

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 des techniques de séparation et de
récupération

Mémoire EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE Master

Domaine : Sciences et Technologies Filière : Génie des Procédés
Spécialité : Génie Alimentaire

Présenté par

M^{elle} AISSOU Lidia et M^{elle} KARTOUT Nabila

Thème

**Caractérisation de l'huile d'olive de quelques régions et élaboration
d'un modèle de classification en fonction de leur origine géographique.**

Soutenue le 08/07/2024

Devant le jury composé de :

Nom et Prénom	Grade	Affiliation	Qualité
SENHADJI OUNISSA	Pr	Université de Bejaïa	Président
SELLAMI FERHAT	MCB	Université de Bejaïa	Examineur
KACHBI ABDELMALEK	MCA	Université de Bejaïa	Encadrant
ZAMOUCHE DYHIA	Doctorante	Université de Bejaïa	Co- Encadrant

Année Universitaire : 2023/2024

Remerciements

Ce travail a été réalisé au niveau du laboratoire de recherche LPMTSR de la Faculté de technologie de l'Université Abderrahmane Mira, Bejaia.

Le grand Merci nous le réservons à DIEU le tout puissant pour le courage et la volonté qu'il nous a accordé pour mener à bien notre travail.

Nous remercions profondément nos encadrants Mr KACHBI Abdelmalek et madame ZAMOUCHE Dyhia pour

leurs soutien et les efforts fournis pour nous diriger vers la bonne voie et n'oublions jamais

ses critiques bénéfiques pour nous diriger vers un esprit scientifique

Nos vifs remerciements pour les membres du jury à commencer par Mme SENHADJI Ounissa qui nous

a fait l'honneur de présider notre jury.

A Mr SELLAMI Ferhat d'avoir accepté d'examiner ce modeste travail.

Nous tenons à exprimer nos remerciements à tous les membres de laboratoire des procédés membranaires et techniques de séparation et de récupération

Merci pour votre noblesse et pour ses efforts avec nous.

Dédicaces

Avant toute chose je tiens à remercier Dieu le tout puissant pour m'avoir
donné la santé, la force, le courage et la patience afin de réaliser ce modeste
travail que je dédie :

Au meilleur des pères AZIZ

A ma très chère maman NADJIA

Qu'ils trouvent en moi la source de leur fierté

A qui je dois tout

A ma sœur ASMA et mon frère WALID

A qui je souhaite un avenir radieux plein de réussite

A mes cousins et cousines

Manel, Sonia, Samy, Sarah, Mounir, Mohamed, Ilyane et Lea

A toute la famille « AISSOU »

A tous mes Amis

A tous ceux qui me sont chers

AISSOU LIDIA

Dédicaces

Comme marque de reconnaissance, je dédie ce modeste travail à :

À mes très chers parents Mohand Ouidir et Zebida qui m'ont tant soutenu tout au long de mon parcours. Aucun Remerciement ne pourrait être suffisant. Que Dieu leur donne santé et longue vie.

À mon unique et très chère sœur Kahina, pour L'encouragement permanent et son soutien moral qui m'ont permis de réaliser les études pour lesquelles je me destine et par conséquent ce mémoire.

À mes deux piliers que j'ai toujours trouvé à mes côtés, mes frères Nabil et Lyes.

À tous mes chers ami(e)s.

Nabila

Liste des abréviations

A : Absorbance

A% : Acidité libre

ACP : Analyse Composantes Principales

AG : Acide Gras

AFNOR : Association Française de Normalisation

AOP : Appellation d'origine protégée

COI : Conseil Oléicole International

DPPH: 2, 2-Diphényl-1 picryldrazyl

FAO: Food and Agriculture Organization

H% : Humidité

HDL : Lipoprotéines à haute densité (Height Density Lipoproteins)

HGO : Huiles de grignons d'olive

HGOB : Huiles de grignons d'olive brute

HGOR : Huiles de grignons d'olive raffinée

HO : Huiles d'olive

HOR : Huiles d'olive raffinées

HOV : Huile d'olive vierges

HOVC : Huile d'olive vierge courante

HOVE : Huile d'olive vierge extra

HOVL : Huile d'olive vierge lampante

IA: Indice d'Acide

IP : Indice de Peroxyde

IR : Infrarouge

K232 : Coefficient d'extinction molaire à 232 nm

K270 : Coefficient d'extinction molaire à 270 nm

LDL : Lipoprotéines à basse densité (Low Density Lipoproteins)

Max : Maximum

mg EAG : Milligramme Equivalent de l'acide galique

mg EQ : Milligramme Equivalent de la quercétine

N : Normal

PET : Polyéthylène téréphtalate

UV : Ultra-Violet

Liste des figures

Figure 1: Carte oléicole mondiale.....	3
Figure 2 : Zone oléicole en Algérie.	4
Figure 3 : Composition chimique de l'huile d'olive.	8
Figure 4 : Structure des triglycérides.	9
Figure 5 : Structure des tocophérols.	11
Figure 6 : Structures chimiques des Chlorophylle a et b.....	12
Figure 7 : Structure chimiques des caroténoïdes.	13
Figure 8: Structure de base des polyphénols.	13
Figure 9 : Structure générale des acides hydroxybenzoïques.	14
Figure 10 : Structure générale des acides cinnamiques (phenylpropanoïdes).....	14
Figure 11: Squelette de base des flavonoïdes.	15
Figure 12 : Structures chimiques des principaux flavonoides présents dans l'olive.....	15
Figure 13 : Structure des stilbènes.	16
Figure 14: Structure des deux types de tanins.	16
Figure 15: Structure du pinorésinol et de l'acétoxypinorésinol.	17
Figure 16 : Structure générale d'un squalène.	17
Figure 17 : La récolte des olives à la main et au peigne manuel.....	18
Figure 18: Effeuilage et lavage des olives.....	19
Figure 19: Système discontinu d'extraction par presse.....	20
Figure 20 : Les processus d'extraction de l'huile d'olive.	21
Figure 21: Les échantillons de l'huile d'olive.	26
Figure 22 : Différentes étapes de la détermination du taux d'humidité de l'huile d'olive.....	28
Figure 23 : Détermination de la densité.....	29
Figure 24 : Détermination de l'extinction spécifique.....	32
Figure 25 : différentes étapes de l'extraction des composés phénoliques.....	33
Figure 26 : Dosage des composés phénoliques.	34
Figure 27 : Mécanisme de réaction de chlorure d'aluminium avec les flavonoïdes.....	35
Figure 28 : Structure chimique du radical libre DPPH°.....	37
Figure 29 : Echantillons d'huile d'olive diluées avec l'hexane et Spectrophotomètre UV-visible.	38

Figure 30 : Spectrophotomètre IR.	39
Figure 31 : Teneurs en eau et en matières volatiles des échantillons d'huile d'olive.....	40
Figure 32 : Densité des différents échantillons d'huile d'olive.....	41
Figure 33 : Acidité libre des échantillons d'huile d'olive.....	42
Figure 34 : L'indice de peroxyde des échantillons d'huile d'olive.....	43
Figure 35 : Absorbance dans l'UV à 232 nm des échantillons d'huile d'olive.....	44
Figure 36 : Absorbance dans l'UV à 270 nm des huiles d'olive étudiées.....	44
Figure 37 : Teneur en chlorophylle des huiles étudiées.	45
Figure 38 : Teneur en caroténoïde des huiles étudiées.	46
Figure 39 : Courbe d'étalonnage de l'acide gallique.	47
Figure 40 : Teneur en polyphénols totaux des échantillons d'huile d'olive.....	48
Figure 41 : Courbe d'étalonnage de la quercétine.	49
Figure 42 : Teneur en flavonoïde totaux des huiles étudiées.	49
Figure 43 : Taux d'inhibition du radical DPPH des échantillons d'huile d'olive.....	50
Figure 44 : Spectres d'absorption UV des échantillons d'huile diluée.....	51
Figure 45 : Spectres infrarouge des huiles étudiées.	52
Figure 46 : Interface de l'ACP_ modélisation des paramètres.....	55
Figure 47 : Projection des échantillons sur la base des paramètres physicochimiques dans l'espace (PC1, PC2).	55
Figure 48 : Interface ACP sur les données spectrales UV.....	56
Figure 49 : Projection des échantillons sur la base des données spectrales UV dans l'espace (PC1, PC2).	56
Figure 50 : Interface ACP sur les données spectrales IR.....	57
Figure 51 : Projection des échantillons sur la base des données spectrales IR dans l'espace (PC1, PC2).....	58

Liste des tableaux

Tableau 1 : Principales variétés d'olivier en Algérie.	5
Tableau 2 : Critères de qualité des différentes catégories d'huile d'olive selon les normes du codex Alimentarius.	7
Tableau 3 : Les principaux triglycérides de l'huile d'olive.....	9
Tableau 4 : Composition moyenne en acides gras totaux de l'huile d'olive.....	10
Tableau 5 : Les bienfaits de l'huile d'olive pour la santé humaine.....	22
Tableau 6 : Zones géographiques des huiles étudiées et leurs codes.....	27
Tableau 7 : Matériel et réactifs utilisé pour l'analyse des huiles d'olive.....	27
Tableau 8 : Valeurs normatives des paramètres physico-chimiques des huiles d'olive.....	40
Tableau 9 : Valeurs du coefficient de corrélation.....	53

Sommaire

Remerciements

Dédicaces

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Table de matières

Introduction générale.....1

Chapitre 1 : Synthèse bibliographique

1.1. Généralités sur l'olivier3

1.1.1. Origine de l'olivier3

1.1.2. Importance de l'oléiculture.....3

1.1.2.1. Dans le monde.....3

1.1.2.2. En Algérie.....4

1.2. Profil variétal de l'olivier en Algérie.....5

1.3. Huile d'olive.....5

1.3.1. Huiles d'olive vierges.....5

1.3.1.1. Huiles d'olive vierges propres à la consommation en l'état.....6

1.3.1.2. Huiles d'olive vierges lampante (non propres à la consommation en l'état).....6

1.3.2. Huile d'olive raffinée.....6

1.3.3. Huile de grignons d'olive6

1.4. La qualité de l'huile d'olive.....7

1.5. Composition de l'huile d'olive8

1.5.1. Fraction saponifiable.....9

1.5.2. Fraction insaponifiable.....10

1.6. Les procédés technologiques d'extraction de l'huile d'olive.....18

1.7. Conservation et stockage des huiles d'olive21

1.8. Les bienfaits de l'huile d'olive.....22

1.9. Analyses chimométriques.....23

1.9.1. Analyse en composantes principales (ACP).....23

Chapitre 2 : Matériels et méthodes

2.1. Echantillonnage.....26

2.2. Matériels et réactifs utilisés27

2.3. Analyses physico-chimiques.....	28
2.3.1. Teneur en eau et en matières volatils.....	28
2.3.2. Densité.....	29
2.3.3. Indice d'acide et d'acidité.....	29
2.3.4. Détermination de l'indice de peroxyde.....	30
2.3.5. Coefficients d'extinction spécifique K_{232} ; K_{270}	31
2.3.6. Détermination de la teneur en pigments.....	32
2.3.7. Extraction des composés phénoliques.....	33
2.3.8. Dosage des composés phénoliques	33
2.3.9. Teneur en Flavonoïdes.....	35
2.3.10. Etude de l'activité antioxydante.....	36
2.3.11. Analyse spectroscopique UV.....	37
2.3.12. Analyses par spectroscopie infrarouge	38
2.4. Analyses chimométriques.....	39
2.4.1. Analyse de la corrélation.....	39
2.4.2. Analyse en composantes principales	39
Chapitre 3 : Résultats et discussions	
3.1. Analyses physico-chimiques	40
3.1.1. Teneur en eau (humidité).....	40
3.1.2. Densité	41
3.1.3. Acidité libre	41
3.1.4. Indice de peroxyde	42
3.1.5. Coefficients d'extinctions K_{232} , K_{270}	43
3.1.5.1. Absorbance dans l'UV vers 232 nm	43
3.1.5.2. Absorbance dans l'UV vers 270 nm.....	44
3.1.6. Détermination de la teneur en pigments (chlorophylles et caroténoïdes)	45
3.1.7. Détermination de la teneur en composés phénoliques totaux	46
3.1.8. Détermination de la teneur en flavonoïde	48
3.1.9. Activité antioxydante par le test de piégeage du radical DPPH	50
3.2. Analyse spectroscopique UV	51
3.3. Analyse spectroscopique IR	52
3.4. Analyses chimométriques	53
3.4.1. Analyse de la corrélation.....	53
3.4.2. Analyse en Composantes Principales	54

