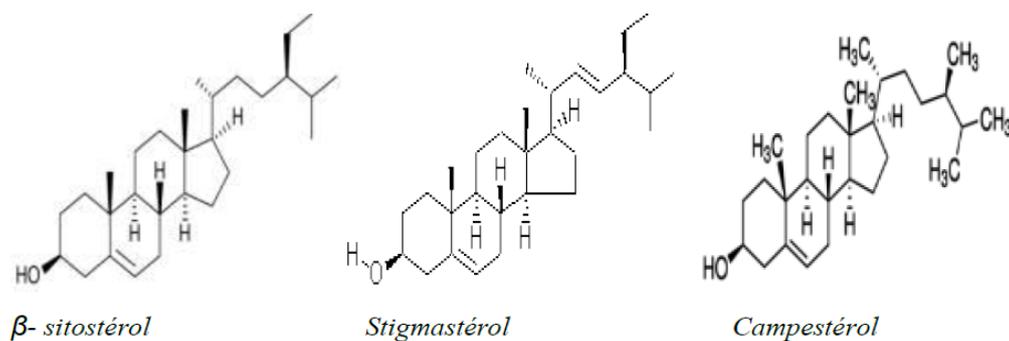
**Figure I.5:** Structure du squalène [35].

### ➤ Les Stérols

Les stérols sont des lipides nutritionnellement importants, associés à la qualité de l'huile [36]. Elles représentent les constituants majeurs de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive. Ils sont présents sous forme libre ou estérifiée avec les acides gras [37].

Le principal stérol est le  $\beta$ - sitostérol qui représente jusqu'à 90 à 95 % de tous les stérols présents. L'huile d'olive est la seule huile qui contient un taux particulièrement élevé en ce type de stérols [38].

Les stérols sont des composés importants pour la stabilité de l'huile puisqu'ils agissent comme inhibiteurs des réactions de polymérisation à température élevée et fournissent un important paramètre pour la détection d'adultération des huiles [39,40].



**Figure I.6 :** Principaux stérols de l'huile d'olive [41].

### ➤ Les Tocophérols

Les tocophérols, sont des composants importants dans l'huile d'olive. Ils ont l'atout d'être une vitamine (vitamine E) et contiennent une forte activité antioxydant en raison de leurs contribution à la stabilité oxydative et à la qualité nutritionnelle.  $\alpha$ -tocophérol est en relation

avec la qualité de l'huile, il représente 95% de la totalité des tocophérols, le mélange de 5% restant est constitué de  $\beta$  et  $\gamma$ -tocophérol [42].

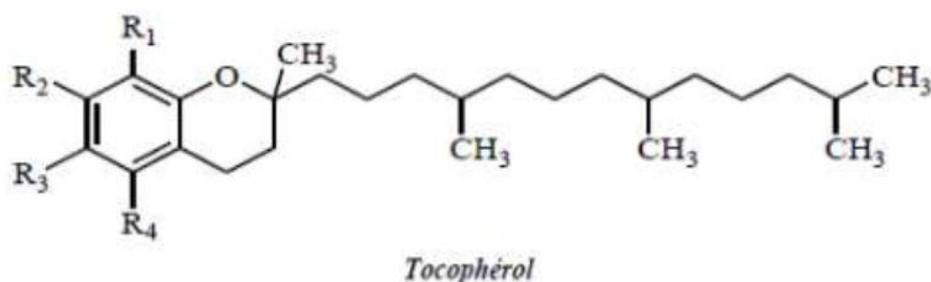


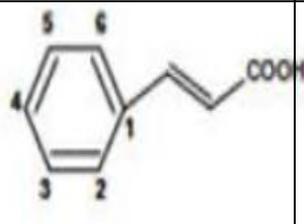
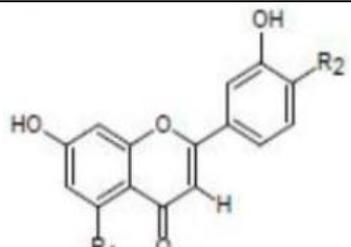
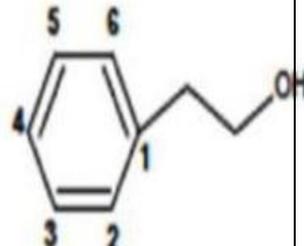
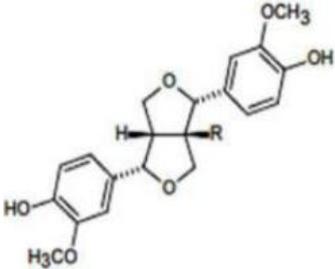
Figure I.7 : Structure générale d'un tocophérol [43].

➤ **Les composés phénoliques**

L'huile d'olive se distingue par sa richesse en composés phénoliques, parmi lesquels le tyrosol l'hydroxytyrosol et leurs dérivés sont les plus abondants. Ces composés phénoliques confèrent à l'huile d'olive ses propriétés antioxydants et sa valeur biologique. Contrairement à la plupart des autres huiles végétales, l'huile d'olive est particulièrement riche en composés phénoliques, tels que les acides et les alcools phénoliques, les flavonoïdes, les secoiridoïdes et les lignanes. La composition de la fraction phénolique de l'huile d'olive dépend de plusieurs facteurs, tels que la variété d'olive, les conditions environnementales, le degré de maturation des fruits lors de la récolte, la région de production, ainsi que les procédés d'extraction et de conservation de l'huile [44].

Tableau I.3 : Structures des composés phénoliques identifiés dans l'huile d'olive [45].

Composés	Structures générales	Composés	Structures générales
<p><b>Acides benzoïques</b></p> <p>Acide vanillique</p> <p>Acide syringique</p> <p>Acide gallique</p> <p>Acide hydroxy-benzoïque</p>		<p><b>Secoiridoïdes</b></p> <p>Oleupéine</p> <p>aglycone</p> <p>Ligstroside</p> <p>aglycone</p> <p>Oleuropéine</p> <p>Forme dialdéhydrique de l'acide élénolique</p>	

Composés	Structures générales	Composés	Structures générales
<p><b>Acide <i>p</i>-Coumarique</b>  <b>Acideo-coumarique</b>                      Acide cafféique</p>		<p><b>Flavonoïdes</b>                      apigénine                      lutéoline</p>	
<p><b>Alcools phénoliques</b>                      Hydroxytyrosol                      Tyrosol</p>		<p><b>Lignanes</b>                      (+)-1-Acétoxypinoresinol                      (+)-Pinoresinol</p>	

➤ **Les pigments**

La couleur de l'huile d'olive est déterminée par la présence de chlorophylles et de caroténoïdes, qui lui donnent des teintes vertes et jaunes respectivement. Cette couleur est influencée par plusieurs facteurs tels que le cultivar d'olive utilisé, le degré de maturation des olives, la région de production, le processus d'extraction de l'huile et les conditions de stockage [46].

**a) Les chlorophylles**

Les chlorophylles sont des substances responsables de la nuance verdâtre caractéristique des huiles d'olive [47]. Elles possèdent une action pro-oxydante en présence de la lumière. En absence de la lumière, ces composés jouent un rôle antioxydant [48].

**b) Les caroténoïdes**

Les Caroténoïdes sont des composés terpéniques très conjugués. Ils sont impliqués également dans les mécanismes d'auto oxydation. Ils sont responsables des colorations rouge, orange et jaune des fruits et légumes. Le pigment caroténoïde le plus retrouvé dans l'huile d'olive est le β-carotène (Provitamine A), qui présente une action vitaminique et antioxydant [49,50].

### **I.2.3. Propriété physicochimique des huiles d'olive**

#### **I.2.3.1. Teneur en eau (Humidité)**

Le pourcentage d'humidité dans une huile nous informe du risque d'une hydrolyse des triglycérides (altération hydrolytique) qui conduit à la libération d'acides gras libres dix fois plus sensibles à l'oxydation que lorsqu'ils sont sous forme liés. Plus le taux d'humidité est élevé, plus ce risque est important [51].

#### **I.2.3.2. Densité**

La densité est considérée comme un critère physique qui permet de contrôler la pureté d'une huile. Selon (*KARLESKIND, 1992*) [52], la densité d'une huile renseigne sur le groupe systématique auquel elle appartient. La densité d'une huile est influencée par sa composition intrinsèque, la longueur de la chaîne hydrocarbonée ainsi que l'insaturation de ses AG constitutifs. La densité de l'huile est fonction non seulement de l'insaturation, mais aussi de son état d'oxydation ou de polymérisation. Elle dépend de sa température et sa composition chimique.

#### **I.2.3.3. Indice de réfraction**

L'indice de réfraction est considéré comme un critère de pureté d'une huile. Il varie en fonction de la longueur d'onde de la lumière incidente ainsi qu'en fonction de la température à laquelle l'analyse se fait. Cet indice est proportionnel au poids moléculaire des acides gras ainsi qu'à leur degré d'insaturation [53].

#### **I.2.3.4. Coefficients d'extinction spécifique**

L'absorbance dans (UV) est l'une des méthodes d'évaluation de l'état d'oxydation de l'huile d'olive. Les méthodes UV reposent sur la détermination des coefficients d'extinction à 232 et à 270 nm, qui correspond aux maximums des diènes et des triènes conjugués résultant de la décomposition de l'huile [54]. Le coefficient d'extinction spécifique à 232 nm est lié à l'oxydation primaire de l'huile, tandis que K270 est lié à des produits d'oxydation secondaire, des composés carbonylés (aldéhydes et cétones) [55].

#### **I.2.3.5. L'acidité libre (%)**

L'acidité de l'huile d'olive est évaluée par la quantité d'acides gras libres, exprimée, en gramme d'acide oléique par 100 g d'huile d'olive. Elle est apparue comme moyen simple et efficace pour l'évaluation qualitative et la classification par catégorie commerciale des huiles d'olive. Fraîchement extraite à partir d'olives saines et selon de bonnes pratiques de trituration, l'huile d'olive présente une très faible acidité. Dans le cas contraire et au cours du stockage, l'huile d'olive peut s'altérer et son acidité augmente suite à la libération d'acides gras par hydrolyse des triglycérides. Des huiles d'olive ayant une acidité supérieure à 3.3% ne sont pas comestibles, et doivent être raffinées [56].

### **I.2.4. Classification des huiles d'olive [57]**

#### **I.2.4.1. Les huiles d'olive vierges**

sont les huiles obtenues du fruit de l'olivier (*Olea europaea* L.) 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

Elles sont classées et dénommées comme suit selon **COI 2019**:

##### ➤ **Les huiles d'olive vierges propres à la consommation en l'état**

- **l'huile d'olive vierge extra** : huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,80 gramme pour 100 grammes;
- **l'huile d'olive vierge** : huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 2,0 grammes pour 100 grammes ;
- **l'huile d'olive vierge courante** : huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 3,3 grammes pour 100 grammes.

##### ➤ **Les huiles d'olive vierges qui doivent faire l'objet d'un traitement avant leur consommation**

L'huile d'olive vierge lampante est une huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est supérieure à 3,3 grammes pour 100 grammes.

#### **I.2.4.2. L'huile d'olive raffinée**

L'huile d'olive raffinée est obtenue à partir d'huiles d'olive vierges par des techniques de raffinage qui n'entraînent pas de modifications de la structure glycéridique initiale. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,30 gramme pour 100 grammes.

### **I.2.4.3. L'huile d'olive composée d'huile d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges**

Cette huile est constituée par le mélange d'huile d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges propres à la consommation en l'état. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 1,00 gramme pour 100 grammes.

### **I.2.4.4. L'huile de grignons d'olive**

Cette l'huile est obtenue par traitement aux solvants ou d'autres procédés physiques, des grignons d'olive, à l'exclusion des huiles obtenues par des procédés de réestérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature. Elle est commercialisée selon les dénominations et définitions ci-après :

#### **➤ L'huile de grignons d'olive brute**

Dont les caractéristiques physico-chimiques et organoleptiques correspondent à celles fixées pour cette catégorie par la présente Norme. Elle est destinée au raffinage en vue de son utilisation pour la consommation humaine ou destinée à des usages technique.

#### **➤ L'huile de grignons d'olive raffinée**

Est obtenue à partir de l'huile de grignons d'olive brute par des techniques de raffinage n'entraînant pas de modifications de la structure glycéridique initiale. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,30 gramme pour 100 grammes.

#### **➤ L'huile de grignons d'olive composée d'huile de grignons d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges**

Cette huile constituée par le coupage d'huile de grignons d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges propres à la consommation en l'état. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 1,00 gramme pour 100.

## **I.2.5. Etapes de production de l'huile d'olive**

### **I.2.5.1. Récolte des olives**

Elle s'effectue de différentes manières suivant la variété cultivée et les régions. Ainsi, les olives destinées à la table sont cueillies avant celles destinées à l'huilerie qui doivent attendre un degré de maturation plus avancé : la récolte des olives de table se déroule fin septembre alors que celle des olives noires réservées à la fabrication de l'huile bat son plein en décembre pour se terminer à la fin de l'hiver, vers la mi-février. Toutefois, la date exacte de la récolte correspondant au juste degré de maturité reste difficile à déterminer. Elle peut varier d'une région à l'autre et d'une année à l'autre [58].

### **I.2.5.2. Effeillage et lavage**

Au plus tôt après la cueillette, les olives destinées à la fabrication de l'huile sont débarrassés de toutes impuretés qu'elles soient d'origine végétale (les brindilles et les feuilles) ou poussières, pierres et d'autres matières solides. Ces impuretés peuvent augmenter le taux d'acidité des huiles et à en déprécier leurs qualités organoleptiques (odeur, saveur). Puis lavées l'eau froide [59]. Il s'agit d'une opération fondamentale pour éviter les problèmes suivants :

- Une interférence des terres avec la couleur et les autres propriétés organoleptiques (odeur, goût) de l'huile.
- Une baisse du rendement d'extraction, sachant que les terres accompagnant les olives absorbent près du quart (25%) de leur poids en huile.
- Une durée de conservation réduite de l'huile étant donné que certaines traces métalliques dans les terres est des catalyseurs de l'oxydation de l'huile.
- Une augmentation de la proportion des « fonds de pile » qui entravent une bonne séparation des phases liquides.

A défaut de disposer de laveuse appropriée pour le lavage des olives, ce dernier peut être effectué de manière statique, sur une aire cimentée [60].

### **I.2.5.3. Le Broyage**

La première étape nécessaire pour obtenir l'huile d'olive quel que sera la méthode de séparation à utiliser est broyage .le broyage aboutit à la formation d'une pâte, il se fait à l'aide d'un broyeur métallique : à marteaux, disques dentelés ou cylindres striés. L'usage de cisaillements appliqués durant le broyage déchire les membranes cellulaires et libère les globules d'huile. ces globules libres vont se réunir en formation des gouttes de taille très variable qui vont à leur tour entrer en contact direct avec la phase aqueuse provenant de l'eau de végétation; formant parfois des systèmes émulsionnés [61].

### **I.2.5.4. Malaxage**

Etape indispensable avant la séparation des différentes phases, le malaxage a pour but d'homogénéiser la pâte d'olive, et permet également la coalescence des gouttelettes d'huile [62]. Le malaxage est fondamental pour augmenter le rendement de l'extraction, son objectif est de briser l'émulsion huile/eau de sorte que les gouttelettes d'huile se rassemblent pour former des gouttes plus grosses [63].

### **I.2.5.5. Séparation des phases [55]**

Une fois la pâte d'olive est homogénéisée et la coalescence est effectuée, l'étape qui suit consiste à la séparation des deux phases, solide et liquide. Deux systèmes de séparation des phases sont adaptés: un système de presse et un système de centrifugation horizontale.

#### **➤ Séparation des phases liquides-solides**

La pâte malaxée va être ensuite centrifugée horizontalement dans le but de séparer les deux phases. La phase solide contient les restes des noyaux ainsi que la peau et la pulpe des olives dépourvue de son huile et la phase liquide contient de l'huile. La phase solide s'appelle "grignons" et constitue l'un des deux principaux coproduits de la fabrication de l'huile d'olive.

#### **➤ Séparation des phases liquides-liquides**

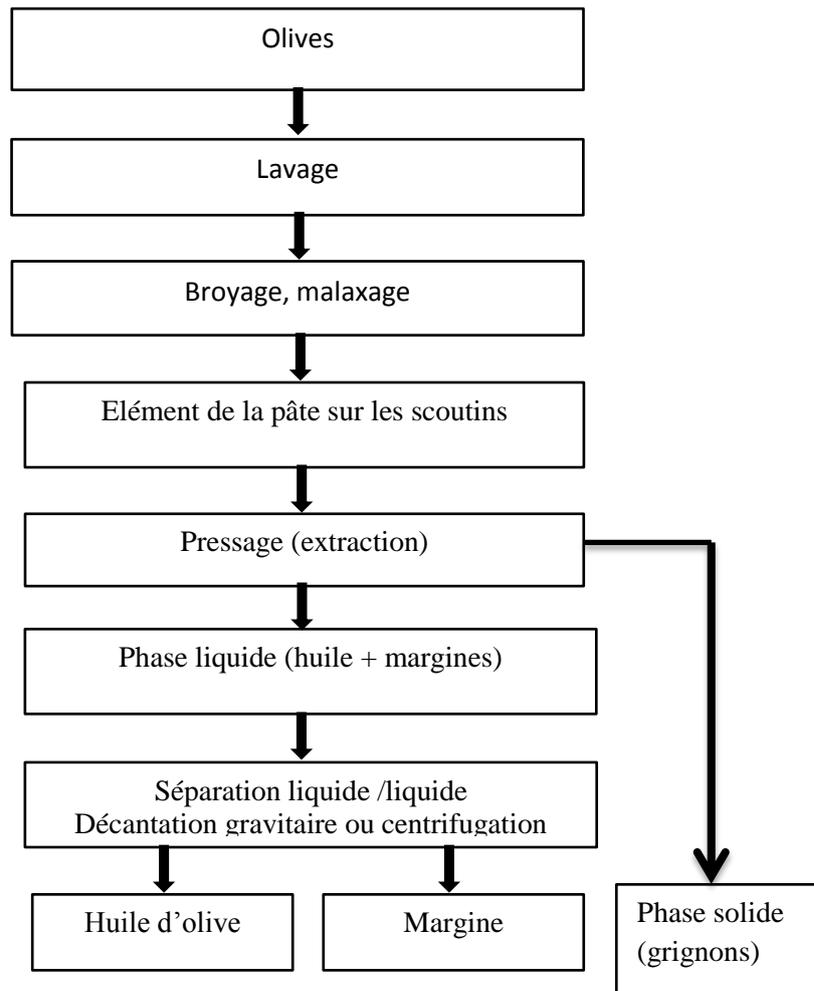
La phase liquide est un mélange d'eau et d'huile qu'il faut séparer. Cela se fait soit par une simple décantation gravitationnelle, soit par une centrifugation. La phase séparée de l'huile constitue le second coproduit de la fabrication de l'huile d'olive. Cette phase aqueuse est appelée "margines".

### **I.2.5.6. Extraction d'huiles d'olive**

La technologie d'extraction a beaucoup évoluée, la matière première en l'occurrence l'olive, doit être conditionnée et préparée en suivant certaines étapes mécaniques. La qualité finale de l'huile d'olive dépend de la mise en œuvre correcte de ces phases [55] L'extraction d'une huile d'olive doit être faite à froid, dans l'intérêt de garder la qualité nutritionnelle (phénols, les tocophérols, etc) et la qualité sensorielle de l'huile. Ainsi elle permet de maintenir une qualité plus élevée de graisse (17 à 30%), en particulier l'acide oléique et l'acide gras mono-insaturé. L'extraction d'huile d'olive consiste à séparer le moût d'huile et les grignons. Cependant le rejet des margines ou eaux de végétation est un problème écologique majeur durant la production d'huile d'olive [64-66].

➤ **Procédé discontinu ou système à presse**

C'est une méthode artisanale qui nécessite une main d'œuvre très abondante, avec un bon rendement. Toutefois elle présente des risques de dégradation de la qualité d'huile [67]. L'extraction est effectuée par des presses hydrauliques où la pâte est placée dans des doubles disques appelés « *scourtins* » puis pressée. La séparation des deux phases est faite par une simple décantation. Les sous-produits obtenus sont le grignon brut et le moût [68].



**Figure I.8:** Extraction par presse (méthode traditionnelle). [68]

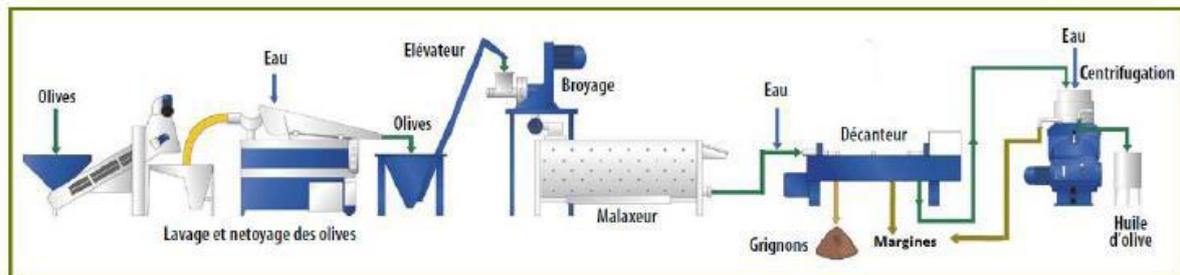
➤ **Procédé continu ou système à centrifugation (chaine continue)** [66]

Le système continu est apparu dans les années 70 avec l'application des nouvelles technologies d'extraction de l'huile d'olive. Cette conception moderne de l'extraction remplace le pressage traditionnel. Elle utilise des centrifugeuses horizontales appelée « *décanteurs* », qui permettent l'amélioration des rendements et la productivité des huileries.

Il existe deux systèmes :

- **Procédé continue à trois phases**

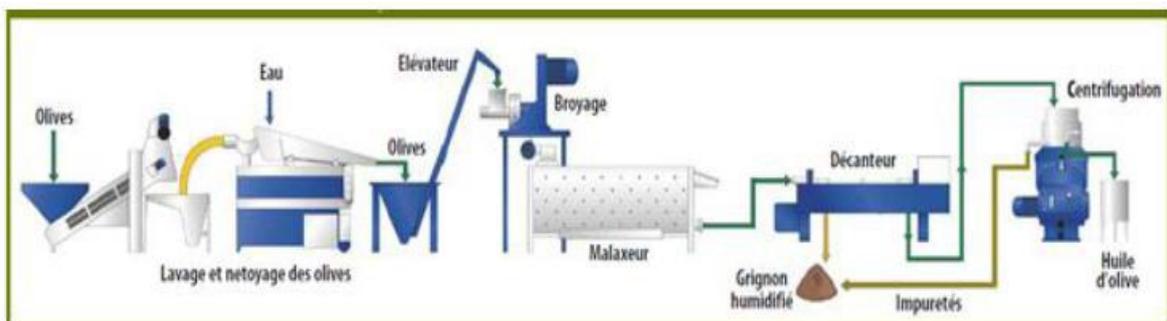
Après le broyage, la pâte est envoyée à l'aide d'une pompe doseuse à vitesse variable vers une centrifugeuse horizontale où se produit une séparation des trois phases (le grignon, huile et la margine) pour passer ensuite dans des centrifugeuses verticales finales, pour séparer l'huile des margines (Figure I.9). L'inconvénient majeur de ce type de système est la consommation de grandes quantités d'eau. Entraînant une pollution plus importante.



**Figure I.9 :** Chaîne continue à trois phases pour l'extraction d'huile d'olive [66].

- **Procédé continue à 2 phases procédé écologique**

Depuis 1991, il existe des procédés industriels d'extraction en continue à 2 phases (Figure I.10) qui limitent la production de margines. Ce procédé ne nécessite pas ou peu d'injection d'eau. Ce système appelé également système écologique, utilise une seule centrifugeuse permettant de séparer l'huile et les grignons humidifiés par les eaux de végétation provenant de l'olive.



**Figure I.10 :** Chaîne continue à deux phases pour l'extraction d'huile d'olive [66].

### I.2.6. Les facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive

Les propriétés organoleptiques de l'huile d'olive vierge dépendent de divers facteurs à savoir la variété, les conditions climatiques, les techniques culturales et les facteurs technologiques. Toutes ses opérations reflètent sur les produits finaux et justifient le prix de l'huile d'olive de qualité.

### **I.2.6.1. L'effet du climat**

Le climat délimite les zones de culture de l'olivier. Elles exercent une influence sur la maturation du fruit et donc sur la composition chimique et la qualité de l'huile [69]. Les précipitations affectent la composition en acides gras et des composés phénoliques dont le rôle sur les caractéristiques organoleptiques et la qualité de l'huile est significatif [47].

### **I.2.6.2. L'effet de l'altitude**

Les olives cultivées dans différentes zones géographiques présentent des caractéristiques différentes. Ainsi, la qualité de l'huile d'olive affectée par l'altitude, notamment sa composition en acide gras. De même, elle présente un effet sur l'acidité, l'indice de peroxyde et la teneur en polyphénols [48].

### **I.2.6.3. L'effet du sol**

L'environnement physique d'implantation, la nature du sol, son PH et sa composition chimique peuvent avoir une incidence sur la qualité de l'huile résultante. En général, les terres grasses produisent des huiles moins aromatiques que les terres maigres avec des arbres moins productifs. De plus, les huiles provenant des sols calcaires ont une acidité plus base que celles des sols argileux [70].

### **I.2.6.4. Effet des ravageurs**

Les insectes ravageurs tel que *Bactrocera oleae* ont une action nuisible qui peut intervenir sous différentes formes et notamment par la destruction ou la détérioration des olives. Ces insectes ravageurs peuvent affecter l'huile d'olive et les olives [71].

### **I.2.6.5. Effet du cultivar**

Le cultivar joue un rôle important sur la qualité de l'huile d'olive. Il agit sur les caractéristique du fruit (taille, rapport pulpe/noyau, cycle de maturation) et sur les constituants principaux et secondaires de l'huile [72]. Chaque variété donnera une huile d'olive avec un profil sensoriel qui lui est propre.

### **I.2.6.6. Effet de la récolte et du stade de maturation**

Le degré de maturité des olives au moment de la récolte est un facteur important qui influe sur la qualité de l'huile d'olive obtenue. Le stade de maturation des olives influence la qualité de l'huile et sa composition, à stade vert, les olives sont peu riches en huile et en composés phénoliques [73]. A stade noir favorise la chute des olives, ces derniers donnent des huiles

moins aromatisées, moins riches en composés phénoliques à activité antioxydant. Les olives ont tendance à être plus acides en fonction du temps de séjour sur le sol, et absorbent des odeurs étrangères [70]. L'époque optimale de récolte doit être déterminée pour chaque variété d'olive et par région oléicole. La méthode de cueillette est l'un des facteurs ayant une incidence sur la qualité de l'huile; la récolte au sol des olives tombées subissent des lésions qui facilitent la pénétration et le développement des microorganismes ce qui conduit à la dégradation de la qualité de l'huile d'olive qui se traduit par une augmentation de l'acidité [74].

### **I.2.6.7. Effet du Transport et du stockage des olives**

Les olives sont généralement logées dans des sacs en jute ou en nylon, l'entassement des sacs les uns sur les autres, provoque des blessures des olives ce qui conduit au déclenchement de processus biologiques responsables de la détérioration de la qualité de l'huile [70]. Plus le temps de stockage est long et plus l'acidité libre tend à augmenter, ce qui agit sur la qualité organoleptique des huiles produites, après la récolte et avant le broyage, les olives ne doivent pas être stockées pendant plus de 24 à 48 heures [10,75].

### **I.2.7. Condition de stockage et de conservation de l'huile d'olives**

L'huile d'olives peut être stockée pendant plusieurs mois, durant son stockage, l'huile d'olive peut subir des changements organoleptiques caractérisés par l'augmentation de l'acidité (due à l'action des lipases) et le développement des réactions de rancissement. Pour cela, (Benlemlih et Ghanam 2012) [46] ont rapporté qu'un ensemble de précautions doit être mis en place pour le stockage de l'huile d'olive :

- Les réservoirs ou tambours pour le stockage devraient être construits en matière inerte et imperméable à l'huile ;
- L'huile doit être abritée de l'air, de la lumière, et de la fluctuation de la température ;
- L'huile doit être conservée à l'intérieur de la chambre de stockage, si le stockage a lieu à l'extérieur, les réservoirs doivent être revêtus d'un revêtement extérieur pour éviter les changements extrêmes de température ;
- L'huile doit être stockée à une température entre 12-18°C, évitant à la fois le chauffage et le gel. Sinon, l'huile devient blanchâtre, relativement solide, avec un dépôt formé par la cristallisation partielle des triglycérides et des acides gras saturés au cours de l'hiver (à une température inférieure à 10°C) ; Les températures supérieures à 22-25°C doivent également être évitées car elles accélèrent les modifications

biochimiques et les phénomènes d'oxydations qui peuvent conduire au rancissement de l'huile d'olive.

### **I.2.8. Les effets bénéfiques de l'huile d'olive sur la santé**

L'huile d'olive est l'une des bases de la gastronomie méditerranéenne, des études récentes ont confirmé les bienfaits de l'huile d'olive pour la santé humaine. Sa richesse en acides gras insaturés, principalement l'acide oléique, en antioxydants (polyphénols), en vitamine E et autres constituants, réduit le risque des maladies cardiovasculaires, le taux du mauvais cholestérol (LDL) dans le sang de 13% tandis qu'elle augmente le taux des HDL (bon cholestérol) et protège contre la formation de cellules cancérigènes. Cette action est due à la haute teneur en acide gras mono-insaturés [76,77].

Grâce à ses propriétés digestives, L'huile d'olive est utilisée dans le traitement des troubles gastriques, biliaires et constipation [78]. De plus, la présence de la vitamine E dans l'huile augmente l'espérance de vie et joue un rôle biologique positif qui permet le déplacement des radicaux libres, des molécules impliquées dans certaines maladies chroniques, dans le processus de vieillissement et contre la perte de mémoire liée à l'âge [79]. Tous les effets bénéfiques de la consommation d'huile d'olive ne sont pas dus à l'acide oléique, d'autres composants secondaires ont des effets bénéfiques sur la santé humaine selon (Leon Carralafuente 2003) [80]:

- **Les composés aromatiques** : donnent à l'huile d'olive des effets antimicrobiens ;
- **Les hydrates de carbones (les squalènes)** : jouent un rôle protecteur dans le développement des tumeurs ;
- **Les tocophérols (la vitamine E)** : sont des antioxydants qui jouent un rôle important dans la réduction du risque cardiovasculaire ;
- **Les phénols** : ont un effet inhibiteur sur une enzyme impliquée dans le développement du cancer ; également considérés comme des anti-inflammatoires.

### I.3. Généralité sur les huiles alimentaires

#### I.3.1. L'huile de soja

##### I.3.1.1. La plante de soja

La plante est annuelle, herbacée, dressée, et peut atteindre une hauteur de 1,5 m. La gousse est droite ou légèrement courbée, d'une longueur de deux à sept cm. Elle est formée par les deux moitiés du carpelle, soudées le long de leurs bords dorsal et ventral [81].

##### I.3.1.2. La graine

Les graines ont une forme sphérique à ovale (on a des graines sèches qui sont utilisées pour l'extraction de l'huile, et des graines fraîches pour la consommation comme légume) [82].



Graine fraîche

Graine sèche

**Figure I.11** : graine de soja [82].

##### I.3.1.3. Définition de l'huile de soja

L'huile de soja est fluide et d'un couleur jaune plus ou moins foncé suivant la nature des graines et les procédés d'extraction. Fraîche, elle a une saveur assez prononcée d'haricot qui s'atténue peu à peu. Elle est riche en acides gras polyinsaturés et notamment en acide gras essentiel alphalinoléique. Elle est recommandée pour les assaisonnements [83].

##### I.3.1.4. Composition de l'huile de soja

###### ➤ Composition en acides gras

La teneur en acides gras dans l'huile de soja est présentée dans le tableau I.4 :

**Tableau I.4 :** Composition en acides gras de l'huile de soja [80].

Acide gras	Symbole	Pourcentage en poids (%)
Laurique	12 :0	4.5
Mirystique	14 :0	4.5
Palmitique	16 :0	11.6
Stéarique	18 :0	2.5
Oléique	18 :1	21.1
Linoléique	18 :2	52.4
Linoléique	18 :3	7.1

➤ **Autres constituants L'huile de soja**

Contient des constituants mineurs qui sont cités dans le tableau I.5 :

**Tableau I.5 :** Constituants mineurs de l'huile de soja [84].

Nature	Composé
Lipides	Phosphatides hydratables et non hydratables. Glycérides partiels. Acides gras libres.
Glucidique.	Sucres libres et glycolipides
Ions métalliques	Fer(Fe), cuivre(Cu), Calcium, Magnésium.
Pigments colorants	Caroténoïdes, chlorophylle et autres pigments.
Produit oxydés	Aldéhydes, cétones, peroxyde
Autres	Composés odorants Matières insaponifiables (hydrocarbures, alcools triterpéniques, stérols) Tocophérols

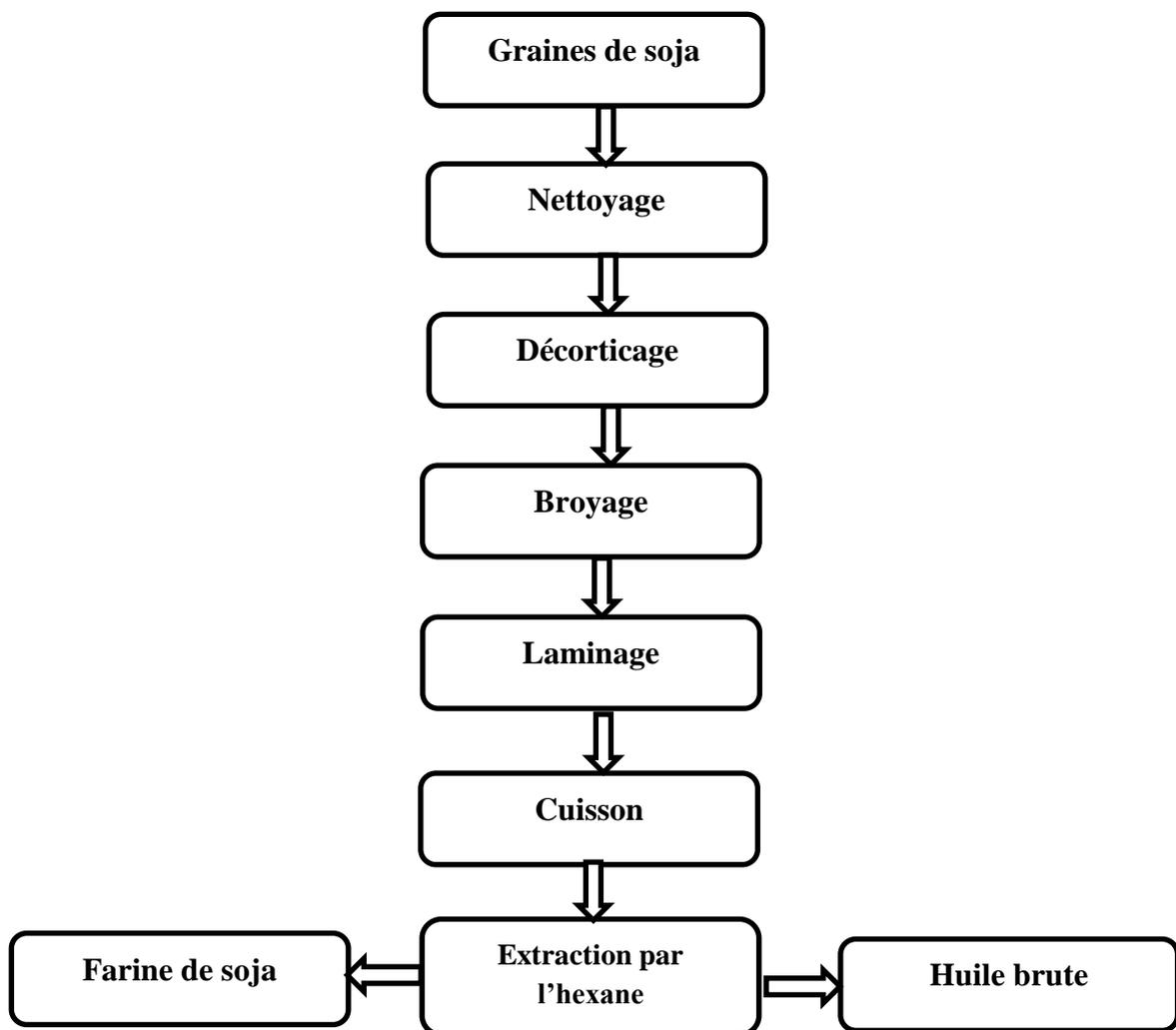
**I.3.1.5. L'extraction de l'huile brute de soja**

Le soja a une faible teneur en huile (environ 20 %). L'extraction de cette dernière se fait alors par un solvant qui se mélange avec les flocons à contre-courant. Le solvant le plus utilisé est

l'hexane en raison de sa basse température d'évaporation (63 à 69°C), sa stabilité élevée et le meilleur rendement d'extraction [85].

La phase de préparation des graines (nettoyage, décorticage, broyage et laminage) est la première étape de l'extraction [86]. ainsi les flocons obtenus peuvent subir une hydrolyse enzymatique ou un chauffage pour faciliter l'opération. Après extraction de l'huile brute, l'hexane sera ensuite séparé par distillation et récupéré par condensation afin d'être réutilisé. [87].

Les résidus d'extraction (tourteaux et farines) sont utilisés pour l'alimentation animale, tandis que l'huile brute destinée à l'alimentation humaine sera ensuite purifiée [88]. Le procédé d'extraction de l'huile brute de soja est schématisé dans la figure I.12 :



**Figure I.12 :** Procédé d'extraction de l'huile brute de soja [89]

### I.3.2. Huile de colza

#### I.3.2.1. La plante de colza

Le colza ou *Brassica napus* est une plante oléagineuse de la famille des Brassicaceae anciennement appelé famille des crucifères. Cette importante famille du règne végétal regroupe des plantes dicotylédones. Elle comprend 3200 espèces qui correspondent essentiellement à des plantes herbacées cultivées principalement pour la production d'huile, pour l'alimentation humaine et animale ou comme plantes d'ornement. Parmi les espèces des Brassicaceae on retrouve le chou, la moutarde, le navet. [90]. La plante de colza est largement cultivée en Europe, au Canada et en Chine [52].



**Figure I.13 :** Photographies du colza (a : Plante, b : Graines) [91].

#### I.3.2.2. Description de l'huile du colza

L'huile de canola représente environ 44% de la graine totale et est composé principalement de triacylglycérols (TAG), qui représentent pour 94 à 99% de l'huile totale [92]. Cette huile est principalement utilisée à des fins techniques telles que les biocarburants, mais elle est également importante pour l'industrie alimentaire. En raison de la composition bénéfique de ses acides gras, elle est de plus en plus vendue sous forme d'huile comestible [93].

#### I.3.2.3. Composition de l'huile de colza

La graine de colza est constituée de 40-45% d'huile. Cette huile est constituée de triglycérides qui contiennent des acides gras mono-insaturés à longue chaîne ((20 :1) et (22 :1) en position 1 et 3). Elle est constituée aussi des autres composés insaponifiables (tels que les stérols, tocophérol,...).

➤ **La composition de l'huile de colza en composés insaponifiables**

La composition de l'huile de colza en composés insaponifiables est détaillée dans le tableau I.6 :

**Tableau I.6:** Composition de l'huile de colza par les composés insaponifiables [52].

Insaponifiable de 0.7 à 1.8%			
Sterols (en mg/100 g) Composition des sterols (en % des sterols totaux)	<b>540-580</b>	Tocopherols en mg/100g Composition des tocopherols en % des tocopherols totaux).	<b>60-87</b>
Cholesterol	<b>&lt;4</b>	Alpha tocopherol	<b>25-38</b>
Brassica	<b>13-17</b>	beta tocopherol	<b>0-5</b>
Compestrol	<b>28-40</b>	gamma tocopherol	<b>62-70</b>
		Delta tocopherol	<b>0-6</b>

➤ **Composition de l'huile de colza en acides gras**

Les acides gras mono-insaturés à longue chaîne carbonée, l'acide eicosénoïque (C 20:1) et l'acide érucique (C 22:1) caractérisent les huiles de colza. Les acides oléique et linoléique présentent environ 80% du total des acides gras de l'huile de colza érucique.

La proportion des acides gras principaux de l'huile de colza est indiquée dans le tableau I.7 :

**Tableau I.7** : Composition de l'huile de colza en acides gras [52].

Nature d'acide gras	Teneur total %
Acide palmitique (C 16:0)	3 – 4
Acide stéarique (C 18:0)	1 – 2
Acide oléique (C 18:1)	9 – 16
Acide linoléique (C 18:2)	11 – 16
Acide linoléique (C 18:3)	7- 12
Acide arachidique (C 20:0)	/
Acide eïcosénoïque (C 20:1)	7- 13
Acide érucique (C 22 : 1)	41 – 52

### I.3.3. L'huile de tournesol

#### I.3.3.1. Description de la plante de tournesol

Helianthus Annus, connue sous le nom de tournesol, appartient à la famille des composés Astéracées et au genre Helianthus, originaire d'Amérique du nord, où il fut traditionnellement cultivé par les indiens. Le tournesol, fait son apparition au 16eme siècle [94]. Il doit son nom à la propriété de sa fleur qui est jaune et qui se tourne vers le soleil, et dont les graines fournissent une huile comestible [95].

#### I.3.3.2. Définition

L'huile de tournesol est de couleur jaune pâle, sans gout, sa teneur en acide gras insaturé est élevée sauf pour quelques-uns comme : l'acide linoléique (C18 :2) qui est produit sous un climat tempère, sa teneur varie entre 60 et 70%, l'acide oléique (C18 :1) sa teneur environ 20% et l'acide linoléique (C18 :3) de teneur inferieur a 1% [96].

#### I.3.3.3. Les compositions de l'huile de tournesol

##### ➤ Constituants majeurs

Comme toutes les huiles végétales, l'huile de tournesol est constituée majoritairement de triglycérides (97 à 98%), et elle est classée parmi les huiles hautement polyinsaturées grâce à sa richesse en acide linoléique C18 :2 (62 -70%) et en acide oléique C18 :1 (15 – 25%) [52]. La composition en acide gras est donnée dans le tableau I.8 :

**Tableau I.8** : Composition des acides gras de l'huile de tournesol [52].

Acide gras	Nature	Acide gras totaux (%)
Acide palmitique	C16 :0	5-7
Acide palmitoléique	C16 :1	≤ 0,4
Acide stéarique	C18 :0	4-6
Acide oléique	C18 :1	15-25
Acide linoléique	C18 :2	62-70
Acide linoléique	C18 :3	≤ 0,2
Aide arachidique	C20 :0	<1
Acide gadoléique	C20 :1	<0.5
Acide béhénique	C22 :0	0

### ➤ Constituant mineurs

La variété restante de la composition de l'huile de tournesol est représentée par les tocophérols (vitamine E) qui ont des propriétés anti oxydantes, les phytostérols et qui ont des propriétés hypocholestérolémiantes et les hydrocarbures (squalane). L'huile de tournesol contient des teneurs élevées en tocophérols (l' $\alpha$ -tocophérol représente 80% de tocophérol de l'huile) et en phytosterols qui est représenté par betasitosterol avec 60%, comme elle contient aussi des hydrocarbures a faible quantité [97].

# *Chapitre II*

## *Matériels et méthodes*

---

## Chapitre II

### Matériels et méthodes

#### II.1. Introduction

La caractérisation précise des huiles végétales, notamment de l'huile d'olive, est d'une importance capitale dans divers domaines, allant de l'industrie alimentaire à la recherche scientifique. Ce chapitre se concentre sur les méthodes pratiques utilisées pour évaluer la qualité ces huiles.

Nous débuterons par une description sur le matériel et les appareillages nécessaires à ces analyses, avant d'examiner en détail les modes opératoires pour la caractérisation de l'huile d'olive et d'autres huiles végétales.

#### II.2. Echantillonnage

Dans le cadre de notre étude, nous avons examiné 12 échantillons de l'huile d'olive provenant de différentes zones de la wilaya de Bejaïa- Algérie, comme indiqué sur la figure II.1, de la campagne oléicole 2023-2024.

Parallèlement, nous avons également inclus d'autres huiles végétales telles que l'huile de tournesol, l'huile de colza et l'huile de soja, achetées sur le marché local, afin d'analyser et comparer leurs caractéristiques avec l'huile d'olive.

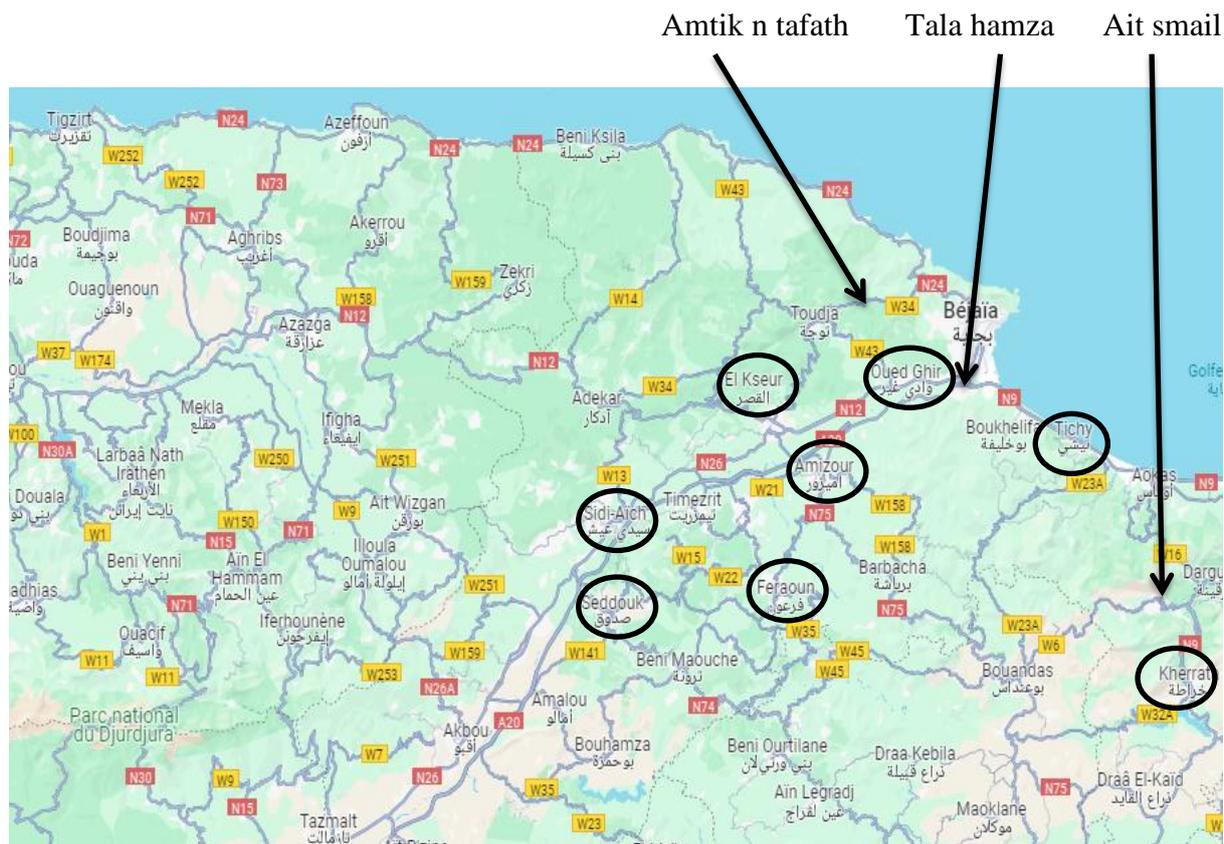


Figure II.1: Origine géographique des échantillons d’huile d’olive étudiés.