3.4.2.1. ACP sur les paramètres physico-chimiques.....	54
3.4.2.2. ACP sur les données spectrales UV.....	55
3.4.2.3. ACP sur les données spectrales IR.....	57
Conclusion générale.....	59
Références bibliographiques	

Introduction générale

Introduction générale

Ces dernières années, les études sur l'authenticité des aliments ont porté sur les huiles d'olive et leur composition en fonction de leur origine géographique ou variétale. En effet, les consommateurs sont de plus en plus attentifs à la qualité des produits alimentaires qu'ils achètent. Des études de marketing et de sociologie montrent que les consommateurs s'appuient sur leurs perceptions sensorielles et sur des informations externes, telles que les valeurs nutritionnelles ou les certifications présentes sur l'étiquette, pour évaluer la qualité des aliments. En outre, les concepts de « qualité », de « sécurité », de « traçabilité » et d'« authenticité » ne sont pas clairement définis par les consommateurs et sont souvent liés les uns aux autres [1]. L'authenticité est également associée à des produits plus « naturels » et « sains », pour lesquels les consommateurs sont prêts à payer un prix plus élevé. De nombreux aspects, tels que la méthode de production, l'origine géographique ou la variété des ingrédients, jouent un rôle dans la perception de l'authenticité des aliments et peuvent également être considérés comme faisant partie d'un patrimoine culturel, incitant à acheter des produits alimentaires locaux ou traditionnels [2]. Il est donc essentiel de garantir la cohérence entre l'étiquette et le contenu réel d'un produit alimentaire pour conserver la confiance des consommateurs. Dans le cas de l'huile d'olive, diverses informations peuvent figurer sur l'étiquette, notamment une catégorie de qualité (vierge ou extra vierge) ou une appellation d'origine protégée (AOP). L'authenticité et la traçabilité sont essentielles, car l'attribution d'une AOP repose sur des règles spécifiques concernant les origines géographiques et variétales de l'huile d'olive. [3]

Par conséquent, répondre au besoin pressant d'un moyen d'authentification rapide et fiable de l'huile d'olive est devenu une priorité majeure dans l'industrie alimentaire.

Pour cela nous avons entrepris ce présent travail dans le but d'élaboration d'un modèle mathématique permettant l'identification de l'origine géographique de l'huile d'olive en se basant sur ses données physico-chimiques. Notre travail comprend trois chapitres :

- Le premier chapitre résumera les données bibliographiques sur l'huile d'olive, et les notions sur les méthodes chimiométriques utilisées.
- Le deuxième chapitre présentera des méthodes suivies par l'analyse des différents paramètres physico-chimiques et la détermination de l'activité anti-oxydante (anti-radicalaire) de l'huile d'olive et les différentes étapes suivies lors de l'analyse chimiométrique.

- Le troisième chapitre Présentera les différents résultats obtenus, leurs discussions et l'évaluation des corrélations existantes entre les différents paramètres analysés.
- En fin, une conclusion ponctuera notre travail.

Chapitre 1
Synthèse bibliographique

Chapitre 1

Synthèse bibliographique

1.1. Généralités sur l'olivier

1.1.1. Origine de l'olivier

L'olivier appartient à la famille des oléacées qui comprend 20 à 29 genres, selon la classification de [4] et [5] et de 30 genres et 60 espèces selon la classification de [6].

L'olivier a une origine très ancienne, son apparition et sa culture remonteraient à la préhistoire ; naturalisées dans le bassin méditerranéen. Il est originaire de la région caucasienne où sa culture commença il y a 6000 ou 7000 ans ; puis il se diffusa sur les côtes de la Syrie, de la Palestine, et en Egypte. Entre le VIIIe et IXe siècle avant Jésus-Christ, il fut introduit en Grèce par des marchands phéniciens, où il devint un des piliers de la civilisation hellénique et méditerranéen. [7]

1.1.2. Importance de l'oléiculture

1.1.2.1. Dans le monde

L'olivier est aujourd'hui cultivé dans toutes les régions du globe se situant entre les latitudes 30° et 45° des deux hémisphères, des Amériques (Californie, Mexique, Brésil, Argentine, Chili), en Australie et jusqu'en Chine, en passant par le Japon et l'Afrique du Sud. On compte actuellement plus de 900 millions d'oliviers cultivés à travers le monde, mais le bassin méditerranéen est resté sa terre de prédilection, avec près de 95% des oliveraies mondiales [8].



Figure 1: Carte oléicole mondiale [9].

Selon les chiffres du Conseil Oléicole International de la fin de l'année 2018, la production d'olive destinée à l'huile d'olive représentait 3 135 000 tonnes pour l'année 2018, et 2 751 00 tonnes d'olives de table (prévisions pour l'année 2018-2019).

Le rendement mondial total d'huile d'olive pour la saison 2019/2020 est estimé à 3.67 millions de tonnes, contre 3.13 millions de tonnes auparavant.

1.1.2.2. En Algérie

L'Algérie fait partie des principaux pays méditerranéen dont le climat est plus convenable à la culture de l'olivier. Selon le Conseil Oléicole International elle se positionne à la 8ème place après l'Espagne, l'Italie, la Grèce, la Turquie, la Syrie, la Tunisie et le Maroc qui sont les plus gros pays producteurs d'olives et d'huile d'olive. En effet, l'olivier occupe à l'échelle nationale environ 45 % de la surface arboricole avec plus de 383 443 ha répartis sur tout le territoire national en particulier au Nord de l'Algérie, avec un nombre de 50 369 990 d'oliviers dont 44 664 333 en masse et 5 705 657 en isolés. [10]

L'oléiculture est concentrée exclusivement au niveau de 6 principales wilayas, trois wilayas de la région du Centre, qui représente plus de 50% de la surface oléicole nationale (Bejaia, Tizi-Ouzou, Bouira) et trois de la région Est (Bourdj Bou Arreridj, Sétif et Jijel). Quant au reste du verger oléicole plutôt consacré à la production d'olives de table, il se trouve essentiellement dans trois autres wilayas (Tlemcen, Mascara et Relizane) [11].



Figure 2 : Zone oléicole en Algérie [12].

1.2. Profil variétal de l'olivier en Algérie

Les variétés d'oliviers les plus cultivées en Algérie sont indiquées dans le tableau 1.

Tableau 1 : Principales variétés d'olivier en Algérie [13].

Régions	Variétés	Rendement des huiles
Bejaia	Limli	20 à 24%
	Bouchouk	22 à 26%
	Soummam	
	Tefah	18 à 22%
	Azeradj	24 à 28%
Mitidja	La Rougette de Mitidja	18 à 22%
Jijel	Hamra	18 à 22%
Tébessa	Ferkani	28 à 32%
Khenchela	Abani	16 à 20%
Constantine	Grosse du Hamma	16 à 20%
Mascara	Sigoise	18 à 22%
Guelma	Blanquette de Guelma	18 à 22%
Cherchell	Longue de Miliana	16 à 22%
Kabylie	Chemlal	18 à 22%

1.3. Huile d'olive

L'huile d'olive est définie comme étant une huile provenant uniquement du fruit de l'olivier (*Olea Europaea L.*), à l'exclusion des huiles obtenues par solvants ou par des procédés de ré-estérification et de tout mélange avec les huiles d'autre nature. [14]

Une huile d'olive ne peut être obtenue que par des procédés physiques sans intervention de solvants. Cette définition est cependant incomplète et d'autres critères permettent de diviser les huiles en différentes sous-catégories. [15]

1.3.1. Huiles d'olive vierges

Huiles obtenues à partir 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 l'altération de l'huile, et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration. Elles font l'objet du classement et des dénominations ci-après :

1.3.1.1. Huiles d'olive vierges propres à la consommation en l'état

- **Huile d'olive vierge extra** : Huile d'olive vierge dont les caractéristiques physico-

chimiques et organoleptiques correspondent à la norme commerciale du Conseil oléicole international prévue pour cette catégorie ; dont l'acidité $\leq 0,8$ %.

- **Huile d'olive vierge** : Huile d'olive vierge dont les caractéristiques physicochimiques et organoleptiques correspondent à la norme commerciale du Conseil oléicole international prévue pour cette catégorie ; dont l'acidité ≤ 2 %.
- **Huile d'olive vierge courante** : Huile d'olive vierge dont les caractéristiques physicochimiques et organoleptiques correspondent à celles à la norme commerciale du Conseil oléicole international prévue pour cette catégorie ; dont l'acidité ≤ 3.3 % [16].

1.3.1.2. Huile d'olive vierge lampante (non propre à la consommation en l'état)

Est l'huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est supérieure à 3,3 grammes pour 100 grammes et/ou dont les caractéristiques organoleptiques et les autres caractéristiques correspondent à celles fixées pour cette catégorie par la présente Norme. Elle est destinée aux industries du raffinage ou à des usages techniques. [14]

1.3.2. Huile d'olive raffinée

Huile d'olive obtenue à partir des 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 0,3 g/100 g et ses autres caractéristiques correspondent à celles prescrites pour cette catégorie.