Le tableau II.1 résume les codes des différentes huiles végétales achetées :

Tableau II.1 : Codes des échantillons d’huile végétale.

Echantillon	code
Huile de colza (Fleurial)	C (F)
Huile colza Cevital	C-CEV
Huile de soja (Elio)	S (E)
Huile soja Cevital	S-CEV
Huile de soja (Sim)	S (S)
Huile de tournesol (Fleurial)	T (F)
Huile de tournesol Cevital	T-CEV

### II.3. Matériels utilisés

- Tubes à essais
- Fioles jugées de 25 ml, 50 ml, 100 ml
- Flacons
- Erlenmeyers
- Eprouvettes
- Burettes
- Boîtes de pétri
- Béchers
- Barreau magnétique
- Thermomètre
- Micropipette
- Pissette
- Pipette
- Pro-pipette
- Embouts
- Balance
- Dessiccateur
- Distillateur
- Plaque chauffante avec agitation
- Spatule
- Papier absorbant
- Papier aluminium
- Para-film
- Étuve
- Pycnomètre
- Réfractomètre

### II.4. Produits et réactifs chimiques

Les principaux réactifs utilisés dans notre étude sont présentés dans le tableau II.2 :

**Tableau II.2 :** Les réactifs utilisés lors des expériences.

Réactifs utilisés	Masse molaires (g/mole)	Pureté(%)	Formule chimique
Cyclohexane	84.16	99	$C_6H_{12}$
n-Hexane	86.18	95	$C_6H_{14}$
Chloroforme	119.38	/	$CHCl_3$
Éthanol	46	99.9	$C_2H_5OH$
Phénolphtaléine	/	/	$C_{20}H_{14}O_4$
Hydroxyde de potassium	56.11	/	$KOH$
Acide acétique	60.05	99.8	$C_2H_4O_2$
Iodure de potassium	166.01	99	$KI$
Thiosulfate de sodium	248.17	99.5	$Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$
Empois d'amidon	/	/	$(C_6H_{10}O_5)_n$
Acide chlorhydrique (HCl)			
Méthanol	32.04	99.9	$CH_4O$
Réactif de Folin-Ciocalteu	/	/	/
Carbonates de sodium	105.99	99.8	$Na_2CO_3$
Trichlorure d'aluminium	241.33	100	$AlCl_3$
Acide gallique	188.14	/	$C_7H_6O_5 \cdot H_2O$
Quercétine	302.24	95	$C_{15}H_{10}O_7$

### II.5. Préparation des solutions

- **Empois d'amidon** : Mélanger 0,5g d'amidon dans une petite quantité d'eau distillée, ensuite ajouter ce mélange à 50 ml d'eau distillée.
- **Thiosulfate de sodium** : On dilue 0,24g de thiosulfate de sodium dans 100 ml d'eau distillée.

- **Solution de Folin-Ciocalteu diluée** : Un volume de 1 ml de FC est additionné avec 9 ml d'eau distillée. La solution est stockée à l'abri de la lumière dans un réfrigérateur.
- **Solution de chlorure d'Aluminium hexa hydraté ( $\text{AlCl}_3, 6\text{H}_2\text{O}$ )** : On introduit dans une fiole de 100 ml une masse de 3,62 g (pesée à l'aide d'une balance précise à 1 mg) de chlorure d'aluminium, sous la hotte on ajoute une quantité de méthanol et on agite jusqu'à sa dissolution totale, puis on remplit jusqu'au trait de jauge.
- **Solution de carbonate de sodium ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )** : On introduit dans une fiole de 100 ml une masse de 7,5 g (pesée à l'aide d'une balance précise à 1 mg) de carbonate de sodium, on ajoute une quantité d'eau distillée et on agite jusqu'à sa dissolution totale, puis on remplit jusqu'au trait de jauge.
- **Solution méthanol-eau** : Dans une fiole de 100 ml, mettre 40 ml d'eau distillée et 60 ml de méthanol.

## II.6. Analyses physico-chimiques

### II.6.1. Teneur en eau et en matières volatiles (Humidité)

#### II.6.1.1. Définition

L'eau et les matières volatiles sont déterminées par la perte en masse, subit par le produit (huile) après chauffage à  $105^\circ\text{C}$ , pendant un temps suffisamment court pour éviter l'oxydation, mais suffisamment long pour permettre l'élimination total de l'eau et les produits volatils. Elle est exprimée en masse (%) [98].

#### II.6.1.2. Mode opératoire

2g de l'huile d'olive sont pesés dans une boîte de pétri déjà séchée et pesée, la boîte de pétri contenant l'échantillon à tester est laissé pendant une heure dans l'étuve réglée à  $103^\circ\text{C}$ . Après cette période, l'échantillon est laissé refroidir puis pesée, nous avons répétée l'opération jusqu' avoir un poids constant.



(A)

(B)

(C)

**Figure II.2:** Différentes étapes de la détermination du taux d'humidité de l'huile d'olive

### II.6.1.3. Méthode de calcul :

$$H\% = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100$$

Avec :

$m_0$ : Masse (g) de la boîte de pétri vide.

$m_1$  : Masse (g) de la boîte de pétri avec la prise d'essai avant le chauffage dans l'étuve.

$m_2$  : Masse (g) de la boîte de pétri avec la prise d'essai après le chauffage dans l'étuve.

## II.6.2. Densité

### II.6.2.1. Définition

C'est le rapport de la masse d'un certain volume d'huile à 20 °C, et la masse d'un volume égal d'eau distillée à la même température [99].

### II.6.2.2. Mode opératoire

A l'aide d'un pycnomètre on mesure la masse de ce dernier vide puis remplis d'eau et aussi remplis d'huile [100].

➤ Peser le pycnomètre propre vide et sec ( $m_0$ ) ;

- Peser le même pycnomètre remplie d'eau distillée ( $m_1$ ) ;
- Vider le pycnomètre et le faire sécher ;
- Peser le pycnomètre remplie d'huile d'olive ( $m_2$ ) ;
- Répéter la même opération avec tous les échantillons d'huile d'olive, figure II.3.

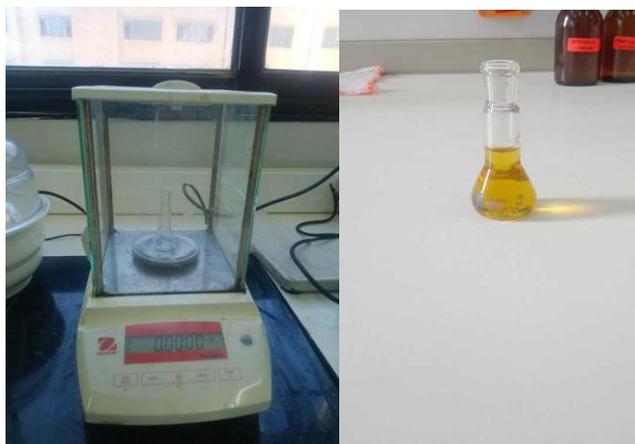


Figure II.3 : Détermination de la densité

### II.6.2.3. Méthode de calcul

La densité est donnée par l'expression suivante :

$$d = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0}$$

Avec :

$m_0$  : masse du pycnomètre vide.

$m_1$  : masse du pycnomètre remplis d'eau.

$m_2$  : masse du pycnomètre remplis d'huile.

### II.6.3. Indice de réfraction

L'indice de réfraction d'une huile 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 à huile à une température donnée [99].

### II.6.3.1. Mode opératoire

Quelques gouttes de l'huile à analyser ont été étalées sur la lame bien nettoyée du réfractomètre (figure II.4), ensuite le cercle de la chambre sombre et claire est réglé dans la moitié et effectuer la lecture des résultats [101].



Figure II.4 : Réfractomètre.

### II.6.4. Coefficients d'extinction spécifique

#### II.6.4.1. Définition

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 des hydroperoxydes et des produits secondaires d'oxydation, respectivement [56, 102].

#### II.6.4.2. Principe

Cette analyse permet de calculer les coefficients d'extinction  $K_{232}$  et  $K_{270}$  à partir de l'absorbance aux 232 et 270 nm qui correspondent au maximum d'absorption des hydro peroxydes et des produits secondaires d'oxydation respectivement [103].

#### II.6.4.3. Mode opératoire

L'extinction spécifique dans l'UV a été déterminée selon la méthode décrite par le Conseil Oléicole International COI [104].

Une prise d'essai de 0,25 g d'huile d'olive a été mise dans une fiole de 25ml et le cyclohexane a été ajouté jusqu'au trait de jauge. Les absorbances à deux longueurs d'ondes 232 et 270 nm ont été mesurée (spectrophotomètre UV-visible Thermo Scientific) (Figure II.5).



**Figure II.5:** spectrophotomètre UV-visible.

#### II.6.4.4. Méthode de calcul

Les extinctions spécifiques à 232 et 270 nm sont exprimées par les équations suivantes :

$$\mathbf{K(\lambda) = A(\lambda)/C \times L}$$

**K:** extinction spécifique à la longueur d'onde  $\lambda$ .

**A( $\lambda$ ):** absorbance à  $\lambda$  nm.

**C:** concentration de la solution en g/100ml.

**L :** épaisseur de la cuve en centimètre.

#### II.6.5. Acidité libre (A%)

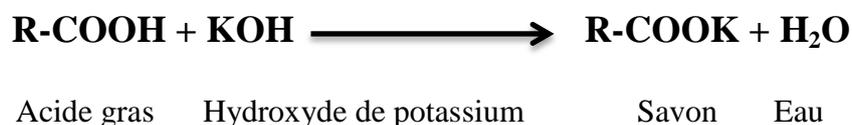
##### II.6.5.1. Définition

L'indice d'acide est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaires pour la neutralisation des acides libres contenus dans un gramme de corps gras [105].

L'acidité de l'huile donne le pourcentage d'acides gras libres exprimé conventionnellement pour l'huile d'olive en pourcentage d'acide oléique [106].

##### II.6.5.2. Principe

L'analyse de l'acidité est réalisée par titrage de l'échantillon solubilisé dans un mélange éther éthylique/éthanol par une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium, en présence de phénolphthaléine comme indicateur coloré [30].



### II.6.5.3. Mode opératoire

L'acidité libre de chaque huile a été déterminée selon la norme officielle de l'Organisation Internationale de Normalisation [101].

1g d'huile d'olive dissoute dans 50 ml du mélange éthanol/chloroforme (v/v) ; Le mélange a été titré par une solution d'hydroxyde de potassium ou (hydroxyde de sodium) à 0,1 N en présence de 0,3 ml de la solution de phénolphtaléine à 1% jusqu'au au virage de l'indicateur coloré (coloration rose devient transparente), La méthode est montrée dans la figure (II.6).

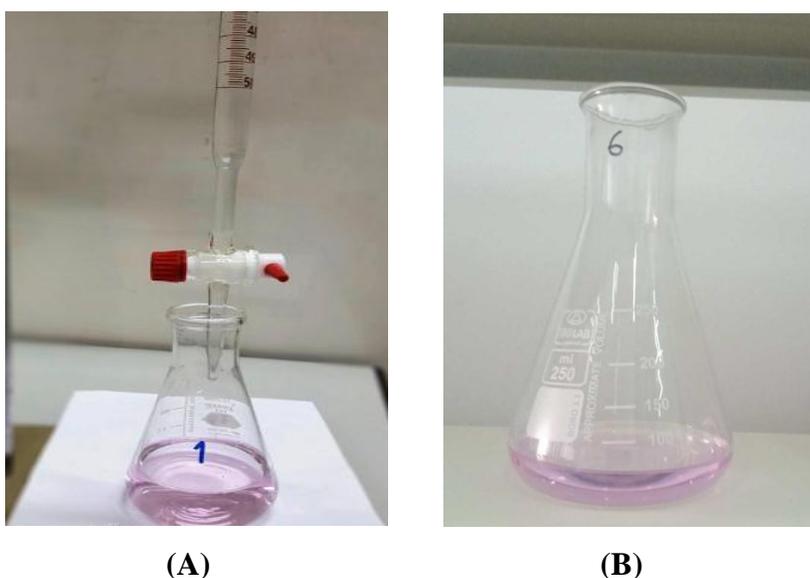


Figure II.6 : Détermination de L'acidité libre.

### II.6.5.4. Méthode de calcul

$$\text{Acidité (\%)} = \frac{V \times M \times N}{m \times 10}$$

Avec :

**V** : Volume en millilitres de la solution titrée de potasse KOH utilisé.

**N** : Normalité exacte de la solution titrée de potasse KOH utilisé.

**M** :Masse moléculaire de l'acide oléique adaptée pour l'expression du résultat (M = 282 g/mole).

**m** : Prise d'essai en grammes.

### II.6.6. Extraction des composés phénoliques

Les composés phénoliques représentent la fraction polaire de l'huile qui sont généralement obtenus par extraction liquide-liquide avec du méthanol à 80% [107].

#### II.6.6.1. Mode opératoire

Pour extraire les composés phénoliques à partir de l'huile d'olive, nous avons adopté le protocole de (Zhao et al. 2006) [108].

- ♦ Dissoudre 2,5 g d'huile d'olive dans 5 ml d'hexane ;
- ♦ Extraire les composés phénoliques avec 3 ml du mélange méthanol-eau (60/40, vol/vol) ; en utilisant un système de vortex pendant 2 min ;
- ♦ Séparer les deux phases par centrifugation (centrifugeuse NF 200) (à 3500 tr/min pendant 10 min) ;
- ♦ Refaire l'extraction de la même manière sur la phase d'hexane obtenue ;
- ♦ Mélanger les extraits méthanoliques obtenus. La figure (II.7) explique la méthode d'extraction.

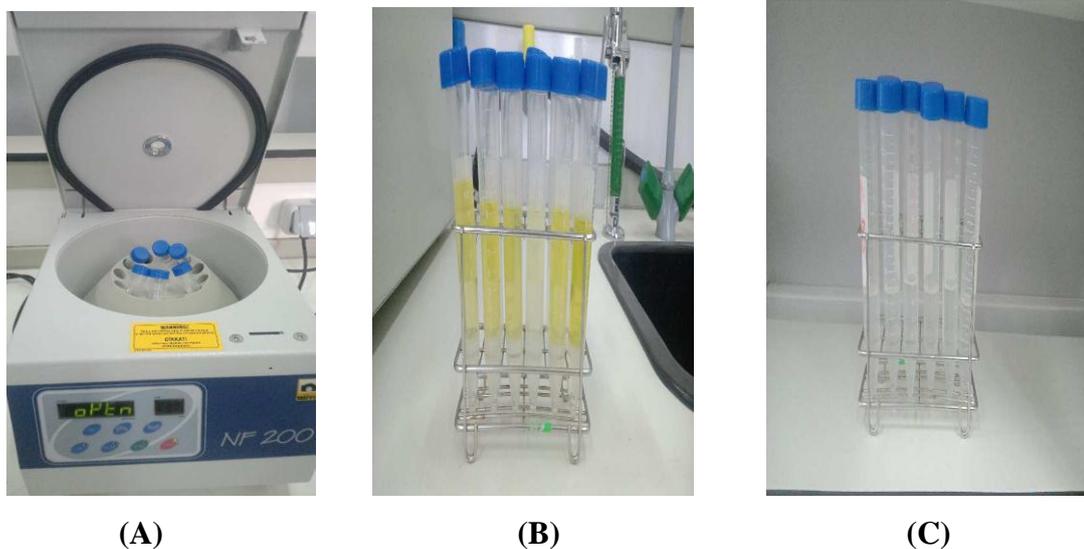


Figure II.7: Extraction liquide- liquide.

### II.6.7. Dosage des polyphénols totaux

#### II.6.7.1. Mode opératoire

La concentration dosée est exprimée en mg équivalent d'acide gallique par kg de l'huile d'olive, en se référant à une courbe d'étalonnage obtenue avec l'acide gallique.

Le protocole du dosage est effectué comme suit :

- On met 0,25ml d'extrait méthanolique +1,25 ml de réactif de FC 2N (dilué 10 fois) ;
- Après 5 min, 2 ml de solution de carbonate de sodium ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) (7,5%) sont ajoutés ;
- Ajouter 5 ml d'eau distillée, après 1 h d'incubation à l'obscurité et à température ambiante l'absorbance est mesurée à 760 nm [108].

Le blanc est élaboré dans le même mode opératoire sauf que l'extrait est remplacé par le mélange méthanol-eau, figure (II.8).

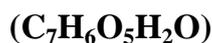


**Figure II.8:** Dosage des polyphénols totaux.

### II.6.7.2. Courbe d'étalonnage de l'acide gallique

On utilise la courbe d'étalonnage pour déterminer l'intervalle de linéarité, et la validité de la loi de Beer-Lambert, on obtient cette courbe en traçant l'évolution de l'absorbance maximale correspondant à la longueur d'onde de 760 nm en fonction de la concentration du composé considéré. L'acide gallique est utilisé comme témoin positif pour différentes concentrations initiales il est réalisé en parallèle dans les mêmes conditions opératoires que les solutions à base de l'extrait.

#### ❖ Préparation de la solution mère d'acide gallique mono hydraté



A l'aide d'une balance on pèse 0,0221 g de l'acide gallique, versée dans une fiole de 100 ml dont la concentration est ( $C_0 = 20 \text{ mg AG}/100 \text{ ml H}_2\text{O} = 200 \text{ mg/L}$ ), on y ajoute une quantité d'eau distillée et on agite jusqu'à sa dissolution totale, puis on remplit jusqu'au trait de jauge.

❖ **Détermination des étalons**

Nous avons préparé des étalons à différentes concentrations dans des fioles de 25 ml à partir de la solution mère d'acide gallique. 0,25 ml de l'étalon AG + 1,25 ml de réactif FC à 2N (dilué 10 fois) 5 min plus tard on a ajouté 2 ml de solution de carbonate de sodium ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) (7,5%) + 5 ml de l'eau distillée, incubé pendant 1h à température ambiante dans l'obscurité, et on mesure l'absorbance à  $\lambda = 760 \text{ nm}$ .

D'après la loi de la dilution, les volumes de la solution mère ( $V_0$ ) à ajouter pour la préparation de ces étalons sont calculés de la manière suivante :

$$C_0 \times V_0 = C \times V$$

$$200 \times V_0 = C \times 25$$

$$C = (200 \times V_0) / 25$$

Avec  $C_0 = 0,02 \text{ g} / 100 \text{ ml} = 20 \text{ mg} / 100 \text{ ml} = 200 \text{ mg/L}$ ,  $V_0 = 25 \text{ ml}$ ,  $C$  (mg/L) et  $V$  (ml)

Les concentrations et les volumes pour l'établissement de la courbe d'étalonnage sont résumés dans le tableau suivant :

**Tableau II.3 :** Concentrations des étalons de l'acide gallique.

C (mg/L)	0	8	24	40	56	72	88	104	120
$V_0$ (ml)	0	1	3	5	7	9	11	13	15

### II.6.7.3. Calcul de la teneur en polyphénols totaux

La concentration massique en polyphénols totaux ( $C$ ) est exprimée en mg équivalent d'acide gallique par ml (mg EAG/ml). Elle est calculée d'après l'équation de la droite d'étalonnage de l'acide gallique.

Nous pouvons donner cette concentration en (mg EAG/kg huile d'olive) selon la formule suivante :

$$[\text{TPT}] = \frac{m(\text{PT})}{m(\text{huile})} = \frac{C \times V}{m}$$

**[TPT]:** La teneur en polyphénols totaux (mg EAG/ kg huile)

**C :** La concentration d'acide gallique (mg AG/L)

**V (L) :** Volume d'extrait méthanolique ( $V = 6 \times 10^{-3}$  L).

**m (kg):** Masse d'huile d'olive ( $m = 2,5 \times 10^{-3}$  kg).

## II.6.8. Dosage des flavonoïdes totaux

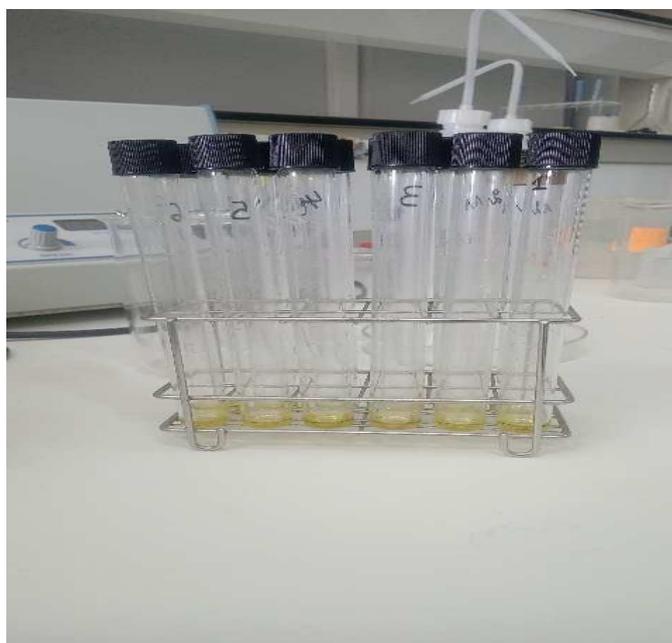
### II.6.8.1. Définition

Ce dosage est basé sur les propriétés chélatrices des flavonoïdes essentiellement les flavones et les flavols qui possèdent la fonction 4-céto-5-hydroxyle qui interagit avec les ions  $Al^{+3}$  [109].

### II.6.8.2. Mode opératoire :

La teneur en flavonoïdes est estimée par la méthode de Djerdane et *al.* [110]. 2 ml d'extrait méthanolique et 2ml d'une solution méthanolique de trichlorure d'aluminium ( $AlCl_3$ ) à 2% sont mélangés. Après 15 min d'incubation à l'obscurité, l'absorbance est lue à 430nm à l'aide d'un spectromètre, figure (II.9).

Les résultats obtenus sont exprimés en mg équivalent de quercétine par kg d'huile, à partir d'une courbe d'étalonnage réalisé avec la quercétine comme standard.



**Figure II.9:** Dosage des flavonoïdes.

### II.6.8.3. Courbe d'étalonnage de la quercétine

Pour le dosage des polyphénols, une courbe d'étalonnage est réalisée dans les mêmes conditions opératoires, à la longueur d'onde de 430 nm, en utilisant la quercétine comme contrôle positif à différentes concentrations initiales.

#### ❖ Préparation de la solution mère de la quercétine

On introduit 0,028 g de quercétine (pureté = 95%) dans une fiole de 50 ml, et sous la hotte, on ajoute du méthanol et on agite jusqu'à dissolution totale, puis on remplit jusqu'au trait de jauge.

#### ❖ Préparation des étalons

A partir de la solution mère de la quercétine nous avons préparées des étalons de différentes concentrations dans des fioles de 25 ml. D'après la loi de dilution Les volumes de solution mère ( $V_0$ ) à ajouter pour la préparation de ces étalons sont calculés de la manière suivante :

$$C_0 \times V_0 = C \times V$$

$$532 \times V_0 = C \times 25$$

$$C = (532 \times V_0) / 25$$

Avec  $C_0 = 0,95 \times 0,028 \text{ g} / 50 \text{ ml} = 0,0532 \text{ g} / 100 \text{ ml} = 532 \text{ mg/L}$ ,  $V_0$  (ml),  $C$  (mg/L) et  $V = 25 \text{ ml}$ .

Les concentrations et les volumes pour l'établissement de la courbe d'étalonnage sont résumés dans le tableau suivant :

**Tableau II.4 :** concentrations des étalons de la quercétine.

C (mg/L)	2,128	4,256	6,384	8,512	10,64	12,768	14,896	17,024	19,152
$V_0$ (ml)	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9

### II.6.8.3. Calcul de la teneur en flavonoïdes totaux

La teneur en flavonoïdes est calculée à partir de la formule de la courbe d'étalonnage de la quercétine. Elle est exprimée en mg d'équivalent quercétine par litre (mg EQ/L). Néanmoins, il est préférable de l'exprimer en mg EQ/kg huile.

$$[\text{TFT}] = \frac{m(\text{FT})}{m(\text{huile})} = \frac{C \times V}{m}$$

[TFT] : Teneur en flavonoïdes totaux (mg EQ / kg huile).

C : Concentration d'acide gallique (mg Q /L).

V (L) : Volume d'extrait méthanolique ( $V = 6 \times 10^{-3}$  L).

m (kg) : Masse d'huile d'olive ( $m = 2,5 \times 10^{-3}$  kg).

## II.6.9. Dosages des pigments

### II.6.9.1. Détermination de la chlorophylle

Les chlorophylles jouent un rôle important dans la stabilité oxydative de l'huile d'olive, grâce à leur activité antioxydant dans l'obscurité et pro-oxydante dans la lumière. En raison de ce dernier effet, elles sont considérées comme étant non désirables à des teneurs élevées dans l'huile [111].

### II.6.9.2. Détermination des caroténoïdes

Les caroténoïdes, en particulier le  $\beta$ -caroténoïdes, sont des antioxydants efficaces en raison de leur capacité à étancher les radicaux libres de l'oxygène. La méthode de dosage des caroténoïdes est basée sur l'existence d'une bande d'absorption pour ce composé donné par le spectrophotomètre visible [112].

### II.6.9.3. Mode opératoire

Le protocole adopté au dosage des chlorophylles et des caroténoïdes est celui de Minguez-Mosquera *et al.* [113].

Un échantillon de 7,5 g d'huile est ajusté à 25 ml avec du cyclohexane. Le maximum d'absorption à 670 nm renseigne sur la fraction chlorophyllienne, alors que la fraction caroténoïde est détectée à 470 nm, figure (II.10).

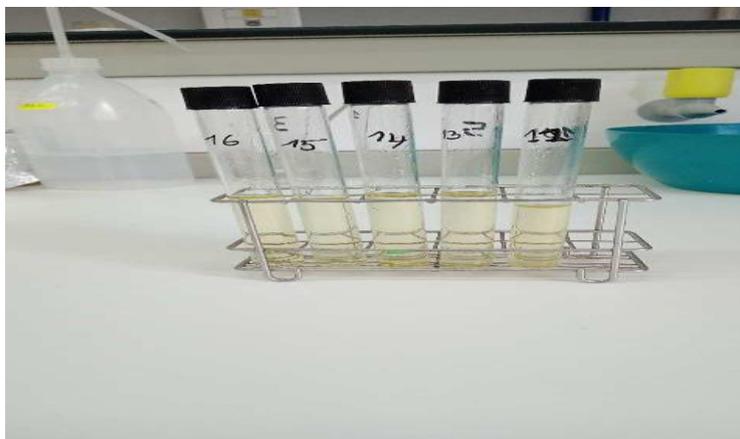


Figure II.10: Dosage des pigments.

#### II.6.9.4. Méthode de calcul

La valeur du coefficient d'extinction spécifique appliquée est  $\epsilon = 613$  pour la pheophytine comme composant majeur des chlorophylles et  $\epsilon = 2000$  pour la lutéine comme caroténoïde majeur. Ainsi le contenu en pigments est déterminé comme suit :

$$\text{Chlorophylle (mg/kg)} = \frac{A_{670} \times 10^6}{613 \times 100 \times L}$$

$$\text{Caroténoïdes (mg/kg)} = \frac{A_{470} \times 10^6}{2000 \times 100 \times L}$$

Où L : c'est l'épaisseur de la cellule (1 cm)

### II.7. Analyse UV Visible

#### II.7.1. Définition

Définition La spectrophotométrie correspond à l'étude des variations de grandeurs photométriques spectrales ou de leur équivalent énergétique résultant de l'interaction du rayonnement avec une substance placée sur le faisceau. Le domaine de longueur d'onde de l'UV se situe entre 10 nm à 400 nm, celui du visible se situe entre 400 nm à 800 nm [114].

#### II.7.2. Principe

Le spectre d'absorption UV-visible permet de caractériser une molécule. Il est, par conséquent, un des critères d'identification de la molécule. Toutefois, l'absorption dans l'UV permet plutôt de caractériser des groupements fonctionnels, et non une molécule dans son ensemble. Ainsi, la spectrophotométrie d'absorption moléculaire UV-visible ne permet pas d'identifier de façon absolue une molécule, et les spectres des molécules d'une même famille chimique sont très proches donc difficiles à différencier [114].

#### II.7.3. Mode opératoire

Les échantillons sont préparés en diluant l'huile d'olive dans l'hexane : Une prise d'essai de 0,25 ml d'huile d'olive a été introduite dans une fiole de 25 ml, et de l'hexane a été ajouté jusqu'au trait de jauge,

Les spectres des échantillons sont tracés dans l'intervalle de longueurs d'onde de 200 à 400 nm, avec une résolution (un pas) de 2 nm.

## II.8. Analyses par spectroscopie Infrarouge

### II.8.1. Définition

La Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (ou FTIR : Fourier Transformed Infra Red spectroscopy) est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le matériau [115].

### II.8.2. Mode opératoire

Une goutte fine d'huile est déposée et bien étalée sur la surface centrale de Placer une goutte d'huile sur le cristal ATR. Le nettoyage le cristal après chaque mesure est effectué avec du chloroforme. Après collections des données, les spectres IR obtenus seront traités, figure (II.11).



**Figure II.11:** Spectrophotomètre IR (IRAffinity-1).

## II.9. Etude de l'adultération de l'huile d'olive

L'adultération est un problème important dans les industries alimentaires parce que les ingrédients à coût élevé sont remplacés par des ingrédients à faible coût [116, 117]. Étant donné que les consommateurs sont conscients de la sécurité et de la qualité alimentaire, ils exigent toujours la garantie de la qualité et du contenu des aliments [116, 118].

## *Chapitre III*

### *Résultats et discussions*

## Chapitre III

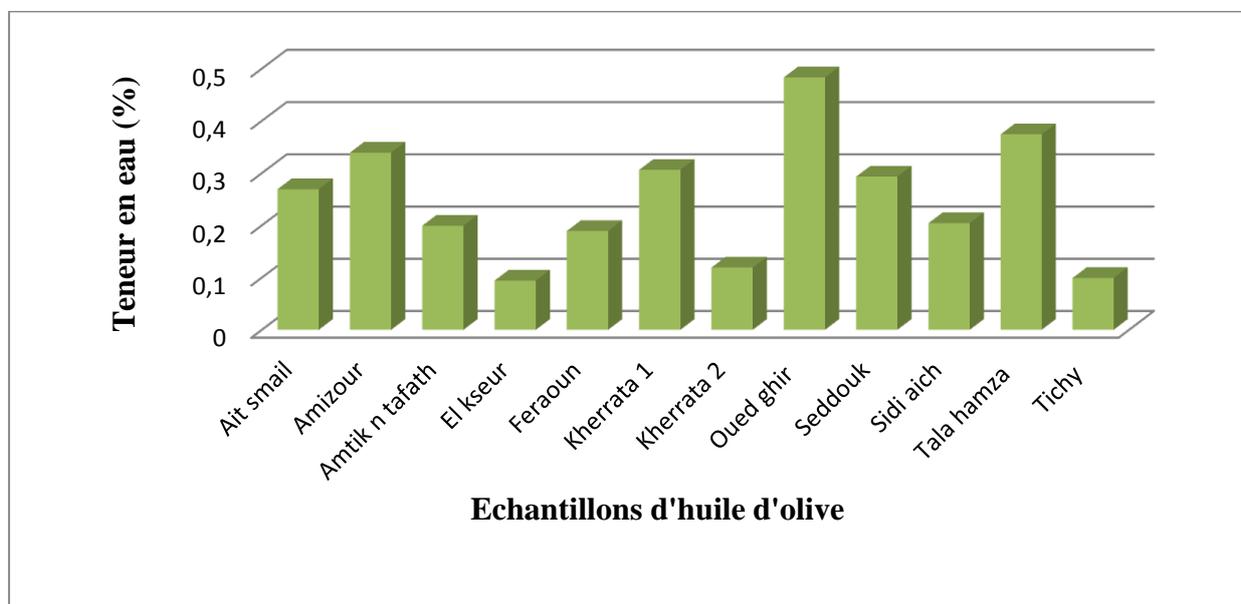
### Résultats et discussions

#### III.1. Analyses physico-chimiques

##### III.1.1. Teneur en eau (%)

##### III.1.1.1. Teneur en eau dans les échantillons d'huile d'olive

Les résultats de la teneur en eau (humidité) des échantillons d'huile d'olive étudiés sont représentés dans la figure III.1:



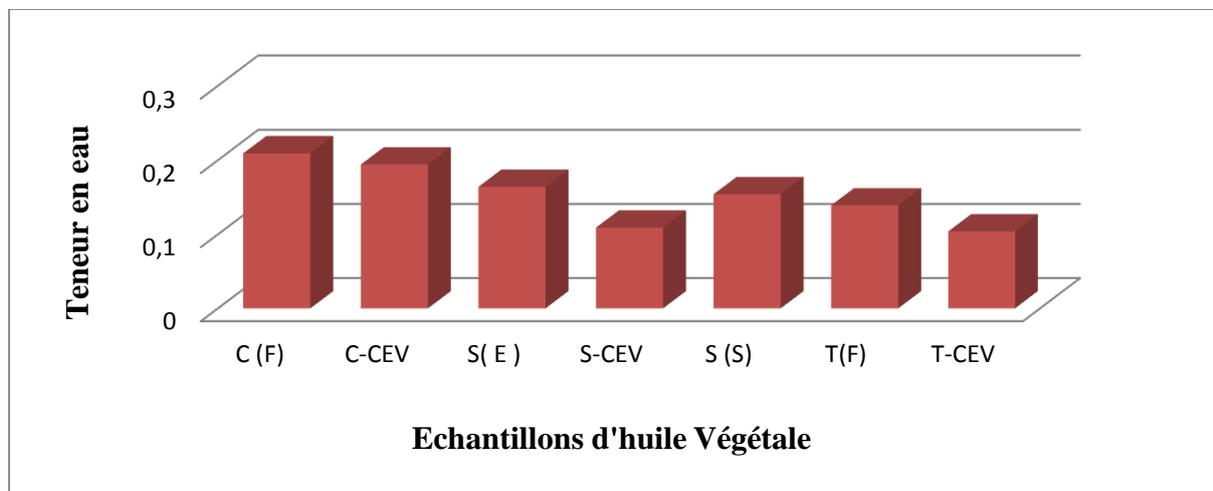
**Figure III.1:** Valeurs de la teneur en eau (%) des échantillons d'huile d'olive.

Les résultats révèlent une diversité significative dans les niveaux de teneur en eau des échantillons d'huile d'olive analysés, variant de manière notable de 0,094% à 0,483%.

La teneur en eau des huiles des régions Amtik N tafath, El kseur, Feraoun, Kherrata 2, Sidi Aich et Tichy est inférieure à 0,2%, ce qui les classe dans la catégorie des huiles vierges selon la norme établie par le Conseil Oléicole International COI de 2019 [57]. En revanche, les huiles d'Ait Smail, Amizour, Kherrata1, Oued Ghir, Seddouk et Tala Hamza présentent des teneurs en eau supérieures à 0,2%. Cette augmentation de l'humidité peut être attribuée à des problèmes techniques lors de l'extraction, en particulier à la quantité d'eau ajoutée pendant le malaxage. Alternativement, elle pourrait résulter de problèmes rencontrés lors de la culture des olives, potentiellement liés à la fréquence d'irrigation.

### III.1.1.2. Teneur en eau d'autres huiles végétales

Les résultats de la teneur en eau (humidité) des échantillons d'huiles végétales (soja, colza et tournesol) étudiés sont représentés dans la figure III.2:



**Figure III.2 :** Valeurs de la teneur en eau dans les huiles végétales.

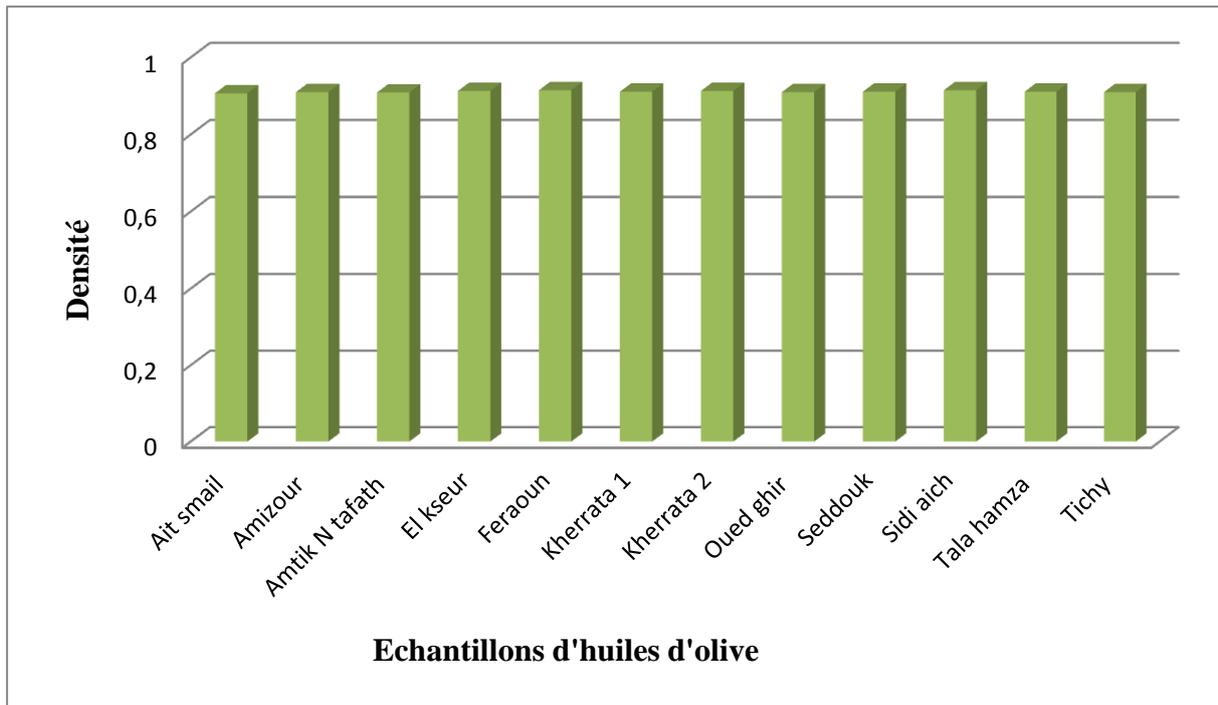
Les résultats de l'analyse de la teneur en eau des huiles végétales révèlent une grande diversité de valeurs, s'étendant de 0,109% à 0,209%. D'après les résultats expérimentaux obtenus, on constate que la teneur en eau des huiles est conforme aux normes CODEX de 2003 ( $\leq 0,2\%$ ) [119]. Cette conformité est expliquée par le bon déroulement des étapes de raffinage appliquées par l'entreprise sur ces huiles.

- ❖ En conclusion les échantillons d'huile d'olive présentent une plus grande diversité dans leurs teneurs en eau par rapport aux huiles végétales. principalement en raison des traitements appliqués à ces dernières, alors que les huiles d'olive sont généralement moins traitées.

## III.1.2. Densité

### III.1.2.1. Densité des échantillons d'huile d'olive

Les résultats de la densité des divers échantillons d'huile d'olive analysés sont présentés dans la figure III.3 :



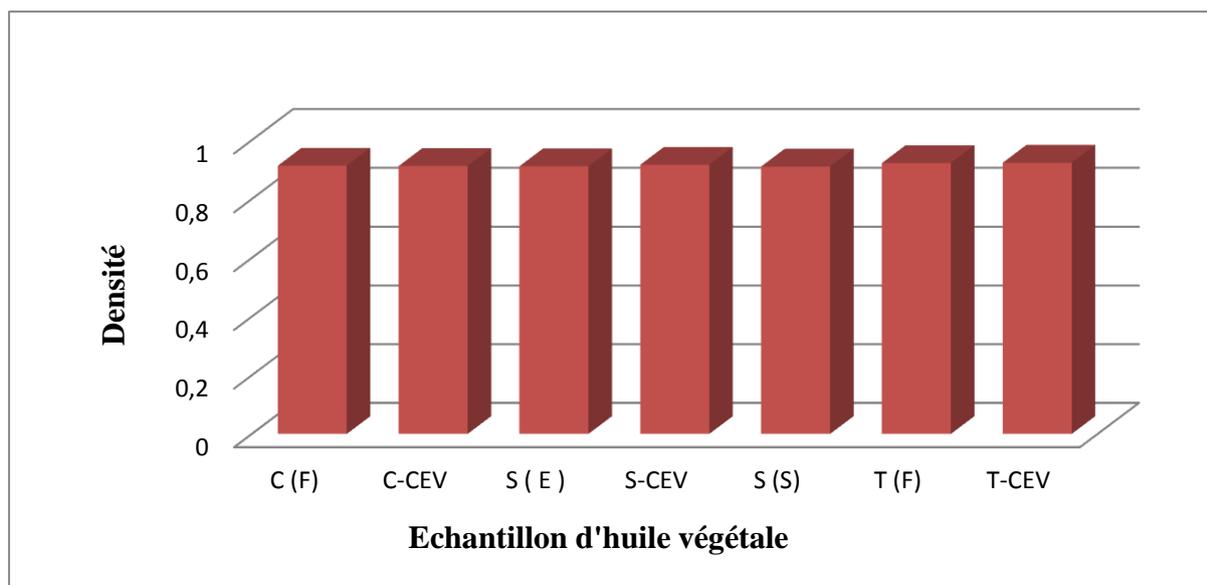
**Figure III.3 :** Densité des différents échantillons d'huile d'olive.

Les densités des huiles d'olive de diverses régions ont été examinées, nous remarquons que la densité des échantillons d'huile d'olive étudiés se situe entre 0,907 et 0,915. La plupart des échantillons, tels que ceux de Feraoun, El kseur, Sidi Aich, Tala Hamza, Kherrata 2, Seddouk, Kheratta 1, Tichy, Amizour et Oued Ghir, présentent des densités qui se situent dans la plage définie par La norme CODEX de 2015 [120], fixant une plage de (0,910 - 0,916), ce qui confirme leur pureté.

Cependant, deux échantillons, Ait Smail et Amtik N Tafath, affichent des densités légèrement inférieures à cette norme, avec des valeurs de 0,907 et 0,909 respectivement. Cette différence peut être attribuée à divers facteurs tels les processus d'extraction ou de stockage.

### III.1.2.2. Densité d'autres huiles végétales

Les résultats de la densité des différentes huiles végétales (soja, colza, tournesol) analysées sont illustrés dans la figure III.4:



**Figure III.4 :** Densité des différentes huiles végétales.

Les résultats des tests de densité des huiles végétales présentent une gamme de valeurs variant de 0,91 à 0,923. Cette diversité de valeurs peut être attribuée à différentes variables telles que les variétés d'huiles végétales, les conditions de production et les méthodes d'extraction.

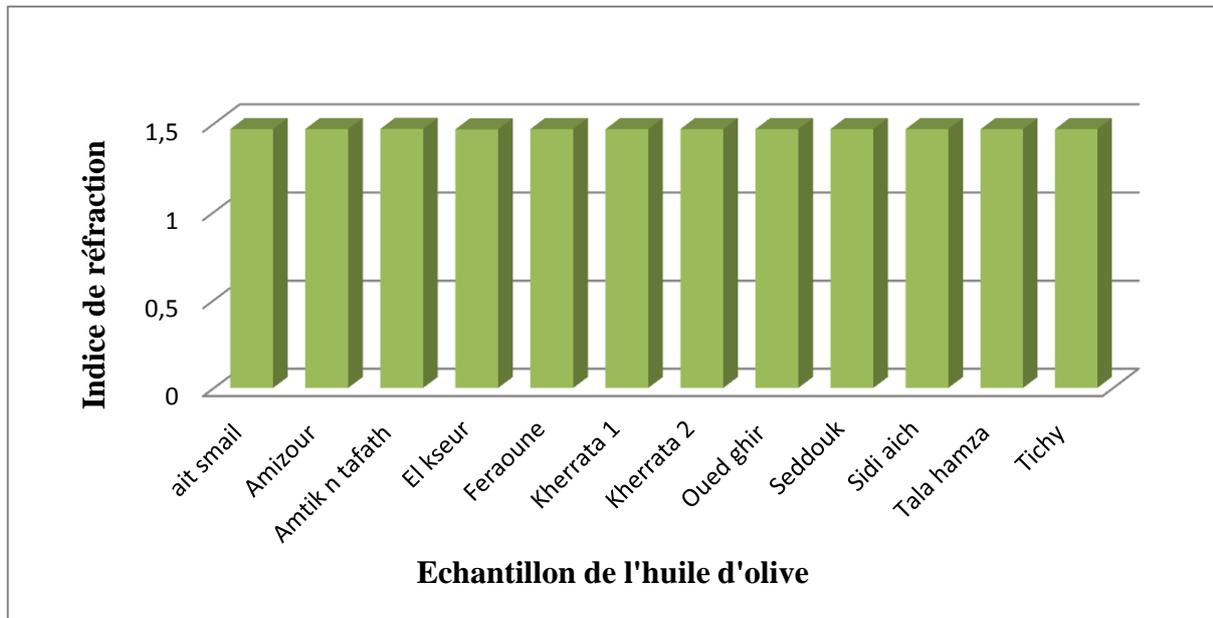
Les valeurs obtenues montrent que les valeurs de la densité des huiles analysées sont inférieures aux normes établies par CODEX et le COI (0,910-0,925) ce qui nous permet de dire que ces huiles sont totalement pures.

- ❖ La différence de densité entre les différentes huiles végétales, bien que présente, est relativement faible. Les densités varient de 0,907 à 0,915 pour l'huile d'olive, tandis que pour les autres huiles végétales, elles se situent entre 0,910 à 0,923. Ces écarts sont minimes, ce qui suggère que les huiles végétales partagent des caractéristiques similaires en termes de densité, avec des variations subtiles entre les types d'huiles.