1.3.3. Huile de grignons d'olive

Est l'huile 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 :

- **Huile de grignons d'olive brute** : est l'huile de grignons d'olive 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 techniques.
- **Huile de grignons d'olive raffinée** : est l'huile 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 et ses autres caractéristiques

physicochimiques et organoleptiques correspondent à celles fixées pour cette catégorie par la présente Norme. [17]

Tableau 2 : Critères de qualité des différentes catégories d’huile d’olive selon les normes du codex Alimentarius. [18]

Types de l’huile d’olive	Eau et matières volatiles (%) Max	Impuretés insolubles (%) Max	Traces métalliques mg/kg		Absorbance UV K270 (K1% 1cm)	Indice de Peroxyde meq O2/Kg Max	
			Fer (Fe)	Cuivre (Cu)			
HOV	0.2	0.10	3 mg/kg	0.1 mg/kg	0.25	20	
HOVE	0.2	0.10			0.22	20	
HOVC	0.2	0.10			0.30	20	
HOVL	0.3	0.20			/		Non limité
HOR	0.1	0.05			1.25	5	
HO	0.1	0.05			1.15	15	
HGOB	1.5	/			Non limité		
HGOR	0.1	0.05			2	5	
HGO	0.1	0.05			1.70	15	

1.4. Qualité de l’huile d’olive

La qualité est définie par l’AFNOR “ un produit ou service de qualité est un produit dont les caractéristiques lui permettent de satisfaire les besoins exprimés ou implicites des consommateurs “.

Pour avoir une bonne qualité d’huile d’olive avec des caractéristiques répondant aux normes du conseil oléicole international, il faut veiller à toutes les opérations (production transformation, conditionnement et emballage) de manière qu’elles soient effectuées avec soins par des techniques culturales convenables qui sont les suivantes :

- Effectuer la récolte des olives à maturité appropriée ;
- Transporter les olives au plus vite à l'unité pour l'extraction de l'huile dans un délai ne dépassant pas 72 heures ;
- Travailler à l'huilerie dans des conditions de propreté maximales et observer les règles strictes d'hygiène pour éviter tout type de contamination ;
- Appliquer la conduite technologique de trituration des olives en respectant la norme et les propriétés pour chaque opération ;
- Séparer le plus possible l'huile d'olive du moût et stocker dans les cuves ou citernes ;
- Éviter toute altération de l'huile au cours de stockage et la protection contre la lumière, l'air et la chaleur.

1.5. Composition de l'huile d'olive

L'huile d'olive est un système chimique complexe constituée de plus de 250 composés. La composition de l'huile d'olive dépend de la variété du fruit, de la région de culture et des conditions climatiques [19, 20]. Elles peuvent être divisées en deux groupes :

La fraction saponifiable, (98-99% de poids entier d'huile) représentée essentiellement par un mélange d'acides gras saturés et insaturés et de la fraction insaponifiable (0,5 -2,0%) qui rassemble divers composés responsables des aspects liés à l'arôme, au goût, à la couleur et à la stabilité de l'huile. [21] (Figure 3)

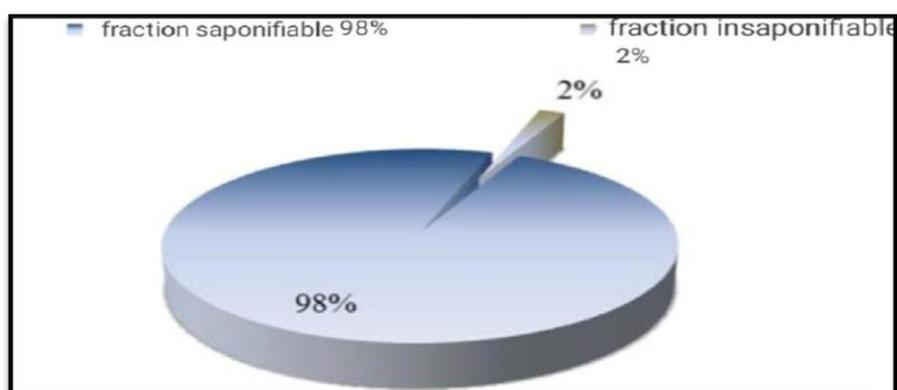


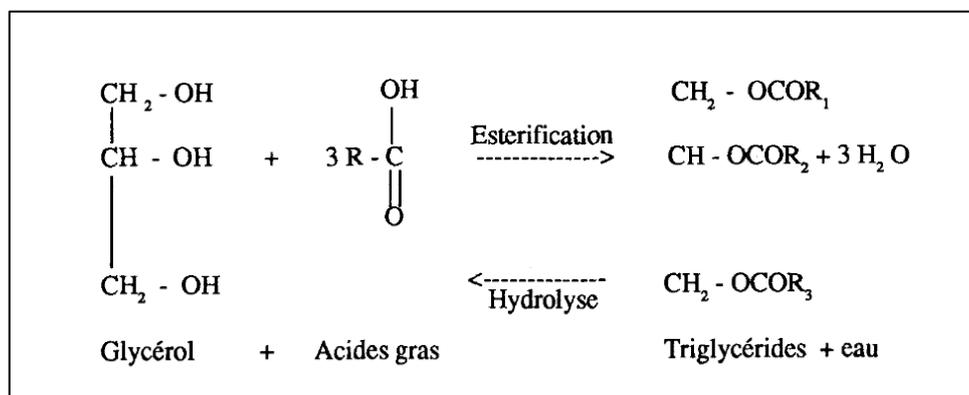
Figure 3 : Composition chimique de l'huile d'olive [22].

1.5.1. Fraction saponifiable

Elle est constituée d'acide gras et de triglycérides.

a. Triglycérides

Ce sont des triesters d'acides carboxyliques avec le glycérol [23], Les triglycérides sont constitués par une molécule de glycérol estérifiée par trois molécules d'acide gras qui ne sont pas toujours identiques, les triglycérides trouvés dans l'huile d'olive sont des triglycérides à chaîne longue, le nombre de carbone varie de 45 à 50. [24]



La composition en acide gras est très variable et dépend de la variété d'olives, la région de production et de l'année de la récolte [27]. Les principaux acides gras présents dans l'huile d'olive sont présentés dans le tableau 4.

Tableau 4 : Composition moyenne en acides gras totaux de l'huile d'olive. [14]

Acides gras	Teneur (%)
Acide myristique (C14 :0)	<0.03
Acide palmitique (C16 :0)	7.50 - 20.00
Acide palmitoléique (C16 :1)	0.30 - 3.50
Acide heptadécanoïque (C17 :0)	<0.30
Acide heptadécénoïque (C17 :1)	<0.30
Acide stéarique (C18 :0)	0.50 - 5.00
Acide oléique (C18 :1)	55.00 - 83.00
Acide linoléique (C18 :2)	2.50 - 21.00
Acide linoléique (C18 :3)	<1.00
Acide arachidique (C20 :0)	<0.60
Acide eicosénoïque (C20 :1)	<0.40
Acide behénique (C22 :0)	<0.20
Acide lignocérique (C24 :0)	<0.20

1.5.2. Fraction insaponifiable

Cette fraction, dénommée constituants mineurs, représente environ 2 % de la composition totale de l'huile d'olive et comptent plus de 230 composés différents. [28]

a. Stérols

Les stérols sont des molécules complexes comportant une fonction alcool, leur quantité dans l'huile d'olive varie entre 1000 et 2000 mg/Kg d'huile, elle varie suivant la variété des olives, leur degré de maturité et plusieurs autres facteurs agronomiques et pédoclimatiques. [29]

Les stérols font partie des constituants mineurs des corps gras, ce sont des composés tétracycliques comportant 27 à 29 atomes de carbone. Ils sont présents sous forme libre (80%) et estérifiée. Ils représentent 30 à 60% de l'insaponifiable, Dans une huile d'olive

vierge, les stérols les plus trouvés sont le β -Sitostérol, 5-Avenastérol et Campestérol avec des pourcentages respectifs d'environ 80 à 85%, 7% et 2,90 à 4%. [30]

b. Tocophérols (vitamine E)

Les tocophérols sont des molécules importantes à analyser en raison de leurs propriétés vitaminiques, nutritionnelles et de leur rôle de préservation des radicaux libres. L'huile d'olive contient principalement l' α -tocophérol qui représente à elle seule 95 % des tocophérols totaux. On trouve également une faible teneur en β et γ tocophérols, alors que le δ tocophérol n'est présent qu'à l'état de traces [31]. Les teneurs en tocophérols dans l'huile sont significativement dépendantes de la variété et du degré de maturité des fruits. Les teneurs, généralement rapportées pour une huile d'olive d'une bonne qualité, varient de 100 à 300 mg/Kg. [32]

Les tocophérols désignent l'ensemble des molécules composées d'un noyau 2-méthyle-6-chromanol et d'une chaîne latérale de 16 atomes de carbone saturée en C2. [33]

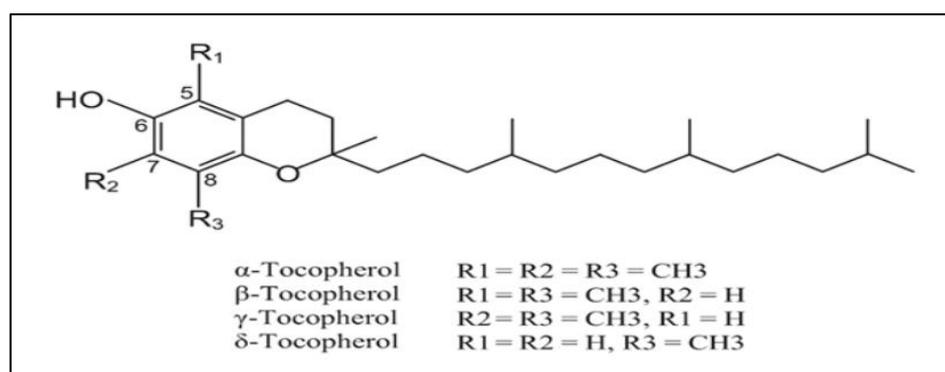


Figure 5 : Structure des tocophérols. [34]

c. Pigments colorants

Les pigments présents dans une huile d'olive sont responsables de la couleur verdâtre à jaune de cette dernière. La couleur est un attribut de base pour la détermination des caractéristiques de l'huile d'olive, elle est associée pour la plupart des consommateurs à la notation de qualité [35, 36]. Ils sont également impliqués dans les mécanismes de l'auto-oxydation et de la photo oxydation. Leur contenu dans l'huile d'olive s'étend entre 1 et 20 ppm. [37]

- Chlorophylle

Ce pigment dont la teneur peut varier en fonction de nombreux facteurs, exerce biologiquement une action d'excitation du métabolisme, de stimulation de la croissance

cellulaire, l'hématopoïèse (de la formation des cellules du sang) et d'accélération des processus de cicatrisation [38]. Les pigments chlorophylliens se trouvent dans l'huile d'olive sous forme a et b. Ces pigments possèdent dans leur structure un atome de magnésium qui se dégradent facilement sous l'action de la lumière en donnant naissance aux phéophytines a et b de couleur marron, perdant ainsi l'atome de magnésium responsable de la couleur verte de ces composés. [39]