### III.1.3. Indice de réfraction

#### III.1.3.1. L'indice de réfraction des échantillons d'huile d'olive

Les résultats concernant l'indice de réfraction des échantillons de l'huile d'olive étudiés sont illustrés dans la figure III.5 :

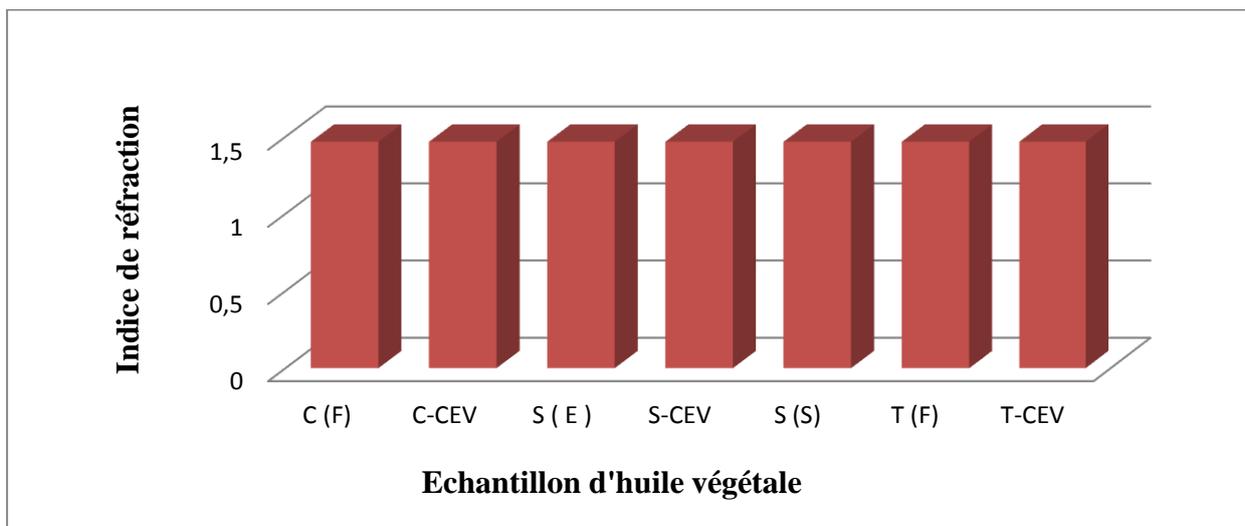


**Figure III.5 :** Valeurs de l'indice de réfraction des échantillons d'huile d'olive.

Les valeurs obtenues varient entre 1,4678 et 1,4696, nous constatons que ces résultats sont conformes à ceux rapportés par le CODEX de 2015 [120], qui est dans l'intervalle [1,4677-1,4705]. Cette conformité suggère que les échantillons d'huile d'olive sont purs, et sont produites selon des normes acceptables. Ainsi, cela renforce la confiance dans la qualité, l'authenticité et la production de cette huile.

### III.3.2. Indice de réfraction d'autres huiles végétales

Les résultats de l'indice de réfraction des huiles végétales (soja, colza et tournesol) étudiés sont représentés dans la figure III.6:



**Figure III.6 :** Valeurs de l'indice de réfraction des huiles végétales.

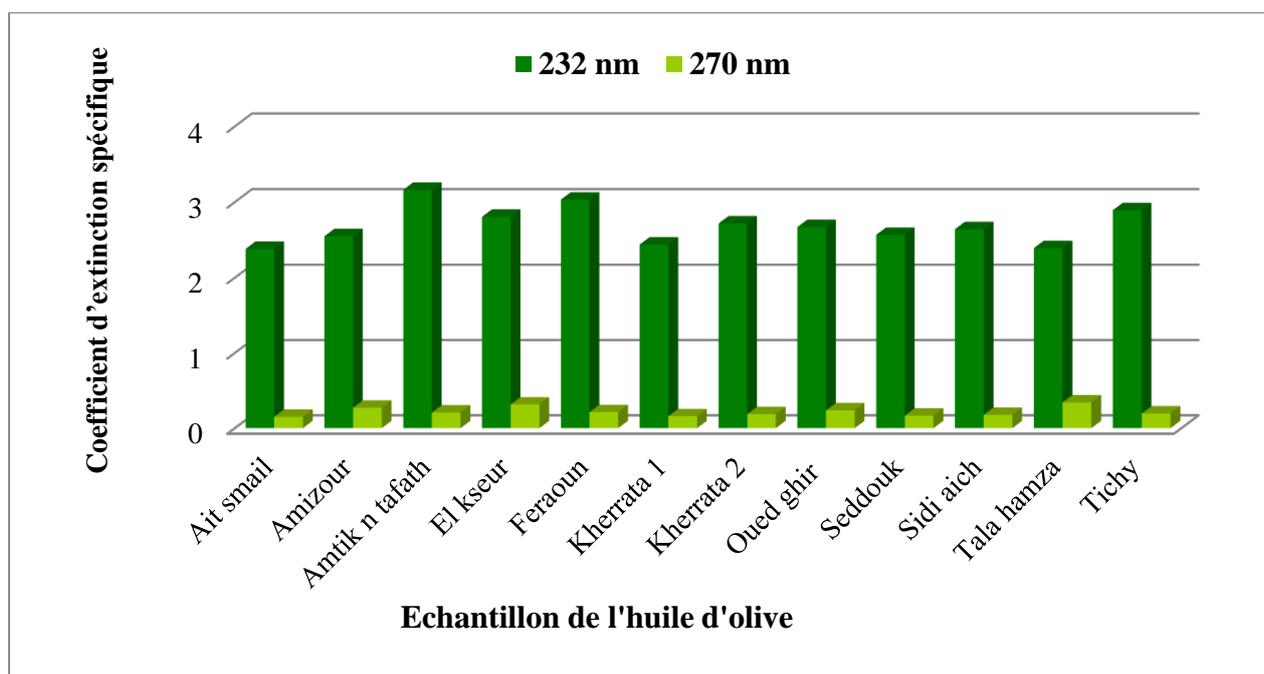
D'après les résultats indiqués dans la figure III.6, nous remarquons que les indices de réfraction des huiles végétales étudiées sont compris dans l'intervalle (1,461-1,470) donné par la norme de CODEX de 1995 [121].

- ❖ En comparaison avec d'autres huiles végétales comme le colza, le soja et le tournesol, l'huile d'olive présente un indice de réfraction légèrement plus élevé. Ces résultats suggèrent que, sur le plan de l'indice de réfraction, ces huiles partagent des propriétés similaires malgré des variations potentielles dans leur composition spécifique et d'autres aspects de leur qualité.

### III.1.4. Coefficients d'extinction spécifique

#### III.1.4.1. Coefficients d'extinction spécifique de l'huile d'olive

Les valeurs des extinctions spécifiques obtenues pour les échantillons d'huile d'olive étudiés en ultra-violet à 232 nm et à 270 nm sont présentées sur la figure III.7 :



**Figure III.7 :** Extinctions spécifiques des échantillons d'huile d'olive.

#### ➤ Les valeurs de K à 232 nm

Nous remarquons que Les valeurs de K à 232 nm sont comprises entre 2,381 et 3,162. Les valeurs des extinctions spécifiques en ultra-violet K232 d'huile d'olive d'Ait smail, Tala hamza,

Kherrata 1, Seddouk et Amizour sont conformes aux normes établies par le conseil oléiculture international COI de 2019 pour les huiles d'olives vierges [57], qui est inférieures ou égales à 2,60. ce qui indique que ces huiles n'ont pas subi une oxydation primaire. Pour les huiles d'olive de Amtik N tafath, Tichy, Feraoun, Kherrata 2, Sidi Aich, El Kseur et Oued Ghir montre des valeurs supérieures à celles de la norme COI de 2019 [57]. Ces valeurs élevées pourraient être dues à la récolte tardive des olives [30], et/ou à la méthode d'extraction traditionnelle utilisée qui laisse des traces d'eau favorisant cette oxydation [122].

#### ➤ Les valeurs de K à 270 nm

Les valeurs de K à 270 nm sont comprises entre 0,152 et 0,342. Les valeurs des extinctions spécifiques en ultra-violet K270 d'huile d'olive d'Ait smail, Kherrata 1, Seddouk, Amtik N Tafath, Tichy, Feraoun, Kherrata 2, Sidi Aich et Oued Ghir sont conformes aux normes établies par le conseil oléiculture international pour les huiles d'olives vierges [57], qui est inférieures ou égales à 0,25. Pour les huiles de Tala hamza, El kseur et Amizour leurs valeurs sont supérieures à la limite fixée par le COI de 2019 [57]. Ces résultats peuvent être attribués à plusieurs facteurs, notamment la récolte tardive des olives, une exposition excessive à l'air et à la lumière pendant le processus d'extraction de l'huile [30].

### III.1.4.2. Coefficients d'extinction spécifique d'autres huiles végétales

Les valeurs des extinctions spécifiques obtenues pour les échantillons des huiles végétales (soja, colza et tournesol) en ultra-violet à 232 nm et à 270nm sont présentées dans la figure III.8:

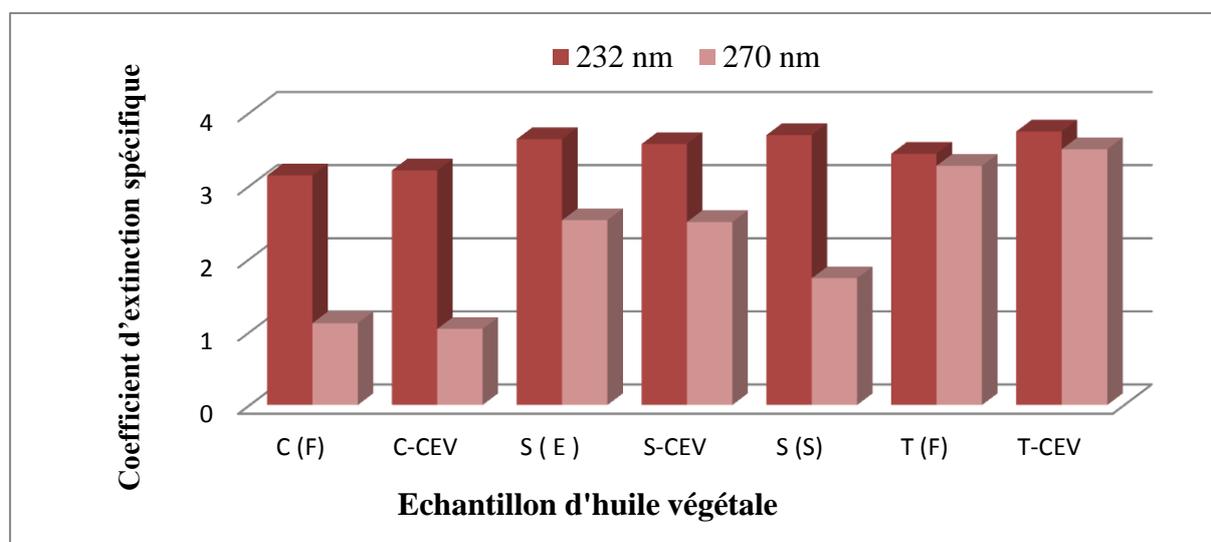


Figure III.8 : Extinction spécifique des différents échantillons de soja, colza et tournesol.

### ➤ Les valeurs de K à 232 nm

Nous remarquons que les valeurs de K<sub>232</sub> nm sont comprises entre 3,139 et 3,74. L'augmentation de l'extinction à 232 nm des huiles végétales pourrait résulter de leur oxydation sous l'effet de l'air, de la lumière ou de la chaleur, ce qui génère des composés absorbant la lumière à cette longueur d'onde, comme des peroxydes et d'autres produits de réaction oxydative.

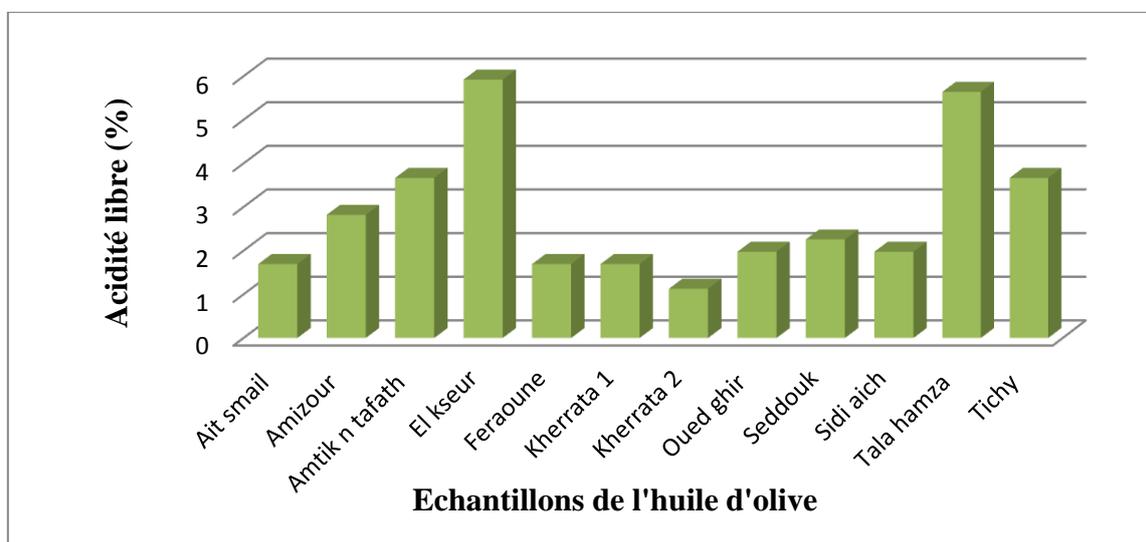
### ➤ Les valeurs de K à 270 nm

Nous observons une variation de l'extinction K<sub>270</sub> entre 1,04 et 3,497 dans les échantillons d'huiles végétales, ce qui pourrait résulter de plusieurs facteurs impactant la composition chimique et la stabilité de l'huile. Ces facteurs incluent le degré d'oxydation, les conditions de stockage, la qualité initiale de l'huile, ainsi que d'autres variables environnementales et de traitement.

## III.1.5. L'acidité libre (%)

### III.1.5.1. L'acidité des échantillons de l'huile d'olive

L'analyse de l'acidité libre des échantillons d'huile d'olive étudiés a donné les résultats donnés dans la figure III.9, Ils sont exprimés en pourcentage d'acide oléique :



**Figure III.9 :** Acidité libre des échantillons d'huile d'olive.

Nous remarquons que l'acidité libre des échantillons d'huile d'olive se situe entre 1,128 et 5,922 %. D'après ces résultats (figure III.9) et selon la norme COI de 2019 [57], nous

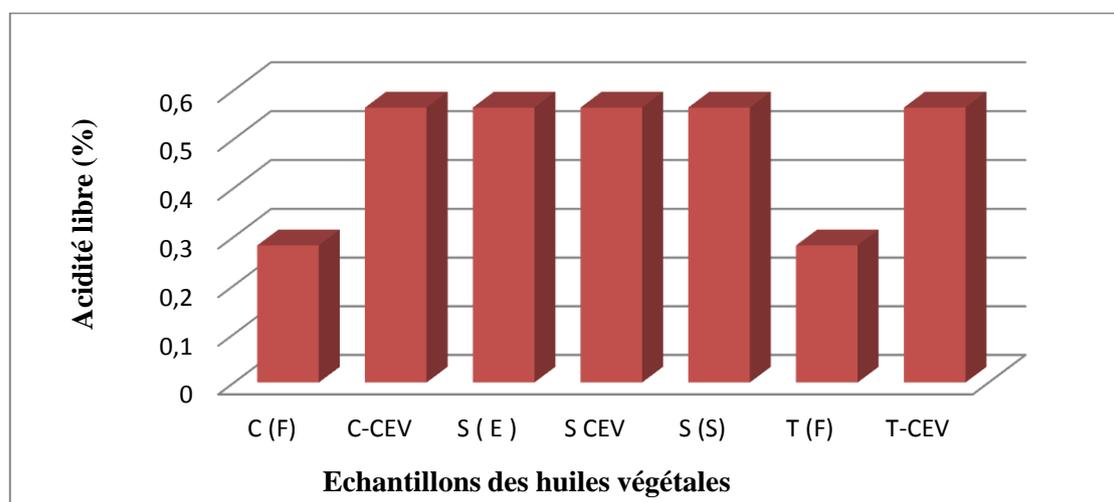
constatons que les échantillons d'huile étudiés peuvent être classés en trois catégories distinctes.

- La classe des huiles d'olive vierge dont l'acidité libre est inférieure ou égale à 2. Cette classe renferme les échantillons Ait smail, Feraoun, Kherrata 1, Kherrata 2, Oued ghir et Sidi aich.
- La classe des huiles d'olive vierges courante dont l'acidité libre est inférieure ou égale à 3,3. Cette classe renferme les échantillons d'Amizour et Seddouk.
- La classe des huiles d'olive vierges lampantes dont l'acidité libre est supérieure à 3,3. Cette classe renferme les échantillons Amtik N tafath, El kseur, Tala hamza et Tichy.

Selon ces échantillons analysés, une variation de l'acidité libre est observée qui peut être attribuée aux : pratiques technologiques lors du processus de trituration des olives ; mauvais contrôle des paramètres de trituration (qui peut affecter l'acidité) ; temps de séjour des olives avant la trituration ; stockage prolongé et inadéquat des olives avant extraction (qui peut engendrer des lésions et une augmentation de l'acidité) ; et à l'état de maturité avancé du fruit olive trop mûre qui a tendance à avoir une acidité plus élevée [56].

### III.1.5.2. Acidité d'autres huiles végétales

Les résultats de l'acidité libre des différentes huiles végétales analysées sont illustrés dans la figure III.10:



**Figure III.10:** Acidité libre des huiles végétales.

Les résultats d'acidité libre des huiles végétales présentent une certaine variabilité, avec des valeurs allant de 0,282 % à 0,564 %. Cette variation peut être due à plusieurs facteurs, tels que les méthodes de production, les conditions de stockage et la qualité des matières

premières utilisées. Les valeurs d'acidité de toutes les huiles végétales sont inférieures à 0,6 %, ce qui les rend conformes aux normes établies par CODEX de 2003 [120]. Cette conformité est expliquée par le bon déroulement des étapes de raffinage appliqué par l'entreprise sur les huiles. En effet, une acidité réduite est généralement associée à une meilleure stabilité et une durée de conservation prolongée des huiles végétales. Cette caractéristique est cruciale pour garantir la qualité des produits alimentaires et préserver leurs propriétés sensorielles, telles que le goût et l'odeur.

- ❖ Les taux d'acidité de l'huile d'olive sont comparativement plus élevés que ceux relevés dans d'autres huiles végétales. Ce qui peut être attribué au processus de raffinage appliqué sur les huiles végétales.

### III.1.6. Teneur en polyphénols totaux

La teneur en polyphénols totaux des échantillons d'huiles a été calculé à partir de l'équation de régression de la courbe d'étalonnage ( $y = 0,0057x + 0,0332$ ) établie par des concentrations précises d'acide gallique, exprimée en mg AG/ kg Huile (Figure III.11).

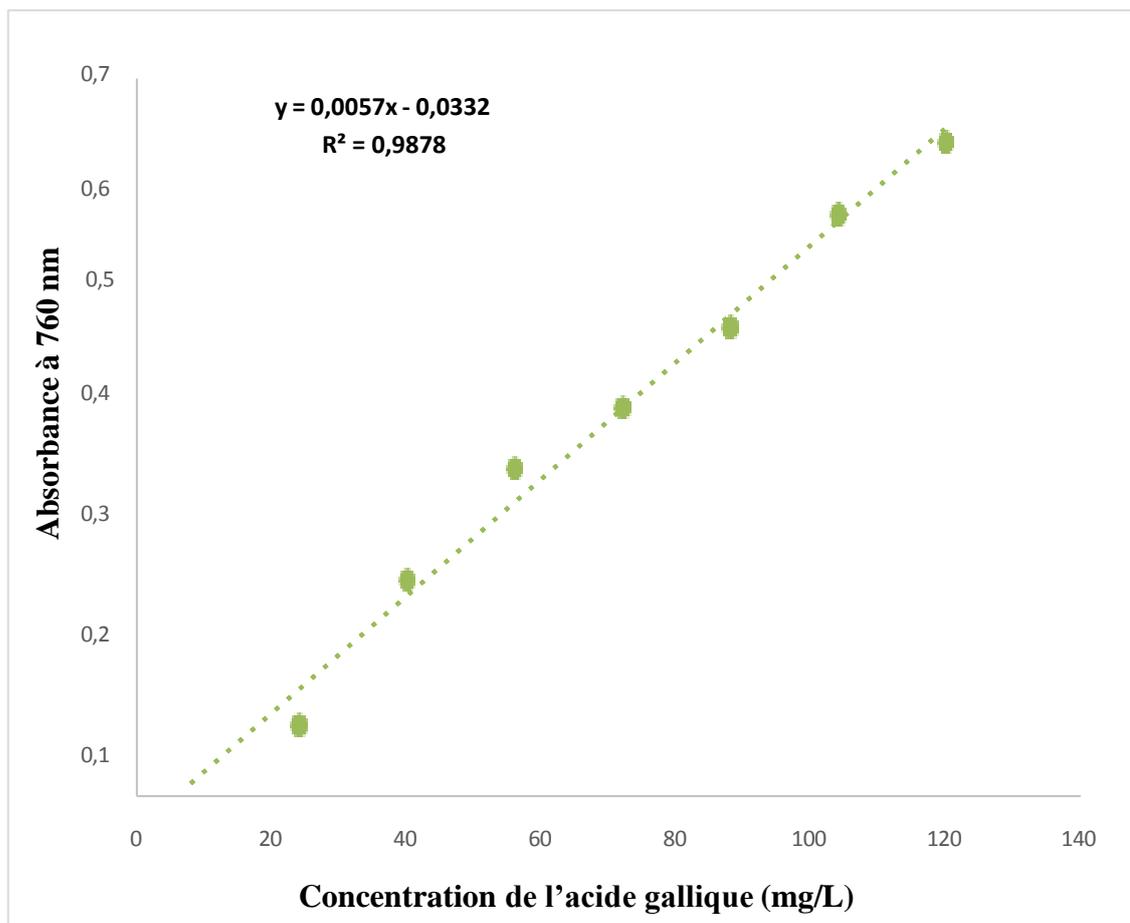
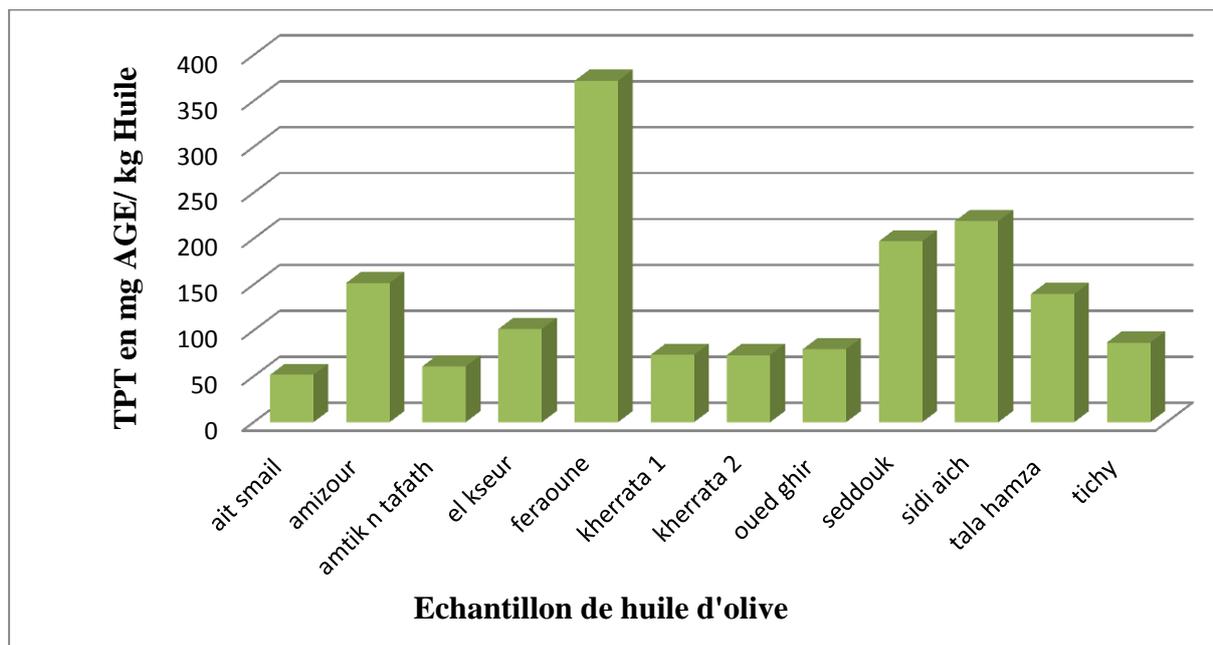


Figure III.11 : Courbe d'étalonnage de l'acide gallique.