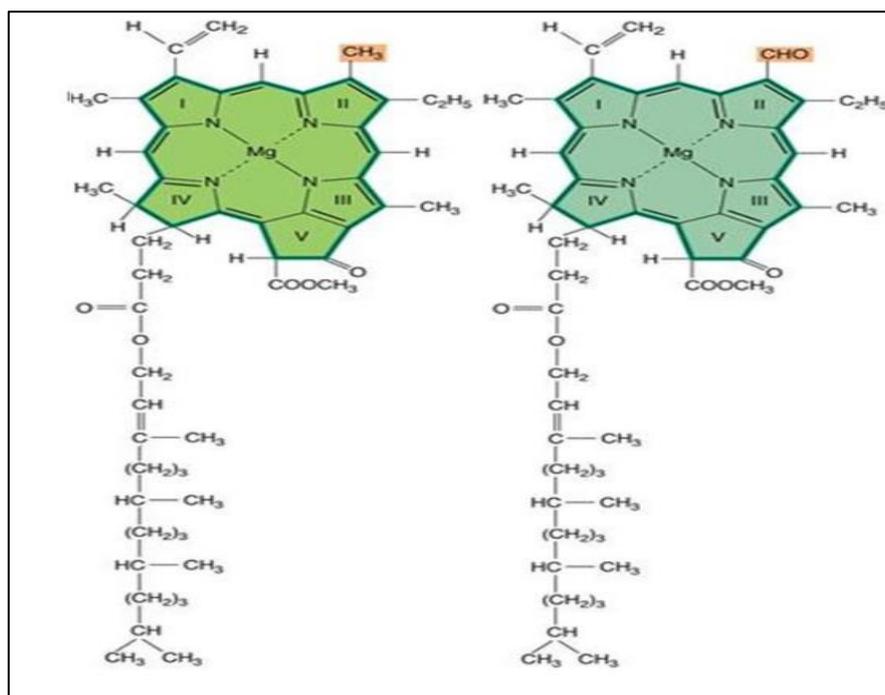


Figure 6 : Structures chimiques des Chlorophylle a et b.

- Caroténoïdes

Les caroténoïdes, sont des composés naturels de l'huile d'olive vierge, qui constituent une famille importante de pigments de nature terpénoïde, dont la couleur varie du jaune au rouge orangé. Les principaux caroténoïdes présents sont le bêta carotène, précurseur biochimique de la vitamine A, la lutéine et les xanthophylles. [40]

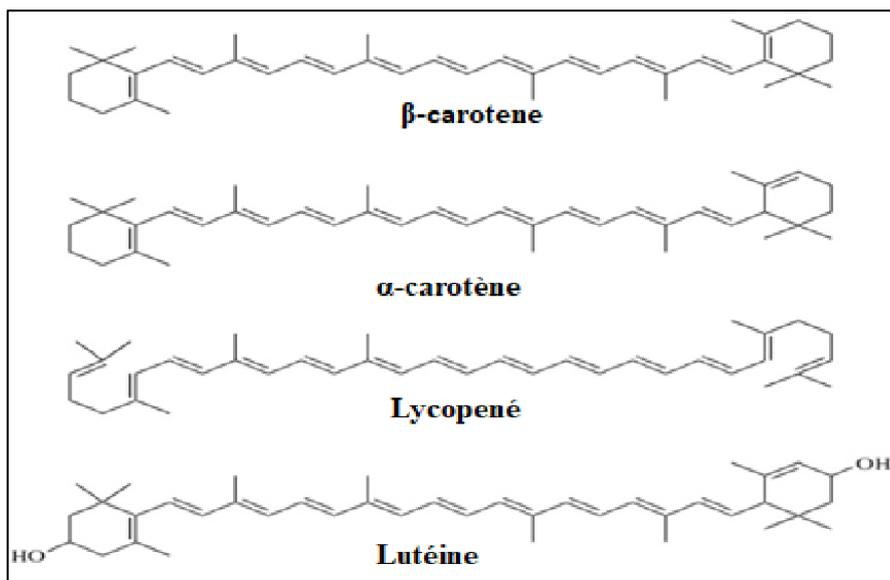


Figure 7 : Structure chimiques des caroténoïdes.

d. Composés phénoliques

Les composés phénoliques ou polyphénols sont des métabolites secondaires largement répandues dans le règne végétal. Ils sont présents dans tous les fruits et légumes [41]. L'élément structural fondamental qui caractérise les composés phénoliques est la présence d'au moins un noyau benzénique auquel il est directement lié au moins à un groupe hydroxyle, libre ou engagé dans une autre fonction : éther, ester, hétéroside. [42] (figure 8)

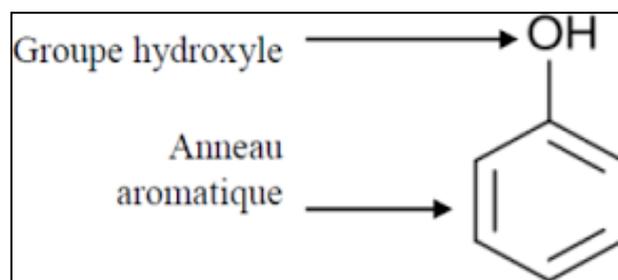


Figure 8 : Structure de base des polyphénols [43].

On peut distinguer les différentes classes des polyphénols en se basant d'une part, sur le nombre d'atomes constitutifs et d'autre part, sur la structure de squelette de base [44]. On distingue les acides phénoliques (phénols simples), les flavonoïdes, les stilbènes, et les tanins. [45]

- **Acides phénoliques**

Selon [46], ils sont répartis en deux groupes :

- **Acides hydroxybenzoïque** : dérivés de l'acide benzoïque, ils existent sous forme : libre, d'ester ou de glycoside. Leur structure de base et de type C6-C1. [47]

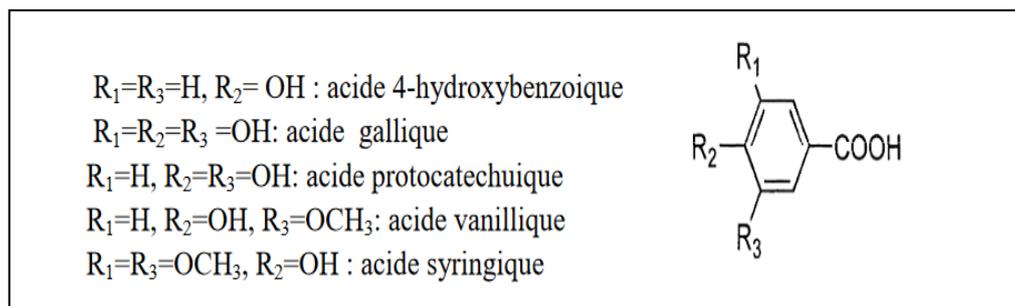


Figure 9 : Structure générale des acides hydroxybenzoïques. [48]

- **Acides hydroxycinnamique** : dérivés de l'acide cinnamique, existent sous forme combinée avec des molécules organiques et une structure de base C6-C3. Parmi les molécules importantes de groupe : l'acide férulique, l'acide caféïque. [49]

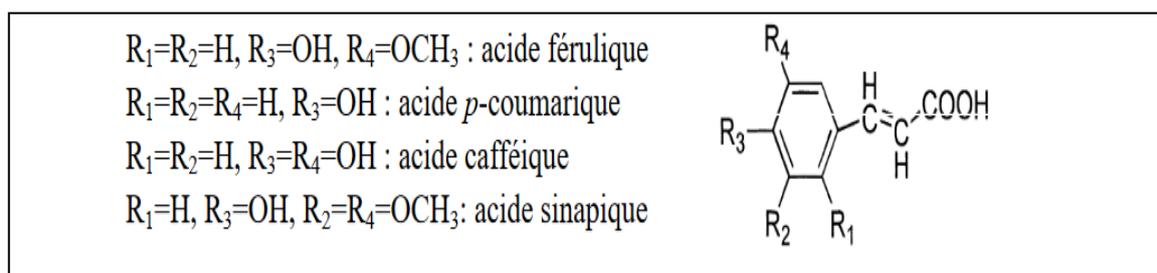


Figure 10 : Structure générale des acides cinnamiques (phenylpropanoïdes). [48]

- **Phénols simples**

Les phénols simples sont des molécules aromatiques avec un groupe hydroxyle sur leur carbone benzénique. Le catéchol, le gaïacol, le phloroglucinol... sont assez rares dans la nature, à l'exception de l'hydroquinone qui est présente dans plusieurs familles (Rododaceae, Rosacées...). Les phénols les plus simples sont des structures C6 constituées de cycles aromatiques avec des groupes hydroxyle, tels que deux hydroxyphénols, le catéchol avec deux groupes OH et le pyrogallol avec trois groupes hydroxyle, dont il a été démontré que les micro-organismes sont toxiques. [50]

- **Les Flavonoïdes**

Les flavonoïdes sont des composés possédant un squelette de base à quinze atomes de carbone, constitués de deux noyaux aromatiques et d'un hétérocycle central de type pyrane, formant une structure C6-C3-C6. [51]

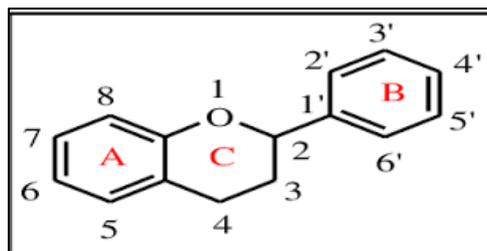


Figure 11 : Squelette de base des flavonoïdes [52].

Les flavonoïdes sont subdivisés en différents sous-groupes en fonction de carbone du cycle (C) sur lequel le cycle (B) est attaché, et de degré d'insaturation et d'oxydation du cycle (C). [53]

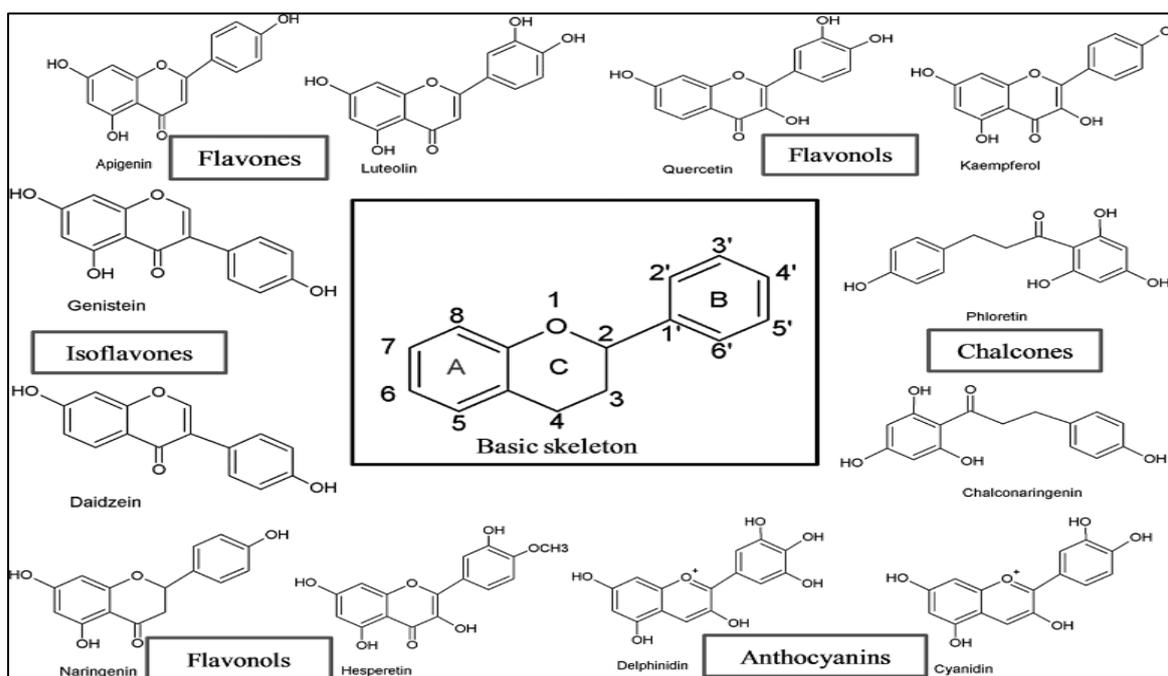


Figure 12 : Structure de base des flavonoïdes et leurs classes. [53]

- **Les coumarines**

Les coumarines sont des solides cristallisés blancs ou jaunâtres. Ce sont des hétérocycles oxygénés ayant comme structure de base le benzo-2-pyrone. Isolées la première fois de *Coumaroua odorata* par Vogel, aujourd'hui, près de 1000 composés coumariniques sont isolés dans plus de 800 espèces de plantes et dans les micro-organismes. Du point de vue structural, on les classe en coumarines simples avec des substituants sur le cycle du benzène, les furanocoumarines, les pyranocoumarines, ceux substitués en position 3 et ou 4 et le dernier groupe serait celui des dimères [54].

- **Les stilbènes**

Les stilbènes sont des composés polyphénoliques qui ont une structure C6-C2-C6 (deux noyaux benzéniques reliés par un pont méthylique) [55] (figure13). Ce sont des phytoalexines produites par les plantes en réponse à des attaques fongiques, bactériennes ou virales. Le Resveratrol est le stilbène le plus commun. [56]

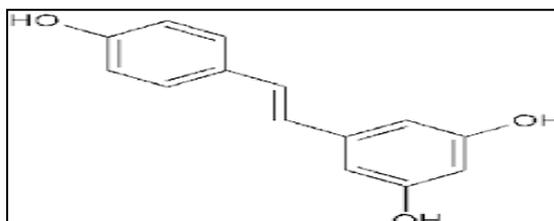


Figure 13 : Structure des stilbènes. [56]

- **Les tanins**

Le terme tanin dérive de la capacité de tannage de la peau animale en la transformant en cuir par le dit composé. Les tanins sont un groupe des polyphénols à haut poids moléculaire. Ce sont des molécules fortement hydroxylés et peuvent former des complexes insolubles lorsqu'ils sont associés aux glucides, aux protéines et aux enzymes digestives, réduisant ainsi la digestibilité des aliments. Ils peuvent être liés à la cellulose et aux nombreux éléments minéraux. Ils se caractérisent par leur capacité à former des complexes avec les protéines, les alcaloïdes et certains polysaccharides. Ces substances de structure variée ont des propriétés antioxydantes [57]. On distingue : les tanins hydrolysables et condensés.

- **Tanins hydrolysables** : sont des esters d'acides gallique ou ellagique. Après hydrolyse, on distingue les gallotanins et ellagitanins.
- **Tanins condensés (proanthocyanidines)**: sont des oligomères ou des polymères de -3-ols (polymères de flavonoïdes). Ils sont résistants à l'hydrolyse.

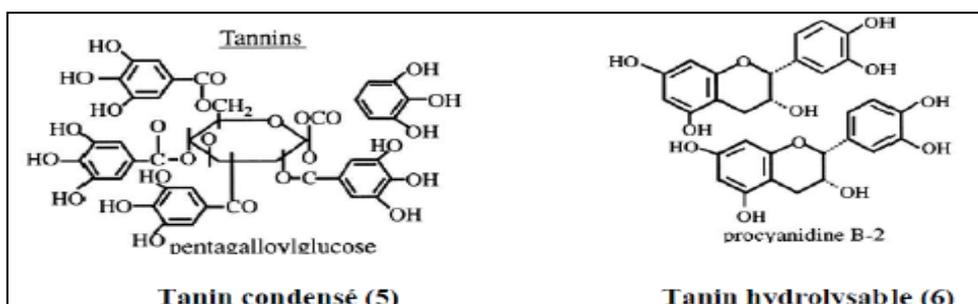


Figure 14: Structure des deux types de tanins. [58]

- **Les lignanes**

Il s'agit de composés naturels, décrits la première fois par Haworth en 1936 comme un ensemble de deux molécules ayant un squelette phénylpropane.

Les lignanes sont en fait issus de l'union de deux unités monolignols. Les monolignols sont des dérivés de l'alcool cinnamique et ont en commun un squelette 1-phénylpropane.

Les lignanes sont répandus dans le règne végétal, c'est dans les graines de sésame et de lin que l'on en retrouve le plus : sésame 1000 à 2000 $\mu\text{g/g}$ et lin 347 à 1140 $\mu\text{g/g}$ [59]. Telles que le pinorésinol, l'acétoxypinorésinol et l'acide élenolique sont également détectées dans les huiles [60, 61].

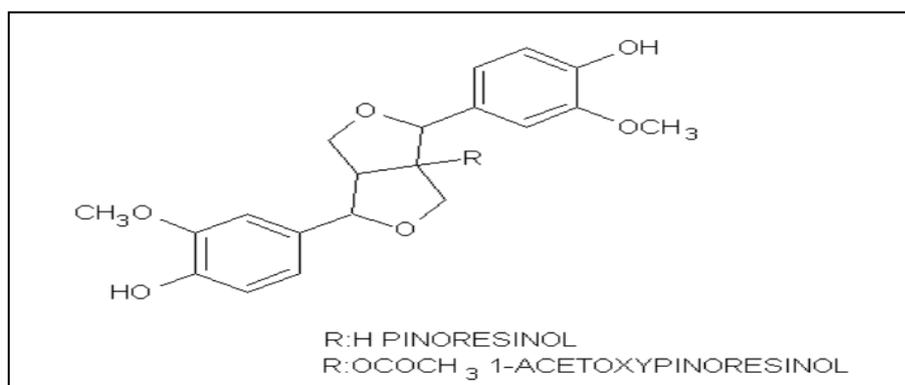


Figure 15: Structure du pinorésinol et de l'acétoxypinorésinol.

e. Hydrocarbures

Le principal hydrocarbure de l'huile d'olive est le squalène, un terpène insaturé qui apparaît la voie de la biosynthèse de cholestérol. Il représente 30 à 50 % des constituant mineurs de l'huile d'olive avec une teneur de 3 à 7 mg /g [62], et il est caractérisé par une stabilité élevée sous des conditions d'auto-oxydation et contribue ainsi à la stabilité de l'huile après exposition à la lumière. [63]

Outre le squalène, l'huile d'olive contient aussi d'autres hydrocarbures : le β -carotène (une provitamine A), mais en très faibles quantités (0,03 – 0,36 mg/100 g). [64]

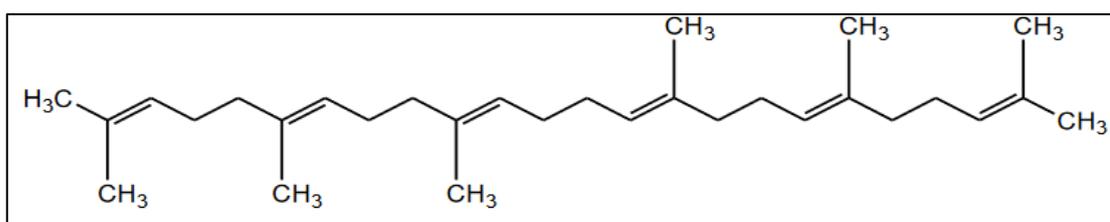


Figure 16 : Structure générale d'un squalène. [65]

1.6. Les procédés technologiques d'extraction de l'huile d'olive

Les olives destinées à être triturées doivent faire l'objet d'un traitement approprié depuis la récolte et sont toujours soumises à une préparation préliminaire (nettoyage, lavage, effeuillage, etc.) en vue des traitements ultérieurs. Les opérations de préparations varient selon la nature des olives et l'outil technologique de transformation utilisé. [66]

a. Récolte des olives

Pour produire une huile de qualité, il est important que les olives soient de bonne qualité (fruits non abîmés, au stade optimal de maturité) et dans un bon état sanitaire au moment de la récolte [67]. La récolte est une opération importante, elle doit être contrôlée de près étant donné ses répercussions sur le coût de la production et la qualité de l'huile d'olive. La cueillette peut s'effectuer à la main. C'est l'opération qui le mieux pour obtenir la meilleure qualité de l'huile vierge. C'est une méthode coûteuse en main d'œuvre. Des équipements sont utilisés actuellement en récolte mécanique et parmi eux on peut citer les crochets vibrants, les peignes oscillants et les vibreurs [68].



Figure 17 : La récolte des olives à la main et au peigne manuel.

b. Effeillage et lavage

Il est généralement conseillé de retirer les feuilles, en particulier lors de la récolte mécanisée des olives. La présence de feuilles pendant l'extraction mécanique de l'huile n'apporte pas d'améliorations à ses caractéristiques, mais au contraire, peut altérer le goût et l'arôme de l'huile. L'opération d'effeuillage est effectuée à l'aide d'un appareil automatique muni d'un système d'aspiration et cette opération peut être réalisée manuellement.

Après le défeuillage, les olives sont lavées avec de l'eau froide. Cette opération est fondamentale pour éviter l'interférence des terres (résidus) avec la couleur et les autres propriétés organoleptiques de l'huile (goût terreux) [69].



Figure 18: Effeuilage et lavage des olives

c. Broyage

Cette opération a pour but de libération de l'huile des tissus végétaux par le broyage des olives immédiatement (pour éviter toute oxydation) avec les noyaux, qui contiennent un antioxydant, comme conservateur naturel. [70]

Les olives sont soumises à des actions mécaniques qui provoquent la rupture des parois cellulaires et des membranes entraînant la libération des sucs cellulaires et de l'huile. Cette action résulte du frottement des fragments de noyaux sur la pulpe, ou des chocs des dispositifs mécaniques en rotation à grande vitesse dans la masse de la pulpe. Le produit obtenu à l'issue de cette phase, dans la plupart des installations, est une pâte, la pâte d'huile, masse semi-fluide composée d'une fraction solide (fragments de noyaux, peaux et pulpe) et d'une fraction liquide (émulsion d'eau et d'huile) [71].

d. Malaxage

Le malaxage est une opération fondamentale pour augmenter le rendement à l'extraction. Il a pour but de rompre l'émulsion huile /eau et de favoriser une grande coalescence de gouttelettes d'huiles [72]. Pour obtenir une huile de bonne qualité, l'opération de malaxage doit avoir une durée maximale de 30 min dans le cas du système de la pression et de 60 min au maximum pour le système de la centrifugation à 2 ou à 3 phases [73], et la pâte d'olive ne doit en aucun cas dépasser les 27°C pour que l'huile d'olive puisse porter la mention « extraction à froid ». [74]

e. Extraction

L'extraction de l'huile d'olive se fait à travers deux méthodes principales : le système de pressage et le système de centrifugation.