Les résultats dans la figure III.12 représentent la teneur en polyphénols totaux dans les extraits des huiles d'olives étudiés :



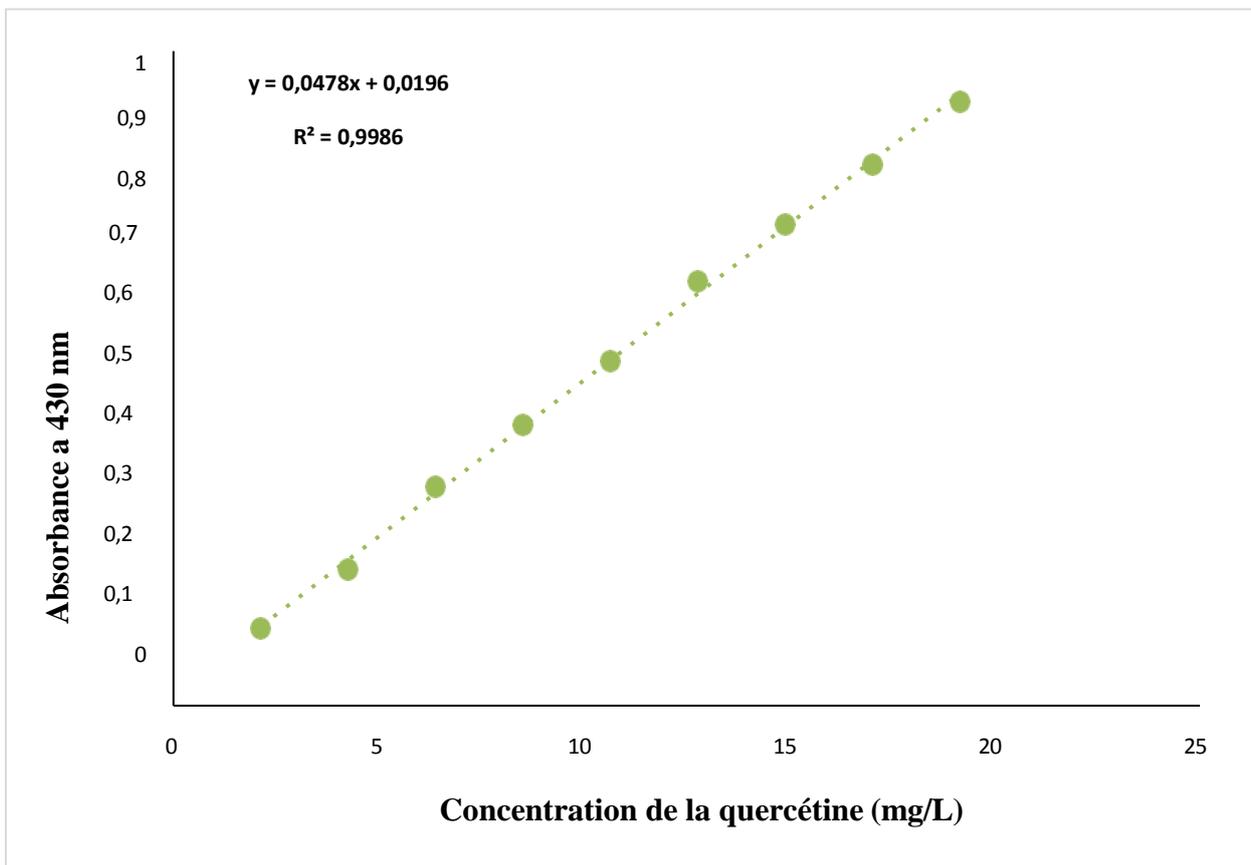
**Figure III.12 :** Teneurs en polyphénols totaux (TPT) en mg AGE/ kg Huile.

Les résultats affichés sur la Figure III.12 montrent une grande variation dans la teneur en polyphénols totaux (TPT) dans les huiles d'olive analysées d'une région à l'autre. Les résultats varient entre 51,536 et 371,861. Il est intéressant de noter les variations significatives des concentrations de composés phénoliques entre les différentes zones de production. Cette diversité peut être due à plusieurs facteurs, tels que le type d'olives cultivées, les conditions environnementales, les méthodes de culture et de récolte, ainsi que les techniques de transformation de l'huile.

Dans les régions telles que Feraoun, El Kseur, Amizour, Tala Hamza, Sidi Aich et Seddouk, où les niveaux de composés phénoliques sont particulièrement élevés, les huiles d'olive produites possèdent des propriétés antioxydantes remarquables. Cette caractéristique peut contribuer à prolonger la durée de conservation de ces huiles en offrant une meilleure stabilité à l'oxydation, tout en préservant leurs qualités sensorielles et nutritionnelles [30]. D'autre part, les échantillons d'Ait Smail, Kherrata1, Kharrata 2, Oued Ghir et Tichy, où les niveaux de composés phénoliques sont moins élevés, la production d'huiles d'olive de qualité reste possible, mais avec des concentrations potentiellement moindres en antioxydants. Cela peut influencer la saveur, l'arôme et la stabilité de ces huiles, ainsi que leurs bénéfices pour la santé.

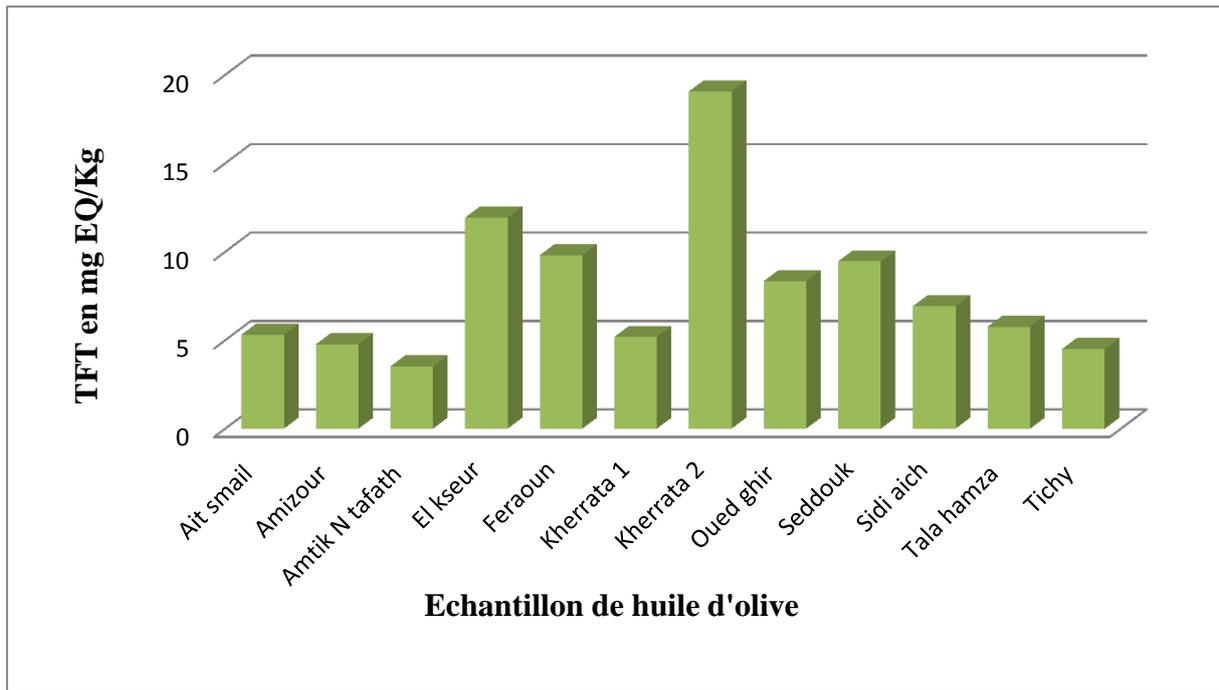
### III.1.7. Teneur en flavonoïdes totaux

La teneur en flavonoïdes totaux dans nos huiles a été calculé à partir de l'équation de régression de la courbe d'étalonnage ( $y = 4,5366 x + 0,0196$ ) établie par des concentrations précises de la quercétine exprimée en mg EQ/ kg Huile (Figure III.13).



**Figure III.13 :** Courbe d'étalonnage de la quercétine

Les résultats dans la figure III.14 représentent la teneur des flavonoïdes dans les extraits des huiles d'olives étudiés :



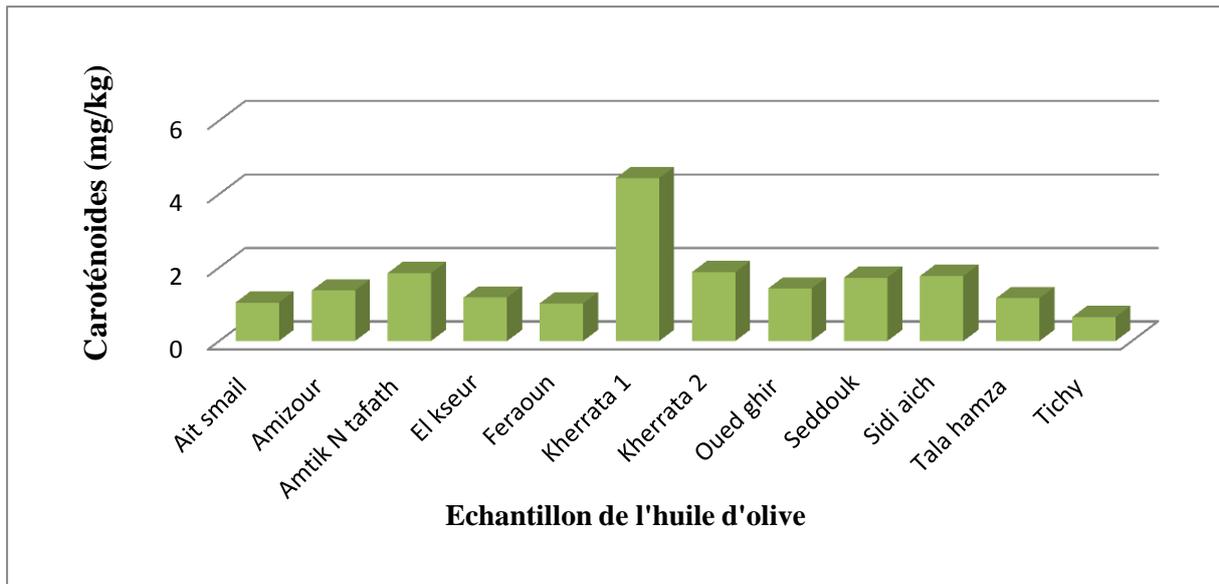
**Figure III.14 :** Teneurs en flavonoïdes totaux.

Les teneurs en flavonoïdes totaux des échantillons d'huile d'olive varient de 3,525 à 19,064 mg EQ/kg. Les résultats montrent une variabilité significative des teneurs en flavonoïdes parmi les échantillons testés, Cette variabilité pourrait être attribuée à divers facteurs, tels que les conditions de croissance des oliviers, les méthodes de récolte et de transformation, ainsi que les conditions de stockage de l'huile. Des niveaux plus élevés de flavonoïdes sont souvent associés à une meilleure qualité de l'huile d'olive en raison de leurs propriétés bénéfiques pour la santé.

### III.1.8. Pigments colorants

#### III.1.8.1. Détermination de la teneur en caroténoïdes

Les données de la teneur en caroténoïde pour les échantillons analysés à une longueur d'onde de 470 nm en ultraviolet sont illustrées dans la figure III.15 :

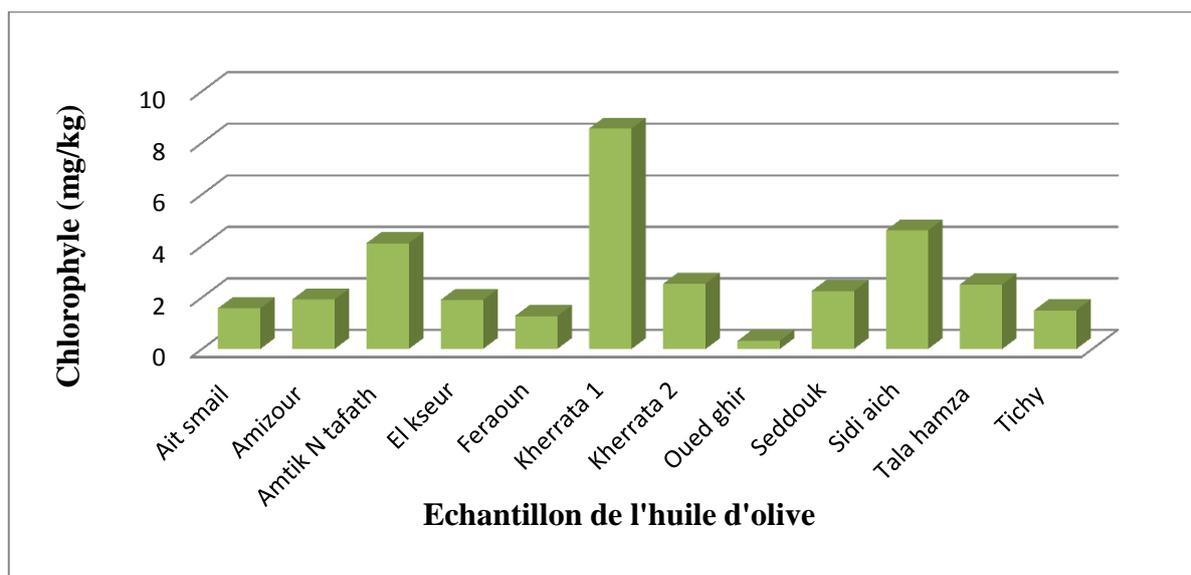


**Figure III.15 :** la teneur en caroténoïdes des différents échantillons d'huile d'olive.

Les teneurs en caroténoïdes pour les 12 échantillons d'huiles d'olive testés, allant de 0,652 à 4,437 mg/kg. Cette différence de teneurs en caroténoïdes, observée est liée au degré de maturité des olives, la région de culture, la méthode d'extraction et les conditions de stockage de l'huile.

### III.1.8.2. Détermination de la teneur en chlorophylles

Les données de la teneur en chlorophylle pour les échantillons analysés à une longueur d'onde de 670 nm en ultraviolet sont illustrées dans la figure III.16 :



**Figure III.16 :** la teneur en chlorophylles des différents échantillons d'huile d'olive.

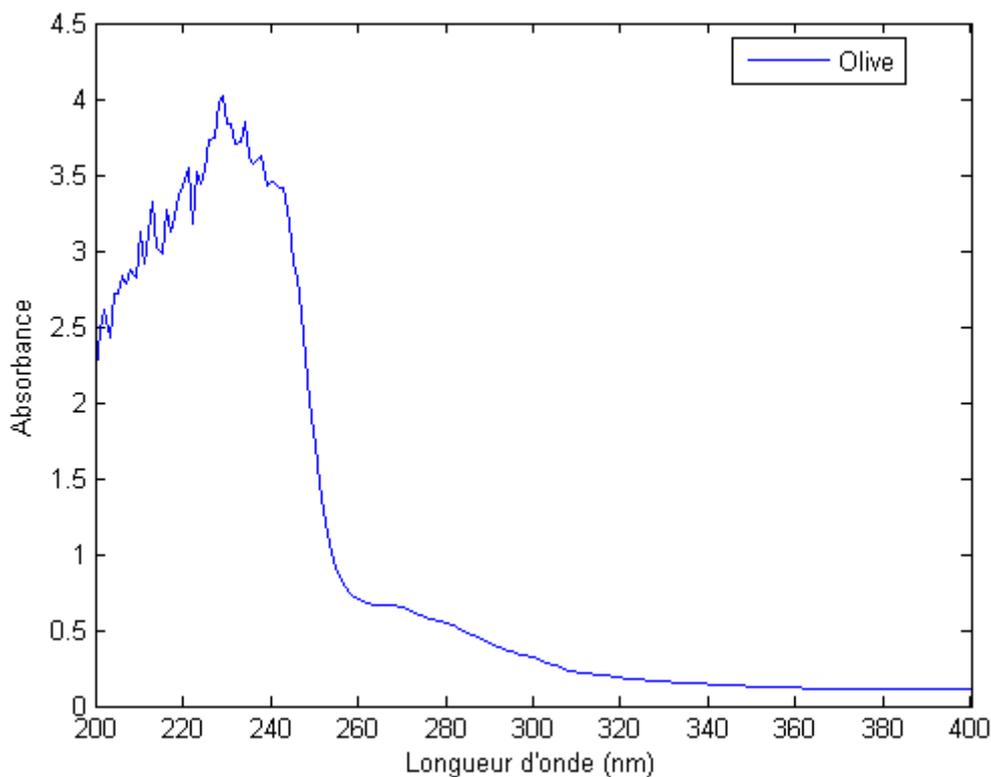
Les échantillons de la région de Ait smail, Amizour, El kseur, Feraoun, Oued ghir, Seddouk, Tala hamza et Tichy ont montré des teneurs en chlorophylle inférieures à 2,5 mg/kg, ce qui peut prévenir l'oxydation des pigments chlorophylliens et garantir une bonne conservation des huiles d'olive [123]. L'échantillon de Amtik N tafath, Kherrata1, Kherrata 2 et Sidi aich ont montré des valeurs supérieures à 2,5 mg/kg. Au début de la maturation des olives, la concentration en chlorophylles est élevée et diminue progressivement à mesure que les olives mûrissent [123-125].

Les niveaux élevés de chlorophylle dans ces échantillons pourraient être attribués à la récolte précoce des olives. Lorsque les olives sont récoltées avant leur pleine maturité, elles contiennent généralement plus de chlorophylle, ce qui peut affecter la couleur et le goût de l'huile d'olive produite.

## III.2. Analyse UV Visible des échantillons d'huile

### III.2.1. Spectres moyens d'absorption de chaque type d'huile

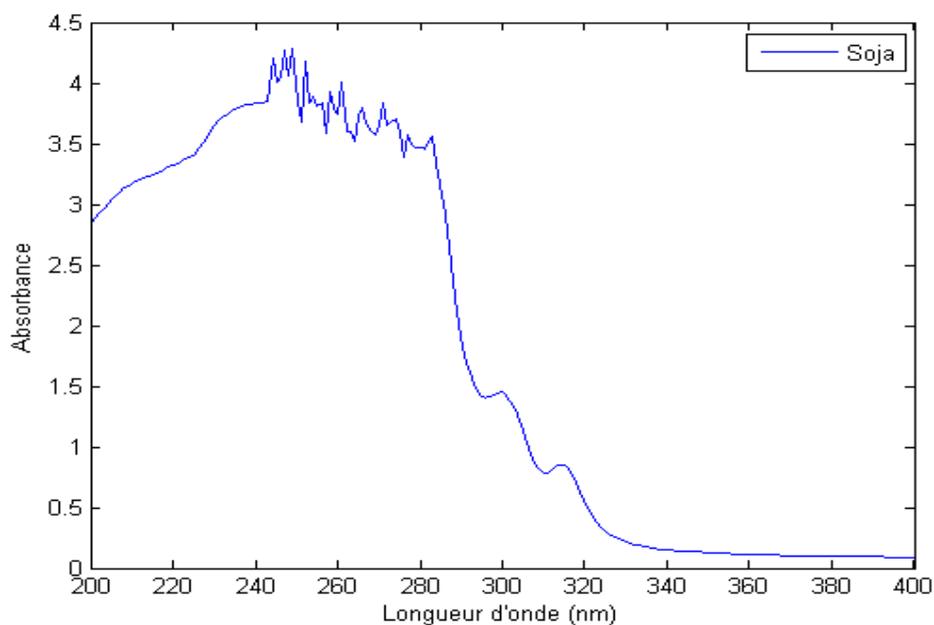
#### III.2.1.1. Huile d'olive



**Figure III.17 :** Spectre moyen d'absorption UV des échantillons d'huile d'olive.

Le spectre d'absorption UV est tracé dans l'intervalle 200-400 nm. D'après la figure III.17, le spectre présente une bande d'absorption avec des absorbances très élevées dans l'intervalle de longueur d'onde 200-240 nm. Selon la littérature [126], c'est les composés oxydés qui sont responsables de cette absorption importante. Nous remarquons aussi, une deuxième bande d'absorption dans l'intervalle de longueur d'onde 260-320 nm qui est due à la présence de composés phénoliques dans ces échantillons.

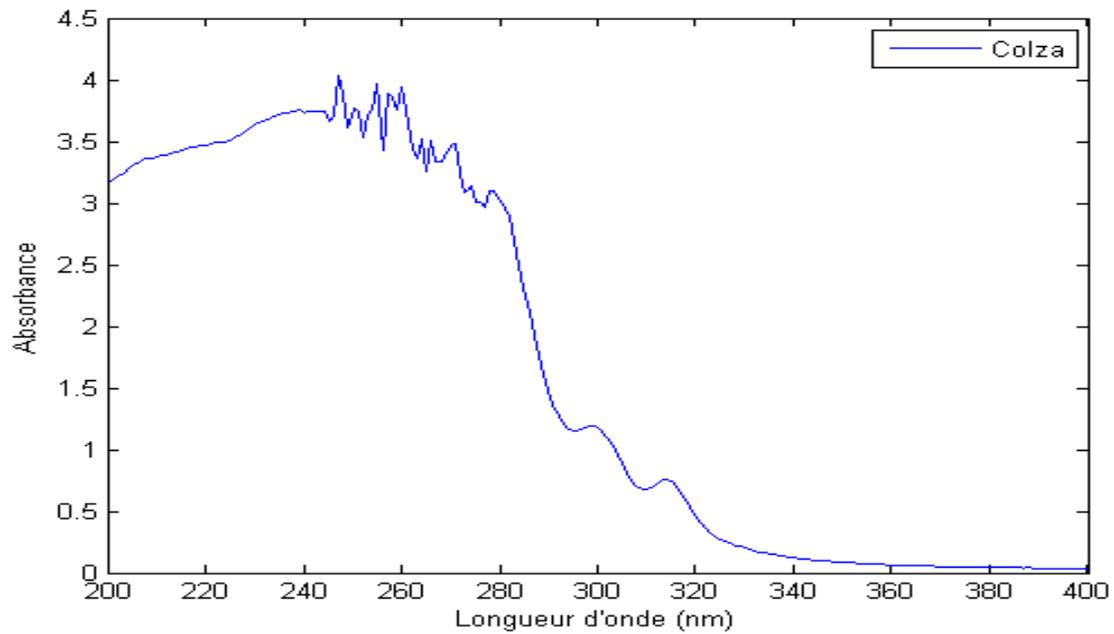
### III.2.1.2. Huile de soja



**Figure III.18 :** Spectre moyen d'absorption UV des échantillons d'huile de soja.

D'après la figure III.18, nous observons trois pics d'absorption. Dans notre étude, nous nous concentrons uniquement sur les deux pics d'absorption situés dans l'intervalle de 290 nm à 330 nm. Le premier pic se situe à 305 nm et le deuxième à 315 nm. Ces bandes d'absorption sont probablement dues à des composés présents dans l'huile de soja ou au procédé de raffinage de ces huiles.