- **Extraction discontinu ou système à presse (traditionnelle)**

- La pression est obtenue dans une presse hydraulique ouverte en disposant la pâte d'huile en couches minces alternées avec des disques en fibre, appelés scourtins, en une tour mobile.

- Les scourtins sont constitués d'un disque en fibre synthétique percé au centre de manière à pouvoir les enfileur sur l'aiguille. Sur le premier scourtin, posé sur le fond du plateau, on dispose une couche de pâte épaisse de 3 cm, on superpose un second scourtin et une seconde couche de pâte et ainsi de suite. Toutes les trois couches de pâte, on superpose un scourtin sans pâte et un disque d'acier afin de répartir la pression uniformément [75].

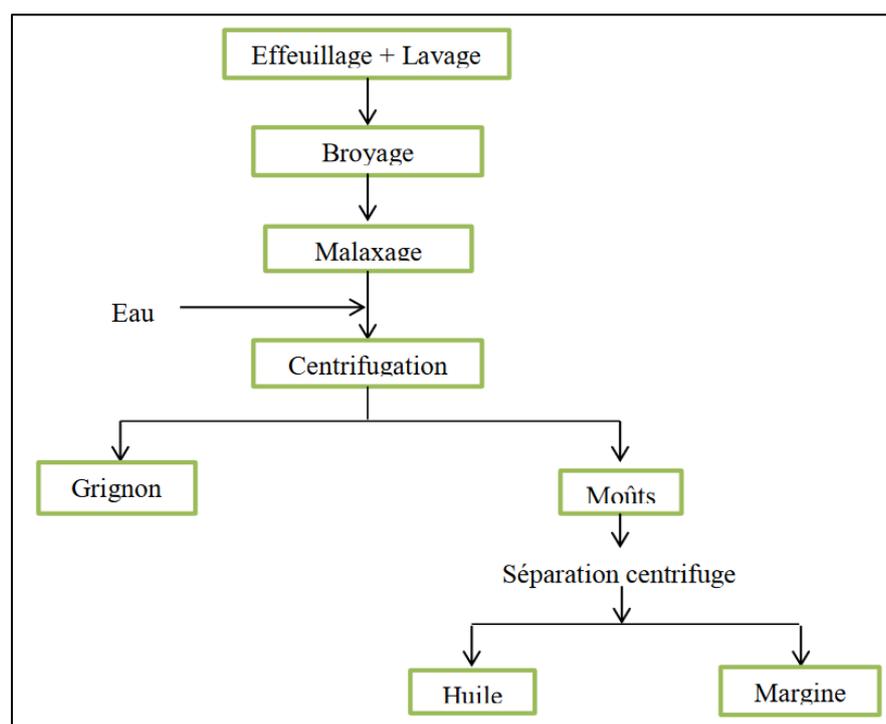


Figure 19 : Système discontinu d'extraction par presse

- **Extraction continue ou par centrifugation (moderne)**

- **Système d'extraction par centrifugation à 2 phases**

Le nouveau procédé technologique d'extraction des huiles d'olive utilise un décanteur innovant équipé d'une centrifugation à deux phases, séparant ainsi l'huile et les grignons sans recourir à l'ajout d'eau pour cette opération de séparation.

- Système d'extraction par centrifugation à 3 phases

Depuis les années 1970, l'utilisation des installations d'extraction par centrifugation à trois phases, séparant l'huile, les margines et les grignons, a débuté. L'introduction de ces systèmes continus a entraîné une diminution des coûts de transformation et du temps de stockage des olives. En conséquence, la production d'huile d'olive a bénéficié d'une réduction de son acidité.

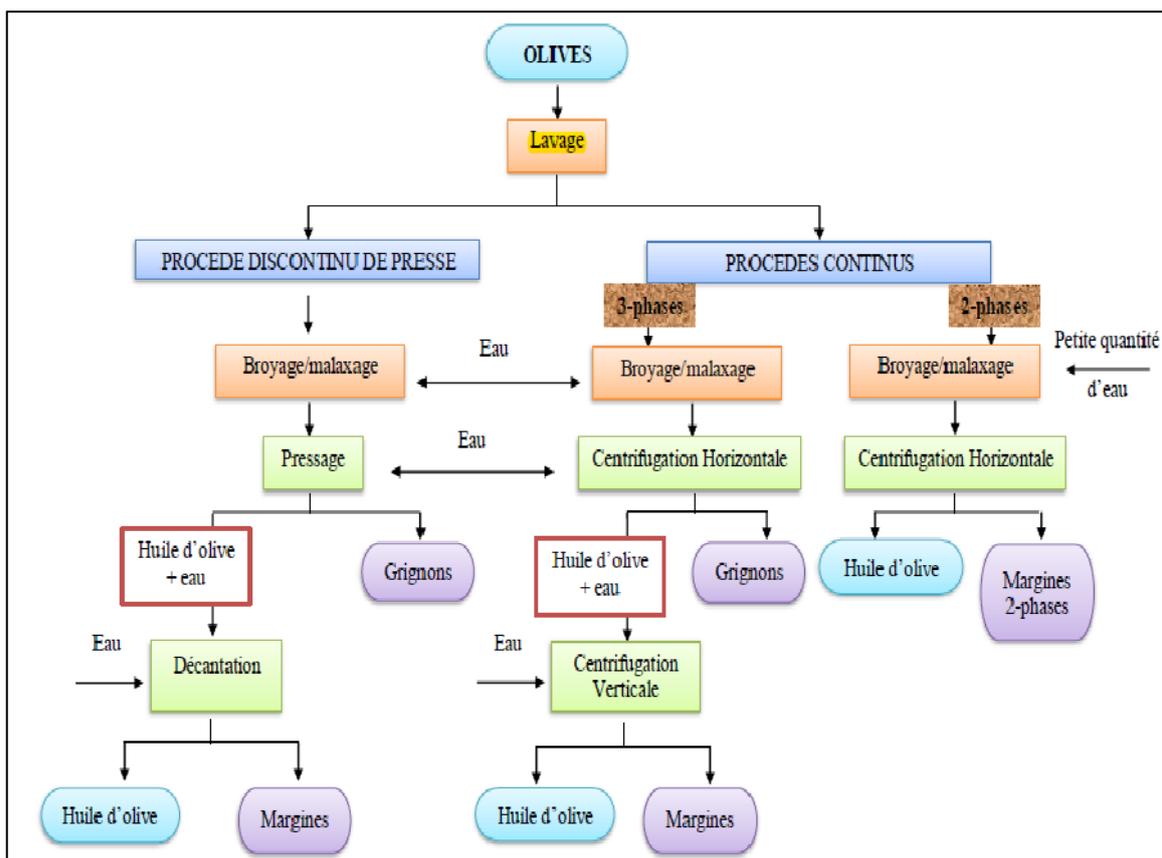


Figure 20 : Les processus d'extraction de l'huile d'olive [76].

1.7. Conservation et stockage des huiles d'olive

Après avoir été débarrassée de ses impuretés et extraite des olives, l'huile est stockée dans les huileries pour une période déterminée. Bien que l'huile d'olive soit naturellement résistante à la détérioration, il est essentiel de prendre des mesures appropriées pour garantir sa conservation optimale.

- Il est important de choisir un lieu sombre, à bonne température (entre 8°C et 18°C), sans odeur, aéré et sain afin que l'huile d'olive ne capte pas les odeurs. Son environnement de stockage peut influencer sur sa qualité. [77]

- Dans de bonnes conditions de stockage, l'huile se conserve jusqu'à deux ans car elle contient des antioxydants. [78]
- Prévenir la présence d'eau dans les huiles, ce qui peut altérer leurs caractéristiques organoleptiques et chimiques.
- Protéger les huiles contre l'exposition à la lumière et à l'air, ce qui pourrait provoquer leur oxydation.

1.8. Les bienfaits de l'huile d'olive

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.

Tableau 5 : les bienfaits de l'huile d'olive pour la santé humaine.

Composés	Rôles	Références
Acide oléique	<ul style="list-style-type: none"> - Réduit particulièrement le taux du cholestérol total et le LDL responsable de la formation de l'athérosclérose et augmente le HDL. - Normalise les paramètres membranaires détériorés en cas d'hypertension, en améliorant la fluidité membranaire et l'expression de protéines impliquées dans la régulation de la pression artérielle. 	<p>[79]</p> <p>[80]</p>
Chlorophylles	- Accélèrent les processus de cicatrisation.	[35]
Polyphénols	<ul style="list-style-type: none"> - Exercent une activité bactéricide et fongicide. - Réduisent le risque coronarien et normalise la pression sanguine et prévoient l'athérosclérose en agissant comme piègeur de radicaux libres et préservent les LDL de l'oxydation in vitro et leur adhérence aux parois artérielles. 	<p>[81]</p> <p>[82]</p>
Composés Aromatiques	- Dotés d'une activité antimicrobienne.	[83]
Tocophérols	<ul style="list-style-type: none"> - Manifestent une activité vitaminique. - Exercent des effets bénéfiques à l'égard des maladies cardiovasculaires et contre le cancer du poumon, du col de l'utérus et de la prostate. 	[84]

1.9. Analyses chimiométriques

Les analyses chimiométriques sont un ensemble de méthodes statistiques et mathématiques utilisées pour interpréter des données chimiques complexes. Elles jouent un rôle crucial dans la chimie moderne en permettant de tirer des informations significatives à partir de grands ensembles de données obtenues par des techniques analytiques comme la spectroscopie, la chromatographie ou d'autres méthodes instrumentales. Les données générées par ces techniques sont souvent multivariées, c'est-à-dire qu'elles comportent plusieurs variables mesurées simultanément, ce qui rend leur analyse directe difficile. Les analyses chimiométriques offrent des outils pour explorer, modéliser et interpréter ces données de manière à extraire des informations utiles telles que l'identification de structures sous-jacentes, la classification des échantillons, ou encore la prédiction de propriétés non mesurées.

1.9.1. Analyse en Composantes Principales (ACP)

L'analyse en composantes principales notée ACP est une méthode d'analyse statistique multivariée, qui a pour but d'étudier simultanément un nombre important de variables quantitatives [85]. Son objectif est d'explorer les ressemblances entre les individus ainsi que les relations entre les variables. C'est un algorithme classique de réduction de dimension, linéaire, en général non supervisé. L'idée principale consiste à remplacer l'ensemble des variables inter corrélées par un nombre réduit de variables de synthèse qui retiennent l'essentiel de l'information. Les nouvelles variables obtenues sont la combinaison linéaire des variables initiales, appelées les composantes principales.