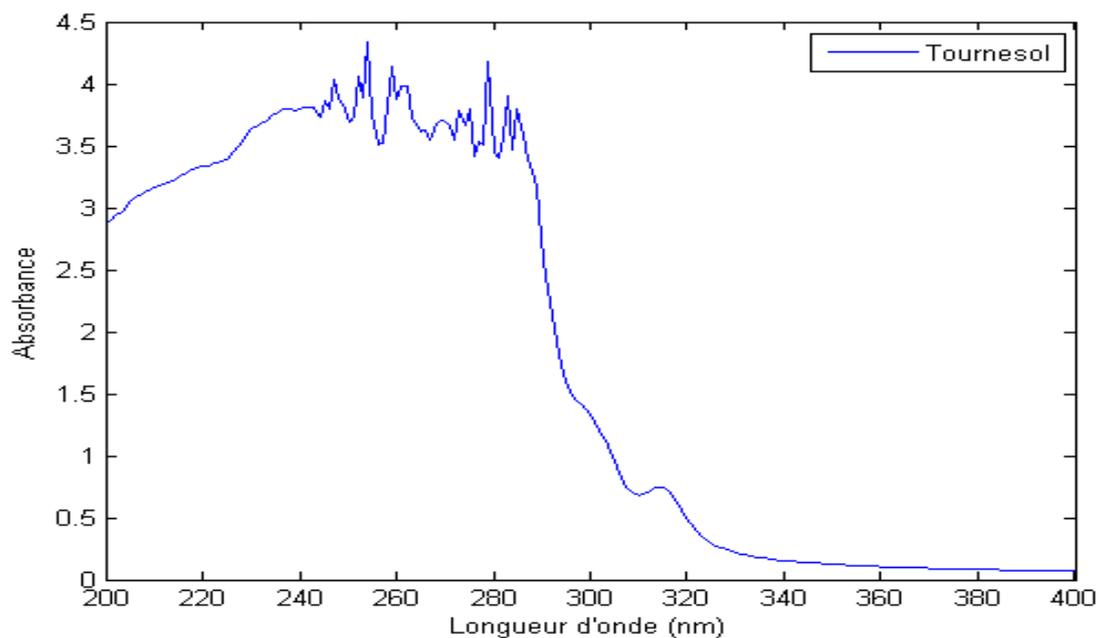
### III.2.1.3. Huile de colza



**Figure III.19** : Spectre moyen d'absorption UV des échantillons d'huile de colza.

Le spectre d'absorption de colza montre une similarité marquée avec celui de soja, avec des pics d'absorption observés à environ 305 nm et autour de 310 nm.

### III.2.1.4. Huile de tournesol



**Figure III.20** : Spectre moyen d'absorption UV des échantillons d'huile de tournesol.

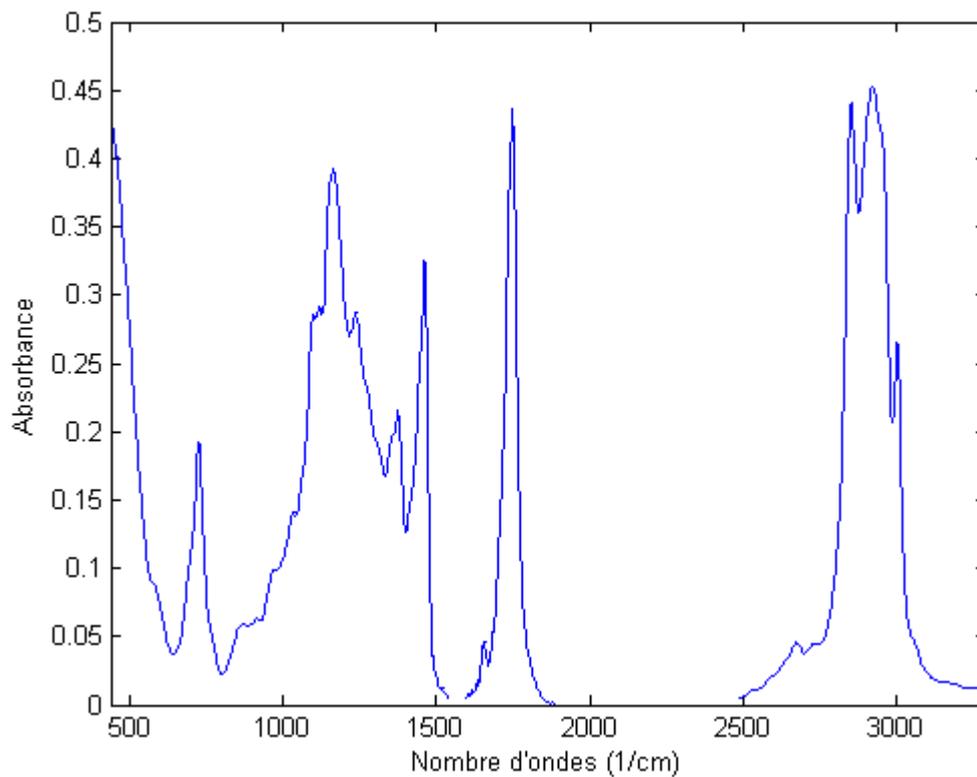
D'après la figure III.20, en plus de la bande d'absorption élevée dans l'intervalle (200-290 nm), une deuxième bande d'absorption est observée dans l'intervalle de 290 nm à 400 nm à l'environ de 315 nm. Cette bande d'absorption est présente également dans les spectres de soja et de colza (voir figures III.18 et III.19).

❖ D'après les figures III.17, III.18, III.19 et III.20, il est évident que le spectre de l'huile

### III.3. Analyse IR des échantillons d'huile

#### III.3.1. Spectres moyens d'absorption de chaque type d'huile

##### III.3.1.1. Huile d'olive



**Figure III.25 :** Spectre moyen d'absorption IR des échantillons d'huile d'olive.

### III.3.1.2. Huile de soja

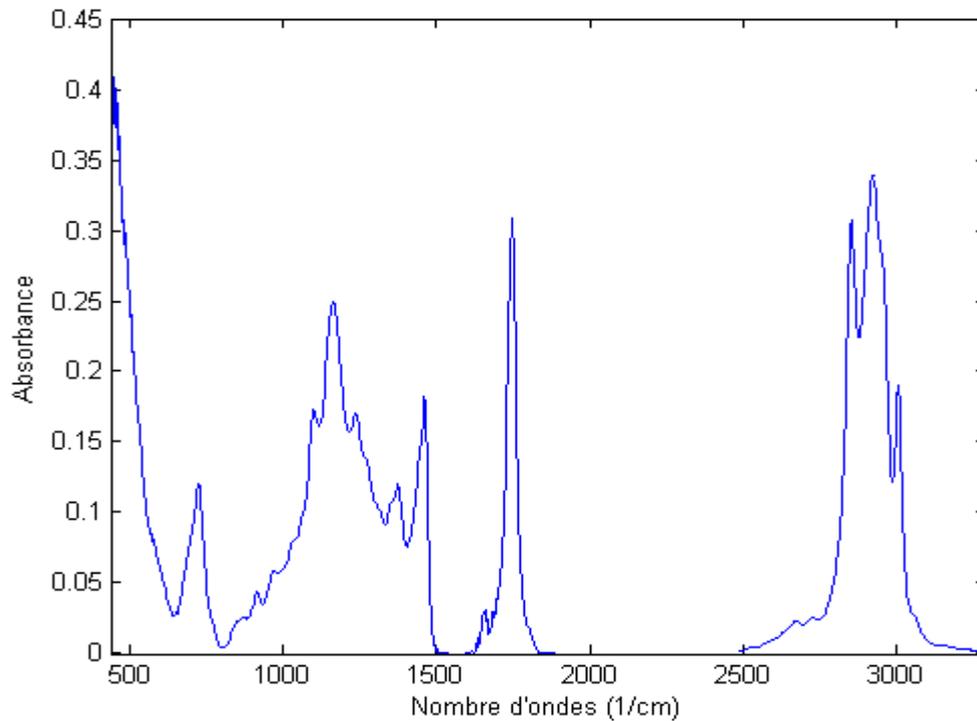


Figure III.26 : Spectre moyen d'absorption IR des échantillons d'huile de soja.

### III.3.1.3. Huile de colza

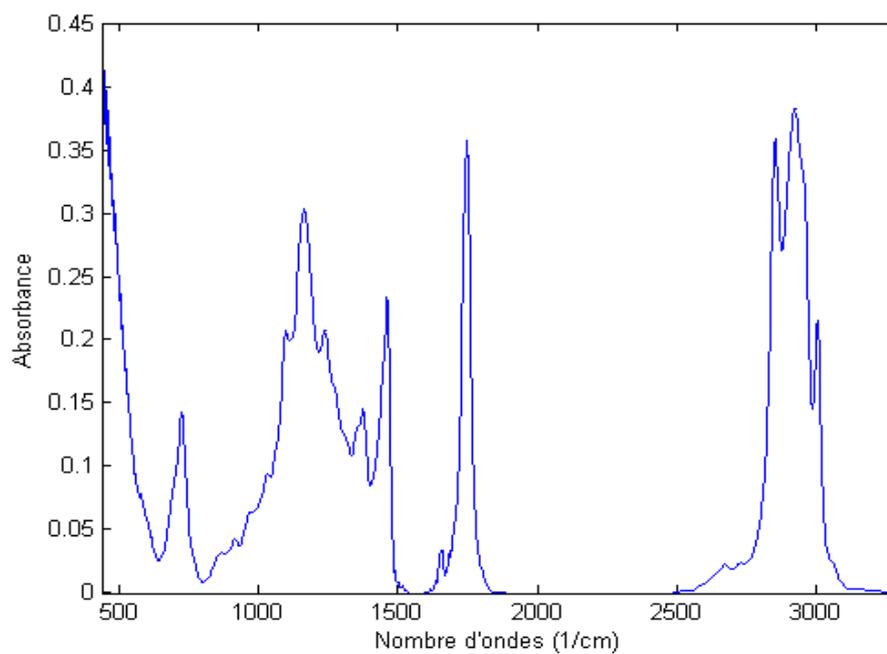
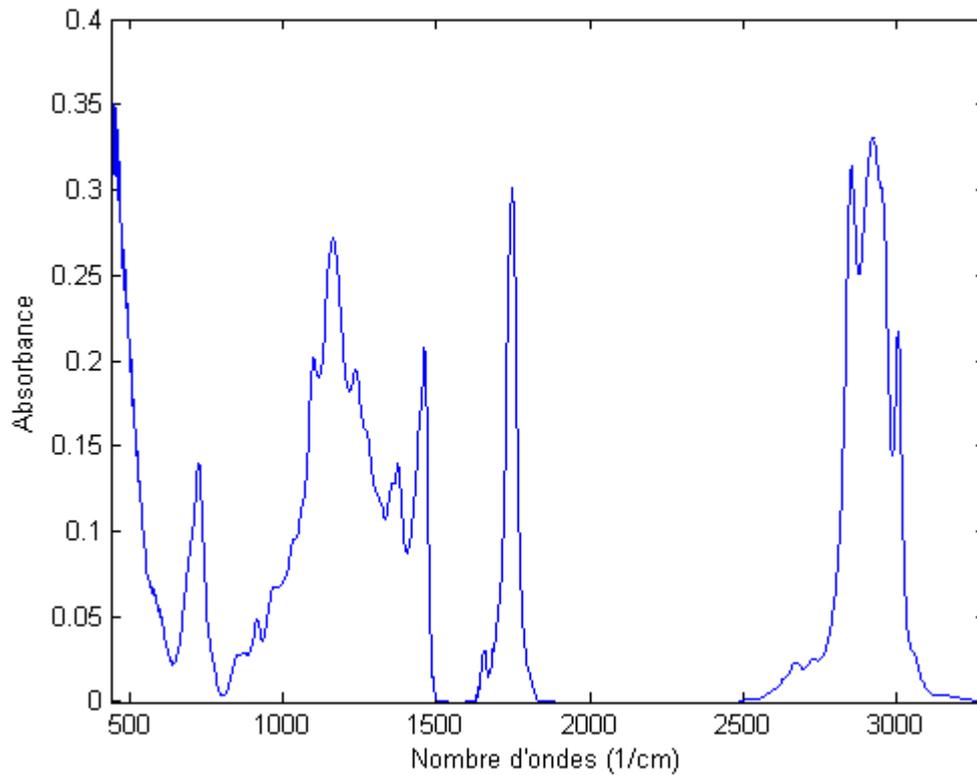


Figure III.27 : Spectre moyen d'absorption IR des échantillons d'huile de colza.

**III.3.1.4. Huile de tournesol**

**Figure III.28 :** Spectre moyen d'absorption IR des échantillons d'huile de tournesol.

- ❖ Nous remarquons que les spectres IR présentés dans les figures III.25, III.26, III.27 et III.28 sont semblables, ils présentent les mêmes pics d'absorption ceci peut être expliqué par le fait qu'elles sont tous des huiles végétales et comportent les mêmes composés.

# *Conclusion générale*

## Conclusion générale

Les expériences menées dans ce travail visent à caractériser l'huile d'olive de diverses régions de la wilaya de Bejaia et à comparer leurs paramètres physico-chimiques avec ceux d'autres huiles végétales. De plus, ce travail s'est concentré sur l'élaboration d'un modèle mathématique utilisant la méthode chimiométrique pour détecter l'authenticité des huiles d'olive à partir des données spectrales UV et IRTF.

A partir des résultats obtenus des expériences réalisées, il est possible de tirer les conclusions suivantes :

- Les échantillons d'huile d'olive ont des niveaux d'humidité variés, souvent dus à des problèmes lors de l'extraction. En revanche, les huiles végétales comme le soja, le colza et le tournesol respectent les normes Codex avec une humidité inférieure ou égale à 0,2%, grâce à un bon processus de raffinage. Cette différence est principalement due aux traitements spécifiques appliqués aux huiles végétales.
- Les échantillons d'huile d'olive respectent les normes CODEX pour la densité. De même, les échantillons des huiles végétales (soja, colza et tournesol) ont des densités qui sont en dessous des normes établies par CODEX et le COI, confirmant leur pureté. Les huiles végétales ont des densités similaires à celles de l'huile d'olive, ce qui indique des propriétés de densité comparables entre elles.
- Les valeurs de l'indice de réfraction des échantillons d'huile d'olive sont conformes aux normes CODEX, confirmant leur pureté. Celles des échantillons des huiles végétales (soja, colza et tournesol), sont aussi dans l'intervalle spécifié par le CODEX, toutes ces huiles partagent des propriétés similaires malgré des variations possibles dans leur composition spécifique et leur qualité.
- Les valeurs d'extinction spécifique K232 pour les échantillons d'huile d'olive d'Ait Smail, Tala Hamza, Kherrata1, Seddouk et Amizour respectent les normes internationales pour les huiles d'olive vierges, ( $\leq 2,6$ ). Cela indique qu'elles n'ont pas subi d'oxydation primaire. En revanche, les autres échantillons d'huile d'olive montrent des valeurs d'extinction spécifique K232 supérieures aux normes du COI, Ceci est probablement due à la méthode d'extraction laissant des traces d'eau qui favorisent l'oxydation. Une variation des valeurs de K232 pour les autres huiles végétales (soja, colza et tournesol), ce qui pourrait résulter de l'oxydation sous l'effet de l'air, de la lumière ou de la chaleur.

- Les valeurs de l'extinction spécifique UV K270 pour presque tous les échantillons d'huile d'olive sont conformes aux normes établies par COI pour les huiles d'olives vierges ( $\leq 0,25$ ). Cependant, les valeurs K270 des échantillons de Tala hamza, El kseur et Amizour sont supérieures à la limite fixée par COI. Ces résultats peuvent être attribués à une exposition excessive à l'air et à la lumière pendant le processus d'extraction de l'huile. L'extinction K270 des échantillons des huiles végétale varie entre 1,04 et 3,497, ce qui pourrait résulter de plusieurs facteurs impactant la composition chimique et la stabilité de l'huile.
- Les échantillons d'huile d'olive respectent généralement les normes internationales avec une acidité libre  $\leq 3,3$ , sauf pour Amtik N Tafath, El Kseur, Tala Hamza et Tichy, qui dépassent cette limite en raison probablement d'un stockage prolongé des olives avant extraction ou d'un contrôle insuffisant lors de la trituration. En revanche, tous les échantillons d'huiles végétales respectent les normes du Codex avec une acidité  $< 0,6$  %, grâce à un processus de raffinage efficace.
- Les concentrations de composés phénoliques varient significativement selon les zones de production, influencées par le type d'olives, les conditions environnementales, les méthodes de culture, de récolte et de transformation de l'huile. Les échantillons de Feraoun, El Kseur, Amizour, Tala Hamza, Sidi Aich et Seddouk se distinguent par des niveaux élevés de composés phénoliques. Cette caractéristique améliore la stabilité à l'oxydation de ces huiles, prolongeant ainsi leur durée de conservation.
- Une variation de la teneur en flavonoïde des échantillons d'huile d'olive en raison de facteurs comme les conditions de croissance et de transformation, ainsi que le stockage. Des niveaux élevés de flavonoïdes sont bénéfiques pour la qualité de l'huile d'olive et la santé.
- Les niveaux de caroténoïdes dans les échantillons d'huile d'olive varient de 0,652 à 4,437 mg/kg, influencés par la maturité des olives, la région de culture, la méthode d'extraction et les conditions de stockage. Certains échantillons comme Amtik N Tafath, Kherrata1, Kherrata2 et Sidi Aich présentent des niveaux élevés de chlorophylle, probablement en raison d'une récolte précoce des olives.
- L'analyse de corrélation entre les paramètres physico-chimiques étudiés a permis de constater qu'il y a une forte corrélation ( $R=0,903$ ) entre les caroténoïdes et les chlorophylles, ces derniers agissent comme antioxydants, aidant à protéger l'huile contre l'oxydation. ainsi une corrélation moindre entre l'acidité et le coefficient

d'extinction molaire K270 ( $R=0,815$ ), Une augmentation de l'acidité de l'huile est souvent associée à une augmentation du coefficient d'extinction K270, Cela est dû au fait que l'acidité élevée induit une oxydation et à la production de composés secondaires d'oxydation, Ces composés absorbent au voisinage de 270 nm.

- L'analyse chimiométrique sur les données spectrales UV a permis d'obtenir un modèle de classification, ce modèle permet de détecter les échantillons d'huile d'olive adultérées à partir de (T10). Tandis que le modèle basé sur les données infrarouge, ce modèle a permis de détecter tout les échantillons adultérés même d'adultération faible cas de (T5).

*Références*  
*bibliographiques*

### Références bibliographiques

- [1] A. Trichopoulou, P. Lagiou, Healthy traditional Mediterranean diet: an expression of culture, history, and lifestyle. *Nutrition reviews*, 55 (11), p 383-389, 1997.
- [2] E. Tripoli, M. Giammanco, G. Tabacchi, D. Di Majo, S. Giammanco, M. La Guardia, The phenolic compounds of olive oil: structure, biological activity and beneficial effects on human health. *Nutrition research reviews*, 18(1), p 98-112, 2005.
- [3] M. Servili, B. Sordini, S. Esposto, S. Urbani, G. Veneziani, I. Di Maio,... & A. Taticchi, Biological activities of phenolic compounds of extra virgin olive oil. *Antioxidants*, 3(1), p 1-23, 2014.
- [4] Conseil Oléicole International, Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux l'huiles de grignons d'olive, T. 15/NC n° 3/Rév. 6, 2011.
- [5] C. Pinatel, C. Petit, D. Ollivier, J. Artaud, Outil pour l'amélioration organoleptique des huiles d'olive vierges, *Oléagineux, Corps Gras, Lipides* .11(3), p 217-222, 2004.
- [6] S. Henry, L'huile d'olive, son intérêt nutritionnel, ses utilisations en pharmacie et en cosmétique, Diplôme d'état de docteur en pharmacie, faculté de pharmacie, université Henri Poincar, Nancy, 1, p 82, 2003.
- [7] G. Benhayoun, Y. Lazzeri, l'olivier en méditerranée du symbole à l'économie, Paris : L'Harnattan, p 135, 2007.
- [8] M. Slam-Gaouar, Bioécologie de la mouche de l'olive *Bactrocera oleae* (Gmel) et de sa microflore associée en vue d'une proposition de lutte intégrée. Mag. En biologie, Université de Tlemcen, Algérie, 2004.
- [9] A. Stephane, Oléiculture, systèmes oléicoles et territoires méditerranéens : de la filière au paysage. *Géographie*, Université Paris, 13. 2016.
- [10] Conseil Oléicole International, Normes commerciales applicable aux huiles d'olive et huiles de grignon d'olive, T.15/NC N°3/Rév.6, 2016.
- [11] Conseil Oléicole International, Estimations pour 2013/14, market newsletter no 76, p 6, 2013.

## Références bibliographiques

---

- [12] M. Mendil, L'oléiculture, Expériences algériennes, Filaha Innove. 1111, 4762, p 06, 2009.
- [13] B. Sekour, « phytoprotection de l'huile d'olive vierge (H.O.V) par ajout des plantes végétales (tym, ail, romarin) », mémoire de magister, université Mohamed Bouguerra Boumerdes, p 16, 2012.
- [14] C.Oreggia, M.Marinelli, Flos olei. Del tribunal di Roma, Italie, 2017.
- [15] R.Ghanbari, F. Anwar, K. Alkharfy M, A. Gilani, N. Saari, Valuable Nutrients and Functional Bioactive in Different Parts of Olive (*Olea europaea L.*), ISSN 1422-0067, Int.J. Mol.Sci, 13, p 3291-3340, 2012.
- [16] E. Fedli, Technologie de production et de conservation de l'huile, encyclopédie mondiale de l'olivier, P 253-283, 1997.
- [17] G. Bianchi, Lipides and phenols in table olive, Journal Lipid Science Technology, 105, p 229-242, 2003.
- [18] C. Amourettim, G.Comet, Le livre de l'olivier, Edisud, 2000.
- [19] M. Benlemlih, J. Ghanam, Polyphénols de l'huile d'olive trésors sante! 2éme édition augmenté imprimé en France (Nouvelle Imprimerie Laballery),1ER partie, chapitre1, ISBN 978-2-87211-159-6, p 48, 2016.
- [20] H. Boulkroune «L'oléiculture en petite kabylie améliorer la qualité du produit participe au développement durable de la filière», Thèse université Sétif, p 14, 2018.
- [21] Conseil Oléicole International, Trade standard applying to olive oils and olive-pomace oils, p 7, 2015.
- [22] O.J. Houshia, O. Zaid, H. Shqair, M. Zaid, N. Fashafsheh, R. Bzoor, Effect of Olive Oil Adulteration on Peroxide Value, Delta-K and on the Acidity Nabali-Baladi Olive Oil Quality, Advances in Life Sciences, 4(5), p 235-244, 2014.
- [23] P. Viola, M. Viola, Virgin olive oil as a fundamental nutritional component and skin protector. Clinics in dermatology, 27(2), p 159-165, 2009.