L'Analyse en Composantes Principales a comme objectif général d'étudier les structures de liaisons linéaires entre les variables qui définissent le système étudié. Dans le cas où ces variables sont fortement corrélées, cela signifie que les informations contenues dans ces dernières sont fortement redondantes.

L'ACP consiste à remplacer une famille de variables par de nouvelles variables de variance maximale, non corrélées deux à deux et qui sont des combinaisons linéaires des variables d'origine. Ces nouvelles variables, définissent des plans factoriels qui servent de base à une représentation graphique des variables initiales.

Étapes de l'ACP

1. Centrage et réduction des données

Supposons que l'on dispose d'une matrice de données X de dimension $n \times p$, où n est le nombre d'observations et p le nombre de variables. La première étape de l'ACP consiste à centrer les données en soustrayant la moyenne de chaque variable, puis à les réduire en divisant par leur écart-type. Ceci donne une matrice Z de données standardisées :

$$Z_{ij} = \frac{X_{ij} - \bar{X}_j}{\sigma_j}$$

Où Z_{ij} représente la valeur standardisée, \bar{X}_j est la moyenne de la variable j , et σ_j est son écart-type.

2. Calcul de la matrice de covariance:

La matrice de covariance Σ des données standardisées est ensuite calculée. Cette matrice $p \times p$ contient les covariances entre chaque paire de variables et s'écrit :

$$\Sigma = \frac{1}{n-1} Z^T Z$$

Où Z^T est la transposée de la matrice Z .

3. Décomposition en valeurs propres

L'étape suivante consiste à décomposer la matrice de covariance en valeurs propres et vecteurs propres. Les valeurs propres $\lambda_1, \lambda_2, \dots, \lambda_p$ représentent la variance expliquée par chaque composante principale, tandis que les vecteurs propres v_1, v_2, \dots, v_p représentent les directions des nouvelles composantes principales. Mathématiquement, cela s'écrit :

$$\Sigma v_i = \lambda_i v_i \text{ pour } i=1,2,\dots,p$$

4. Formation des composantes principales

Les données sont ensuite projetées sur les vecteurs propres pour obtenir les nouvelles coordonnées dans l'espace des composantes principales. La matrice des composantes principales Y est donnée par :

$$Y=ZP$$

Où P est la matrice formée par les vecteurs propres v_1, v_2, \dots, v_p .

5. Sélection et interprétation des composantes principales

Les premières composantes principales capturent la majorité de la variance des données. On peut choisir de ne conserver que les premières composantes principales, celles qui expliquent une proportion significative de la variance totale, réduisant ainsi la dimensionnalité des données tout en conservant l'essentiel de l'information. Par exemple, si les deux premières composantes principales expliquent 85 % de la variance, on peut représenter les données dans un espace bidimensionnel avec une perte minimale d'information.

Les graphiques de L'ACP sont les projections des variables et des individus sur un plan factoriel déterminé. On commencera par interpréter le premier plan factoriel (celui formé par les facteurs CP1 et CP2 car c'est celui qui concentre la plus grande partie de l'information du nuage. Sur un plan factoriel, on n'interprète que les variables et les individus qui sont bien représentés. Pour les individus, on utilisera les contributions absolues et relatives alors que pour les variables, on n'interprètera que celles qui sont proches du cercle de corrélation [86].

Chapitre 2
Matériels et méthodes

Chapitre 2

Matériels et méthodes

2.1. Echantillonnage

Dans le cadre de notre étude, nous avons collecté dix échantillons d'huile d'olive de cette année (2023). Ces échantillons proviennent de différentes régions : sept (07) de Bejaïa, deux (02) de Tizi-Ouzou, et un (01) de Tunisie. Ils ont été initialement collectés dans des bouteilles en plastique (PET) de 500 ml, habituellement utilisées pour l'eau.

Les échantillons sont mis dans des flacons en verre foncé, propres et secs, munis de bouchons, et placés à l'abri de la lumière (Figure 21). Afin d'éviter le phénomène d'auto-oxydation, lequel est influencé par divers facteurs tels que le degré d'instauration de l'huile, la teneur en acides gras libres, la présence de traces métalliques et d'eau, le type d'emballage utilisé, la température ambiante, l'oxygène atmosphérique et l'exposition à la lumière du jour dans le cas des emballages transparents.



Figure 21 : Les échantillons de l'huile d'olive.

Les échantillons collectés sont répertoriés dans le tableau ci-dessous avec leurs codes.

Tableau 6 : Zones géographiques des huiles étudiées et leurs codes.

Régions	Code
Ait smail	As
Amizour	Az
Berbacha	Br
Sedouk	Sk
Sidi aich	Sch
Tinebdar	Tin
Tizi ouzou A	Tiz A
Tizi ouzou B	Tiz B
Toudja	Td
Tunisie	Tn

2.2. Matériels et réactifs utilisés

Tableau 7 : Matériels et réactifs utilisés pour l'analyse des huiles d'olive.

Matériels	Réactifs
Balance analytique	Eau distillée
Boîte de Pétri	Ethanol, Méthanol
Etuve	Chloroforme
Dessiccateur	Hydroxyde de sodium NaOH
Pycnomètre	Phénolphtaléine
Burette	Acide acétique CH ₃ COOH
Pipette	Iodure de potassium KI
Erlenmeyer de 250 ml	Thiosulfate de sodium Na ₂ S ₂ O ₃
Fiole jaugé de 25 et de 50ml	Cyclohexane
Plaque chauffante	Hexane
Spectrophotomètre UV-Visible	Acétone C ₃ H ₆ O
Spectrophotomètre IR	Folin-Ciocalteu
Centrifugeuse	Carbonate de sodium Na ₂ CO ₃
	Trichlorure d'aluminium AlCl ₃
	DPPH C ₁₈ H ₁₂ N ₅ O ₆

2.3. Analyses physico-chimiques

2.3.1. Teneur en eau et en matières volatils

L'humidité est la quantité d'eau contenue dans un échantillon quelconque et qui disparaît sous l'effet du chauffage. [87]

❖ Mode opératoire

Nous avons séché une boîte de Pétri dans l'étuve à 103 (± 2) °C pendant deux heures, puis nous l'avons laissée refroidir dans un dessiccateur et pesée (m_0). Ensuite, nous avons pesé 2,5 g d'huile d'olive dans la boîte de Pétri préalablement tarée (m_1) et avons placé la boîte de Pétri contenant l'huile d'olive dans une étuve pendant une heure à 103°C. Après cela, nous l'avons laissée refroidir dans un dessiccateur, puis pesée à nouveau (m_2). Nous avons répété cette opération dans les mêmes conditions jusqu'à l'obtention d'un poids constant. [88]

La teneur en eau et en matières volatiles, exprimée en pourcentage en masse, est égale à:

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

Avec :

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

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

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



Figure 22 : Différentes étapes de la détermination du taux d'humidité de l'huile d'olive.

2.3.2. Densité

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. [89]

❖ 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. [90]

Le calcul de la densité se fait par la relation suivante [91] :

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

Avec

m0: poids en gramme du pycnomètre vide.

m1: poids en gramme du pycnomètre rempli d'eau distillée.

m2: poids en gramme du pycnomètre rempli d'huile.

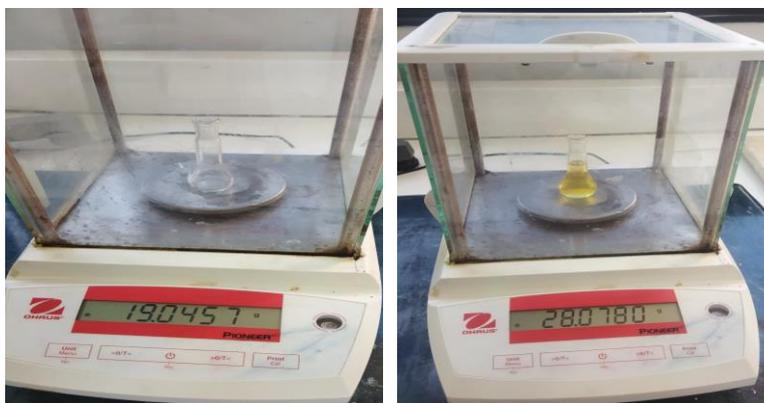
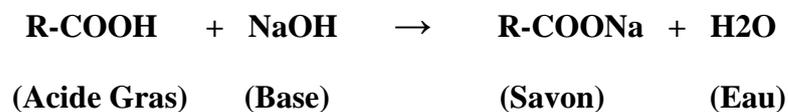


Figure 23 : Détermination de la densité

2.3.3. Indice d'acide et d'acidité

L'indice d'acide est défini comme étant le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser l'acidité d'un gramme d'huile. [92]



L'acidité de l'huile d'olive est la teneur en acides gras libres résultant de l'hydrolyse des triglycérides. Elle est exprimée en grammes d'acide oléique libre pour 100 grammes d'huile. [93]

❖ Mode opératoire

L'acidité libre de chaque huile a été déterminée selon la norme officielle de l'organisation Internationale de Normalisation : [94]

- 1 g d'huile d'olive dissoute dans 50 ml du mélange éthanol/chloroforme (v/v, 50/50) ;
- 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).

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

$$\text{Indice d'acide} = \frac{39.997 \cdot V \cdot N}{m}$$

L'acidité libre est exprimée par la relation suivante :

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

Avec :

V : Le volume en millilitres de la solution titrée de potasse NaOH utilisé.

N : Normalité exacte de la solution titrée de potasse NaOH utilisé.

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

m : La prise d'essai en grammes.

39.997: Masse molaire exprimée en gramme/mole de potasse NaOH.

2.3.4. Détermination de l'indice de peroxyde

L'indice de peroxyde d'un corps gras représente le nombre de microgrammes d'oxygène actif par milligramme de corps gras.

❖ Mode opératoire

L'indice de peroxyde de chaque huile a été déterminée selon l'organisation Internationale de normalisation [95]. Selon les étapes suivantes :

- Peser 2 g d'huile d'olive dans un erlenmeyer de 250 ml.
- Ajouter 10 ml du chloroforme, et dissoudre rapidement la prise d'essai en agitant.
- Ajouter 15 ml d'acide acétique puis 1 ml de la solution d'iodure de potassium (KI).
- Boucher l'erlenmeyer l'agiter durant 1 min et le laisser 5 min à l'abri de la lumière et à une température comprise entre 15 et 25 °C.
- Ajouter 75 ml d'eau distillée.
- Ajouter 3 à 4 gouttes d'empois de thiosulfate de sodium à 0,01N, en agitant vigoureusement jusqu'à disparition de la couleur.
- Effectuer de la même façon un essai à blanc.

L'indice de peroxyde se détermine ainsi :

$$IP = N (V-V_0) \cdot 1000 / m \quad (\text{meq d'O}_2/\text{Kg d'huile})$$

Avec :

V₀ : Volume (ml) de Na₂S₂O₃ (0,01N) nécessaire pour titrer l'essai à blanc.

V : Volume (ml) de Na₂S₂O₃ (0,01N) nécessaire pour titrer l'échantillon.

N : Normalité de thiosulfate de sodium (Na₂S₂O₃).

m : prise d'essai (g) de l'échantillon.