## Références bibliographiques

---

- [24] J. Ran, Comparison of chemical quality standards for New Zealand extra virgin olive oil a thesis submitted in partial fulfilment of the requirements for the degree of Master of Food Technology at Massey University, New Zealand (Doctoral dissertation, Massey University), 2014.
- [25] H. Ajana, A. El Antari, A. Hafidi, Fatty acids and sterols evolution during the ripening of olives from the Moroccan Picholine cultivar, *Grasas y Aceites*, 49(5-6), p 405-410, 1998.
- [26] J.J. Salas, J. Sanchez, U.S. Ramli, A.M. Manaf, M. Williams, J.L. Harwood, Biochemistry of lipid metabolism in olive and other oil fruits, *Progress in Lipid Research* 39, p 151-180, 2000.
- [27] T. Keceli, M.H. Gordon, The antioxidant activity and stability of the phenolic fraction of green olives and extra virgin olive oil, *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 81(14), p 1391-1396, 2001.
- [28] B. Baccouri, S.B. Temime, E. Campeol, P.L. Cioni, D. Daoud, M. Zarrouk, Application of solid-phase microextraction to the analysis of volatile compounds in virgin olive oils from five new cultivars, *Food chemistry*, 102(3), p 850-856, 2006.
- [29] D.Ollivier, E. Boubault, C.Pinatel, S.Souillol, M. Guère, J. Artaud, Analyse de la fraction phénolique des huiles d'olive vierges, In *Annales des falsifications, de l'expertise chimique et toxicologique* Vol. 965, p 169-196, 2004.
- [30] K. Tanouti, H. Serghini-Caid, E. Chaieb, A. Benali, M. Harkous, A. Elamrani Amélioration qualitative d'huiles d'olive produites dans le Maroc oriental, *Les technologies de laboratoire*, 06 (22), p 1-12, 2011.
- [31] M. Ahmad, S. Clyde, Les matières grasses destinées aux produits de boulangerie que sont-elles? Comment fonctionnent-elles, 1992.
- [32] N. Benrachou, R. lynda, C. HENCHIRI, Analysis of Bioactive Minor Compounds in Three Olive Oils from Varieties of Olive Tree Eastern Algerian (Bouricha, Limli and Blanquette), *Journal of Natural Remedies*, 16 p 153-164, 2016.
- [33] B. Jacotot, L'huile d'olive de la gastronomie à la santé Paris: Artulen , p 280, 1993.

## Références bibliographiques

---

- [34] N. Benyahia, K. Zein, Analyse des problèmes de l'industrie de l'huile d'olive et solutions récemment développées, 2003.
- [35] J.A. Cayuela, J.F. García, Nondestructive measurement of squalene in olive oil by near infrared spectroscopy. *Food Science and Technology*, 88, p 13-108 2018.
- [36] J. Rodríguez-Morató, L. Xicota, M. Fitó, M. Farré, M. Dierssen, R. Torre, Potential role of olive oil phenolic compound in the prevention of neuro degenerative diseases, *Molecules*, 20(3), p 4655-4680, 2015.
- [37] K.M. Phillips, D.M. Ruggio, J.I. Toivo, M. A. Swank, A.H. Simpkins, Free and Esterified Sterol Composition of Edible Oils and Fats, *Journal of Food Composition and Analysis*, 15, p 123–142, 2002.
- [38] P. Viola, L'huile d'olive et la santé Madrid: Conseil Oléicole International, p 122, 1997.
- [39] J. Velasco, C. Dobarganes, Oxidative stability of virgin olive oil. *European Journal of Lipids and Science Technology*, 104, p 661–676, 2002.
- [40] D. Garcia-González, M. Viera, N. Tena, R. Aparicio, Evaluation of the methods based on triglycerides and sterols for the detection of hazelnut oil in olive oil, *Grasas y Aceites*, 58 (4), p 344-350, 2007.
- [41] S. Ben Tamime, H. Manai, K. Methenni, B. Baccouri, L. Abaza, D. Daoud, J. Casas, E. Bueno, M. Zarrouk Sterolic composition of Chétoui virgin olive oil: Influence of geographical origin. *Food Chemistry*, 110(2), p 368-374, 2008.
- [42] D. Boskou, Phenolic Compounds in Olives and Olive Oil in Olive oil: minor constituents and Health, CRC Press, 2009.
- [43] N. Benrachou, Etude des caractéristiques physicochimiques et de la composition biochimique d'huiles d'olive issues de trois cultivars de l'Est algérien, Thèse de doctorat Biochimie, Annaba, Université d'Annaba, p 112, 2013.
- [44] A. Allalout, M. Zarrouk, Culture hyperintensive de l'olivier dans le monde et application en Tunisie, *HTE N° 157-158 SEP/DEC*, p 66-97, 2013.
- [45] A. Segura-Carretero, J. Menéndez A. Fernández-Gutiérrez, Polyphenols in Olive Oil: The Importance of Phenolic Compounds in the Chemical Composition of Olive Oil In Olives

## Références bibliographiques

---

and Olive Oil in Health and Disease Prevention, Editions Elsevier, Preedy V. R. and Ross Watson R, p 169-170, 2010.

[46] M. Benlemlih, J. Ghanam, Polyphénols d'huile d'olive, trésors et santé, Aux éditions Pietteur Marco (2e édition), p 5-113, (2012).

[47] M. Ben Mohamed, S. Boudiche, F. Kachouri, Qualité d'huile d'olive biologique. Ed. Universitaires européennes, p 20-76, 2015.

[48] R. Aparicio, J. Harwood, Handbook of olive oil, Analysis and Properties, Second edition, Springer Science, 2013.

[49] M. Kataja-Tuomola, J.R. Sundell, Effect of  $\alpha$ -tocopherol and  $\beta$ carotene supplementation on the incidence of type 2 diabetes. *Diabetologia*, 51(1), p 47-53, 2008.

[50] M.N. Criado, M.P. Romero, M. Casanovas, M.J. Motilva, Pigment profile and color of monovarietal virgin olive oils from Arbequina cultivar obtained during two consecutive crop seasons Food Chemistry, (110), p 873–880, (2008).

[51] G. Bensalem, l'huile de lentisque (*Pistacia Lentiscus L*) dans l'est algérien : caractéristiques physico chimique et composition en acides gras, Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme Magister en Sciences Alimentaires, option de Technologies Alimentaires, Université Constantine, 2015.

[52] A. Karleskind, Manuel des corps gras. Paris. ISBN 2-85206-662-9, 1992.

[53] M.N. Kosi, W. Kodjo , A. F. Balbine, K. Koffi, D. Kokouvi, O. Elolo, H. K. Kossi, Etude de quelques paramètres physicochimiques et analyse des éléments minéraux, des pigments chlorophylliens et caroténoïdes de l'huile de graines de *Griffonia simplicifolia*, 13(4): 2360-2373, 2019.

[54] D. Boskou, Olive oil: chemistry and technology, 2<sup>nd</sup> edition, AOCS Press, Champaign, P 161-162, 1996.

[55] A. Iddir, Etude comparative du comportement des huiles d'olive durant leur stockage, Influence du climat, l'altitude et la date de récolte, Thèse Doctorat, Agronomie, Université Abdelhamid Ibn Badis, Mostaganem, p 32-52, 2019.

## Références bibliographiques

---

- [56] K. Tanouti, A. El Amrani, H. Serghihini-Caid, A. Khalid, Y. Bahetta, A. Benali, M. Harkous, M. Khair, Caractérisation d'huiles d'olive produites dans des coopérative pilotes (Iakrarma et Kenine) au niveau du Maroc Oriental, Les technologies de laboratoire, 5(18), 2010.
- [57] Conseil Oléicole International, Normes commerciales applicable aux huiles d'olive et huiles de grignon d'olive, T.15/NC N°3/Rév.14, 2019.
- [58] C.L. Nekrouf, n. mendaci, o. berkoune, contrôle qualité de l'huile d'olive de la wilaya de tizi-ouzou, 2019.
- [59] G. MERIEM, Etude Des Caractéristique Physico-Chimiques Des Deux Variétés De L'huile D'olive (Chemal Et Tabelout) Issue De La Région De Biskra Et L'évaluation De Ses Effets Sur L'activité Antibactériennes, Mémoire De Master, Université Mohamed Khider De Biskra, p 48, 2019.
- [60] O. Ahmidou, C. Hammadi, Guide Du Production De L'huile D'olive, Préparé Dans Le Cadre Du Projet De Développement Du Petit Entreprenariat AgroIndustriel Dans Les Zones Périurbaines Et Rurales Des Régions Prioritaires Avec Un Accent Sur Les Femmes Au Maroc, Printed Austria, 07-21042march 2007:300, 2007.
- [61] R. GHALMI, Effet De Facteurs Agronomique Et Technologique Sur Le Rendement Et La Qualité De L'huile D'olive, Thèse Doctorat, Ecole Nationale Supérieure Agronomique El Harrach Alger, p 67, 2012.
- [62] S. Veillet, enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive entre tradition et innovation, thèse pour obtenir le grade de docteur en sciences, option science des aliments, université d'avignon et des pays de vau chasés, p 3-115, 2010.
- [63] Z. Abdellaoui F.Kadouci, Indice des lipides et le rendement d'extraction de deux préparations d'huile d'olive industriel et traditionnel, Université de Tlemcen, 2020.
- [64] Conference des Nations Unies sur le Commerce et le Développement (CNUCED), Accord international de 2005 sur l'huile d'olive et les olives de table, Nations Unies TD/OLIVE.OIL.10/6, 2005.
- [65] ADE, Evaluation des impacts des principales mesures de l'OCM dans le secteur de l'huile d'olive. s.l.s.n, p192, 2002

## Références bibliographiques

---

- [66] H. Chimi, Technologie d'extraction de l'huile d'olive et gestion de sa qualité, Bulletin mensuel d'information et de liaison du PNTTA, Maroc, 2006.
- [67] T. Clément, L. Nocentini, M. Latruberce, Rapport final – Evaluation des instruments du secteur oléicole dans le cadre de la PAC, Agrosynergie, 2009.
- [68] G. Bianchi, Extraction Systems and olive oil, OCL, 6: 49 – 55, 1999.
- [69] R. Aparicio, L. Ferreiro, V. Alonso, Effect of climate on the chemical composition of virgin olive oil. *Analytica Chimica Acta*, 292(3), p235-241, 1994.
- [70] A. Ouaouich, H. Chimi, Guide du producteur de l'huile d'olive, Projet de développement du petit entrepreneuriat agro-industriel dans les zones périurbaines et rurales des régions prioritaires avec un accent sur les femmes au Maroc, Vienne, p 8, 2007.
- [71] R. Malheiro, S. Casal, P. Baptista, J. A. Pereira, A review of *Bactrocera oleae* (Rossi) impact in olive products: from the tree to the table, *Trends in Food Science & Technology*, 44(2), p226-242. (2015).
- [72] A. Cimato, Effect of agronomic factors on virgin olive oil quality. *gas*, 61, p7, 1990.
- [73] A. El Antari, A., Hilal, Boulouha, A. El Moudni, 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, 2000.
- [74] H. Chimi, Qualité des huiles d'olive au Maroc. Transfert de Technologie en Agriculture. Bulletin Mensuel d'Information et de Liaison du Programme National de Transfert de Technologie en Agriculture, 79: p 1-4, 2001.
- [75] I. Gharbi, M. Issaoui, S. Mehri, I. Cheraief, S. Sifi, M. Hammami, Agronomic and technological factors affecting Tunisian olive oil quality, *Agricultural Sciences*, 6(05), p513, 2015.
- [76] C. Montpellier, l'huile d'olive : intérêts alimentaire et cosmétique, Thèse, Université d'Aix-Marseille – Faculté de Pharmacie – 27 bd Jean Moulin – CS 30064 - 13385 Marseille cedex 05 – France, 2019.
- [77] X. Pelletier, S. Belbraouet, D. Mirabel, A diet moderately enriched in phytosterols lowers plasma cholesterol concentrations in normocholesterolemic humans, 1995.

## Références bibliographiques

---

- [78] A. Berbert, CR. Kondo, CL. Almendra, T. Matsuo, I. Dichi, Supplementation of fish oil and olive oil in patients with rheumatoid arthritis, (2005).
- [79] M. Rosa, E. Lamuela-Raventos, E. Gimeno, F. Montse, AI. Castellote, M. Covas, MC. De la torre-Boronat, MC. Lopez-Sabater Interaction of Olive Oil Phenol Antioxidant Components with Low-density Lipoprotein, 2004.
- [80] E. Leon Carralafuente, Les bienfaits del'huile d'olive, Diabète et société, 2003.
- [81] C. Virginie, M. Melanie, Le soja, la reine des légumineuses, 2007.
- [82] D. Ignace, Transformation et aspects industriels, technique de l'ingenieur, traite agroalimentaire, F 6030, p 1 – 12, 2001.
- [83] J.F. Platon, Raffinage de l'huile de soja, American Soybean Association U.S.A, 1988.
- [84] S, Seth, Y.C. Agrawal, P.K. Ghosh, D.S. Jayas, B.P.N. Singh, Oil extraction rates of soya bean using isopropyl alcohol as solvent. Biosystems Engineering, Vol. 97: p 209-210, 2007.
- [85] J. Blin, M.H. Dabat, G. Faugere, E, Hanff, N. Weisman, Opportunité de développement des biocarburants au Burkina Faso. Ministère de l'agriculture, de l'hydraulique et des ressources halieutiques, p 63. 2008.
- [86] M.C. Kashyap, Y.C. Agrawal, P.K. Ghosh, D.S. Jayas, B.C. Sarkar, B.P.N. Singh, Oil extraction rates of enzymatically hydrolyzed soybeans, Journal of Food Engineering .Vol. 81, p 612, 2007.
- [87] M. Carli, F. Coelho Costa, O. Silva, Guide technique pour une utilisation énergétique des huiles végétales. CDU. Éd. 2, p 27, 2008.
- [88] F. Poisson, L. Nacre, Corps gras alimentaires, aspects chimiques, biochimique et nutritionnels. In lipides et corps gras alimentaires. Ed. Tec et Doc, Lavoisiner, 2003.
- [89] J.L. Multon, Industrie des corps. In : additifs et auxiliaires de fabrication dans l'industrie agroalimentaire, 3éme éd. Paris : Lavoisier, 627p (Collection Science & techniques agroalimentaires). ISBN 2-7430-0436-3. 2002.

## Références bibliographiques

---

- [90] D. Bennouna, Etude de l'impact de l'environnement et de la génétique sur la qualité nutritionnelle du colza par une approche métabolomique, thèse doc,spéci,bio chimie,Université, Aix-Marseille, p 15-18, 2018.
- [91] J. Graille, Les corps gras alimentaires: aspects chimiques, biochimiques et Nutritionnelles, In : les lipides et gras alimentaires, Ed. Lavoisiner, Paris, p 225, 2003.
- [92] N. Eskin, B. Caballero, P.M. FinglasToldrá F. Rape seed Oil / Canola. In : "Encyclopedia of Food and Health", Academic Press, p 581-585, 2016.
- [93] D. Kaiser, S. Handschin, R. Rohr, G. Bachier Set Grabenweger, Co-formulation of Beauveriabassiana with natural substances to control pollen beetles-synergy between fungal spores and colza oil, Biological Control, 140: p 104-106, 2020.
- [94] A Merrien, A. Pouzet, Sources et monographies des principaux corps gras, In : manuel des corps gras.1. 115-316. ed : techniques et documentation, Londres Paris New York. ISBN : 2-85206-662-9, 1992.
- [95] Corinne Mohtadj-Lamballait, lipides. In : les aliments. 87-101. ed : maloine. Paris. ISBN : 2-224-01889-4. 1989.
- [96] A. Barka, Evaluation des indices de nature physico chimiques de quelques huiles alimentaires de friture et impact sur la sante de consommateur, (2016).
- [97] D. Bernadette, Interet nutritionnel des huiles de tournesols: Tournesol linoleique et tournesol à haute teneur en oleique, Article in OCL - Oilseeds and Fats, Crops and Lipids, 2000.
- [98] International Standard Organization, Méthode ISO/662.Corps gras d'origines animale et végétale -détermination de l'humidité, Ed.2, 1998.
- [99] Ph. Lion, Travaux pratiques de chimie organique. Ed. Dunod, Paris, 1955.
- [100] Association Française de Normalisation (AFNOR), Recueil de normes françaises Corps gras –graines oléagineuses produits dérivés. 4ème édition. Paris, P 459, 1984.
- [101] International Standard Organization (ISO), Méthode ISO/3691, Corps gras d'origines animales et végétale-détermination de l'indice d'iode.Editions 3, 1996.

## Références bibliographiques

---

- [102] C. Alais, G. Linden, L. Miclo, Lipides. In: Biochimie alimentaire. Ed Dunod, p.51-71, 2003.
- [103] C. Alais, G. Linden, L. Miclo Lipides. In : Biochimie alimentaire. Ed Dunod, 1999.
- [104] Conseil Oleicole international (C.O.I), Analyse spectrophotométrique dans l'ultraviolet. T20 : Doc 19, Madrid.Espagne, 1996.
- [105] Lion, Travaux pratiques de chimie organique. Ed. Dunod, Paris, 1995.
- [106] J. Faghim, F. Guasmi, M. Ben Mohamed, S. Ben Ali, T. Triki, A. Guesmi, T. Zammouri, L. Mostfa, K. Nagaz, Comparaison de la composition physicochimique d'huile d'olive chez la variété Chemlal sous l'effet d'irrigation. Revue des Régions Arides, 43 : p 513-521, 2017.
- [107] D. Boskou, Olive Oil. In World Review of Nutrition and Dietetics, A.P. Simopoulos, and F. Visioli, eds. (Basel: KARGER), p 56-77, 2000.
- [108] H. Zhao, J. Dong, J. Lu, J. Chen, , Y. Li, L. Shan, ... & G. Gu, Effects of extraction solvent mixtures on antioxidant activity evaluation and their extraction capacity and selectivity for free phenolic compounds in barley (*Hordeum vulgare* L.), Journal of agricultural and food chemistry, 54(19), p 7277-7286, 2006.
- [109] R. Apak, K.Güçlü, B. Demirata, M.Özyürek, S. Celik, B. Bektaşoğlu, K. Berker, D. Özyurt, Comparative evaluation of various total antioxidant capacity assays, 2007.
- [110] A. Djeridane, M. Yousfi, B. Nadjemi, D. Boutassouna, P. Stocker, N. Vidal, Antioxidant activity of some Algerian medicinal plants extracts containing phenolic compounds, *Food chemistry*, 97(4), 654-660, 2006.
- [111] Y. Tan, Rapid determination of olive oil carotenoids by HPLC. J. Micronutr Anal, N°3. P.97-106, 1994.
- [112] H. van den berg, R. Faulks, Grando., J. Hirschberg, B. Olmedilla, G. Sandmann, S. Southon, W. Stahl, The potential for improvement of carotenoid levels in food and likely systemic effects, *Journal of food Agriculture* 80:880-912, 2000.
- [113] M.I. Minguez-Mosquera., L. Rejano, B. Gandul, A. Higinio, J. Carido Color pigment correlation in virgin olive oil. Journal of American Oil Chemist's Society, 68: p 332-

## Références bibliographiques

---

336, 1991.

[114] A. Camut, « Mise en place du contrôle terminal des préparations d'anticancéreux injectables par spectrométrie UV-visible / IRTF, Multispec® à l'Unité de Pharmacie Clinique et Cancérologique de l'Hôpital Bon Secours de Metz : Aspects analytiques et organisationnels », thèse pour le diplôme d'état de docteur en pharmacie, Université Henri Poincaré - Nancy I, France, 2009.

[115] D.W. Krevelen Van; K. te Nijenhuis, B.V. Elsevier, Copyright. Properties of polymer. Their correlation with chemical structure; their numerical estimation and prediction from additive Group contributions, 2009.

[116] K. Javidnia, M. Parish, S. Karimi, B. Hemmateenejad, Discrimination of edible oils and fats by combination of multivariate pattern recognition and FT-IR spectroscopy: a comparative study between different modeling methods, *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 104, p 175-181, 2013.

[117] R. Da Silveira, J.M. Vágula, I.L. Figueiredo, T. Claus, M.B. Galuch, O.O.S. Junior, J.V. Visentainer, Rapid methodology via mass spectrometry to quantify addition of soybean oil in extra virgin olive oil: A comparison with traditional methods adopted by food industry to identify fraud, *Food Research International*, 102, p 43-50, 2017.

[118] O. Galatier, N. Dupuy, Y. Le Dréau, D. Ollivier, C. Pinatel, J. Kister, J. Artaud, Geographic origins and composition of virgin olive oils determined by chemometric analysis of NIR spectra, *Analytica chimica acta*, 595(1), p 136-144, 2007.

[119] Codex Alimentarius, (CAC/RCP 1-1969 rev. 4.) , Graisse, huiles et produits dérivés, 2003.

[120] Codex Stan 33-1981, Norme pour les huiles d'olive et les huiles de grignons d'olive Adoptée en 1981. Révision : 1989, 2003, 2015, Amendement : 2009, 2013, 2015.

[121] Codex Stan 192-1995 norme générale pour les additifs alimentaires Adopté en 1995. Révision 1997, 1999, 2001, 2003, 2004, 2005, 2006, 2007, 2008, 2009, 2010, 2011, 2012, 2013, 2014, 2015, 2016, 2017, 2018, 2019, 2021, 2023.

[122] F.D. Daoudi, A. Cherif, Etude comparative des acides gras de quelques huiles d'olives tunisienne – Influence du procédé technologique d'extraction sur la qualité des huiles obtenues, *Revue Française des Corps gras*, 5, p 236-245, 1981.

## Références bibliographiques

---

- [123] S. Boulfane, N. Maata, A. Anouar , S. Hilali , Caractérisation physicochimique des huiles d'olive produites dans les huileries traditionnelles de la région de la Chaouia-Maroc, 2015.
- [124] M.N. Criado, M.J. Motilva, M. Goni, M.P. Romero, Comparative study of the effect of the maturation process of the olive fruit on the chlorophyll and carotenoid fractions of drupes and virgin oils from Arbequina and Farga cultivars, *Food chemistry* 100, p 748-755. 2007.
- [125] O. Baccouri, M. Guerfel, B. Baccouri, L. Cerretani, Chemical composition and oxidative stability of Tunisian monovarietal virgin olive oils with regard to fruit ripening, *Food Chemistry*, 109: 743-754, 2008.
- [126] M.E. Báez, M.Bravo, C. Cid, F. Labra, Determination of total phenolic content in olive oil samples by UV-visible spectrometry and multivariate calibration, *Food Anal. Methods* 5, p 1311-1319, 2012.

## Résumé

Cette étude vise à évaluer la qualité des huiles végétales, notamment l'huile d'olive, en tenant compte de l'influence des facteurs physico-chimiques et organoleptiques, tout en s'intéressant aux risques liés aux pratiques frauduleuses, telles que l'adultération. L'objectif principal est de caractériser les paramètres physico-chimiques des échantillons d'huile d'olive provenant de différentes régions de la wilaya de Béjaïa, ainsi que d'autres huiles végétales (soja, colza, tournesol) disponibles sur le marché. L'analyse porte sur des critères tels que la teneur en eau, la densité, l'indice de réfraction, l'indice d'acidité, et les concentrations en polyphénols, flavonoïdes et pigments. Par ailleurs, l'étude vise à développer un modèle mathématique basé sur des données spectrales obtenues par UV-visible et IRTF, afin de détecter efficacement les cas d'adultération de l'huile d'olive.

**Mots clés :** huile d'olive, huiles végétales, paramètres physico-chimiques, méthodes mathématiques, adultération.