2.3.5. Coefficients d'extinction spécifique K232 ; K270

L'examen spectrophotométrique a pour but de déterminer la qualité d'une huile, son état de conservation et ainsi les modifications dues aux processus technologiques. [96]

❖ Mode opératoire

Le coefficient d'extinction spécifique est déterminé selon la méthode officielle décrite par le [96].

Peser 0.25 g à 0,001 pré d'huile d'olive dans une fiole jaugée de 25 ml, compléter avec de cyclohexane jusqu'au trait de jauge, la solution obtenue doit être parfaitement limpide. La

lecture est faite dans des cuves en quartz de parcours optique de 1 centimètre aux longueurs d'onde de 232 et 270 nm. En employant comme blanc le solvant employé.



Figure 24 : Détermination de l'extinction spécifique

2.3.6. Détermination de la teneur en pigments

Les pigments sont des paramètres importants parce qu'ils sont corrélés à la couleur, qui est un attribut de base pour évaluer la qualité d'huile d'olive et la maturation du fruit. [97]

❖ Mode opératoire

Le dosage des chlorophylles et des caroténoïdes est décrit par le protocole de [98]. Un échantillon de 7.5g d'huile a été dissout dans 25 ml du cyclohexane. Le maximum d'absorption à 670 nm et à 470 nm renseigne sur la fraction chlorophyllienne et caroténoïde respectivement. La teneur en pigment est déterminée par les formules suivantes :

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

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

Ces formules sont basées sur les principes de la spectrophotométrie, où l'absorbance (A) d'une solution est proportionnelle à la concentration (C) de l'analyte selon la loi de Beer-Lambert :

$$A = \epsilon \times C \times L$$

Avec :

A : absorbance.

L : trajet optique (épaisseur de la cuve 1 cm).

613 : coefficient d'extinction de la chlorophylle dans l'huile.

2000 : coefficient d'extinction β -carotène dans l'huile.

ϵ : Coefficient d'extinction molaire (spécifique à chaque substance et longueur d'onde).

C : Concentration de la substance.

2.3.7. Extraction des composés phénoliques

Les composés phénoliques, appelés souvent « polyphénols », sont responsables de la bonne stabilité à l'oxydation des huiles d'olive. Outre leur propriété antioxydante, ils possèdent d'intéressantes propriétés nutritionnelles et organoleptiques. [99]

❖ Mode opératoire

Pour extraire les composés phénoliques à partir de l'huile d'olive, nous avons adopté le protocole de [100].

- 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 (à 3500 tpm pendant 10 min) ;
- Refaire l'extraction de la même manière sur la phase d'hexane obtenue ;
- Mélanger les extraits méthanoliques obtenus.

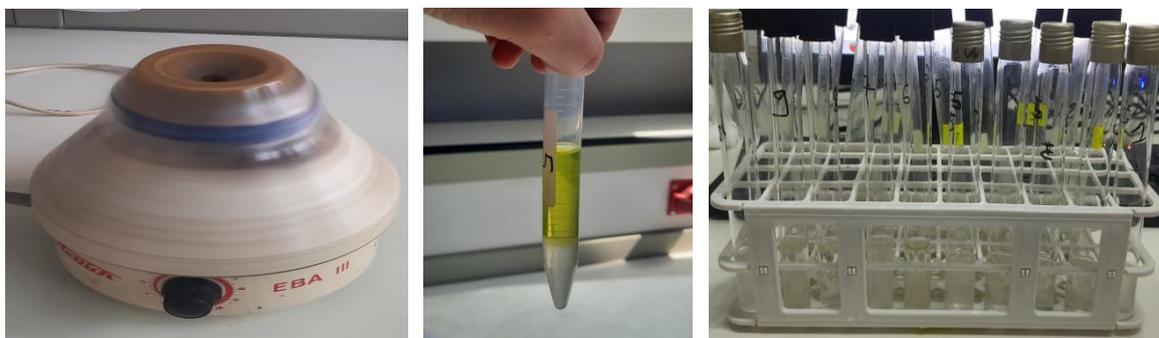


Figure 25 : différentes étapes de l'extraction des composés phénoliques.

2.3.8. Dosage des composés phénoliques

Les composés phénoliques ou polyphénols sont des métabolites secondaires caractérisés par la présence d'un cycle aromatique portant des groupements hydroxyles libres ou engagés avec un glucide.

Le dosage des phénols totaux a été réalisé par la méthode utilisant le réactif de folin-ciocalteu.

❖ 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 a été déterminée selon [100].

- 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 (Na_2CO_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.

Le blanc est élaboré dans le même mode opératoire sauf que l'extrait est remplacé par le mélange méthanol-eau.

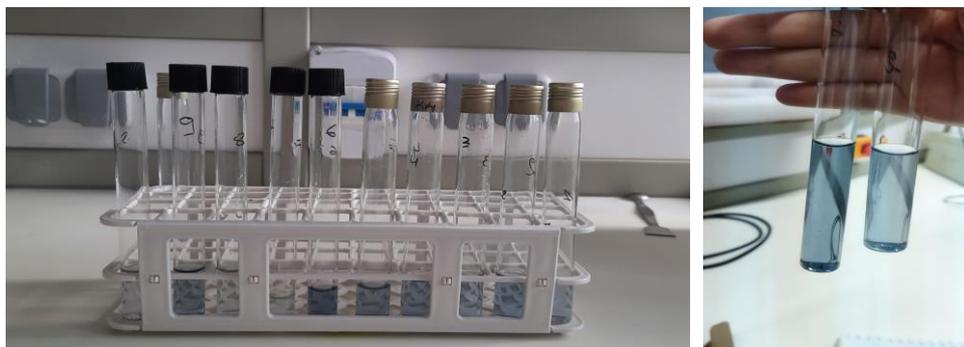


Figure 26 : Dosage des composés phénoliques.

Une courbe d'étalonnage a été réalisée en parallèle dans les mêmes conditions opératoires précédentes en utilisant l'acide gallique à différentes concentration.

La concentration massique en polyphénols totaux (C) est exprimée en mg équivalent d'acide gallique par l (mg EAG/l). 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 :

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

Avec :

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

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

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

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

2.3.9. Teneur en Flavonoïdes

Le dosage des flavonoïdes est basé sur la complexation des flavonoïdes par l'aluminium suite à la chélation de métaux (Al^{3+}) utilisés sous forme de trichlorure d'aluminium (AlCl_3), par les groupements OH. Le chlorure d'Aluminium forme des complexes jaunâtres avec les atomes d'oxygène présents sur les carbones 4 et 5 des flavonoïdes comme le montre la figure 27 [101].

Ce complexe de couleur jaune absorbe dans la lumière visible à une longueur d'onde de 430 nm.

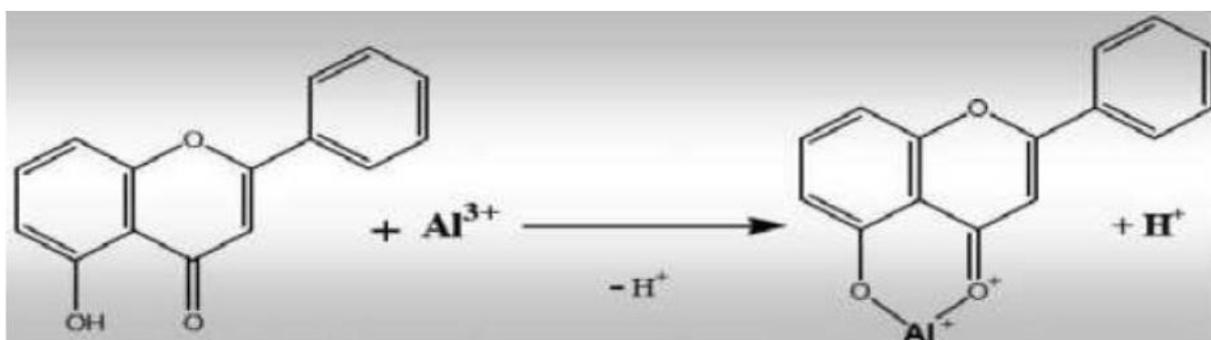


Figure 27 : Mécanisme de réaction de chlorure d'aluminium avec les flavonoïdes [101].

❖ Mode opératoire

La concentration des flavonoïdes dosés est exprimée en mg équivalent de quercétine par 100 g de matière sèche en se référant à une courbe d'étalonnage obtenue avec la quercétine.

Le protocole du dosage est effectué comme suit :

- 2 ml de l'extrait + 2 ml de trichlorure d'aluminium (AlCl_3) ;

- Incubation pendant 15 min à l'obscurité et à température ambiante ;
- Mesure de l'absorbance à $\lambda=430\text{nm}$.

La lecture de l'absorbance est faite par rapport à un blanc (Methanol/Eau, 60/40) préparé dans les mêmes conditions.

La quantification des flavonoïdes se fait en fonction d'une courbe d'étalonnage réalisée par un flavonoïde standard, la quercétine.

Une courbe d'étalonnage a été réalisée en parallèle dans les mêmes conditions opératoires précédentes en utilisant la quercétine à différentes concentration.

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).

2.3.10. Etude de l'activité antioxydante

- Radicaux libres

Un radical libre est une espèce chimique (atome ou molécule) contenant un électron non apparié. Ce déséquilibre n'est que transitoire et est comblé par l'acceptation d'un autre électron ou par le transfert de cet électron libre sur une autre molécule [102]. L'ensemble des radicaux libres et de leurs précurseurs est souvent appelé : espèces réactives de l'oxygène [103]. L'oxydation est l'un des processus les plus producteurs des radicaux libres dans les aliments et les tissus vivants [104].

➤ Piégeage du radical libre DPPH

Le DPPH est un radical libre stable utilisé expérimentalement pour remplacer les radicaux libres produits par les cellules en réponse à des stress internes ou externes [105]. Le composé chimique DPPH est l'un des premiers radicaux libres utilisés pour étudier la Relation structure-activité antioxydants des composés phénoliques (figure 28). Il possède un électron non apparié sur l'atome du pont formé par les deux azotes [106].

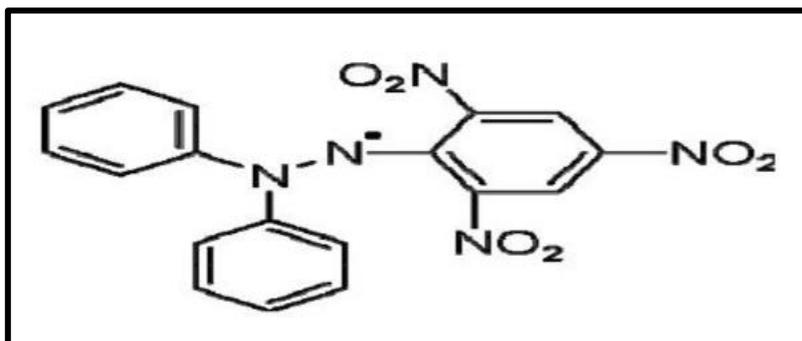


Figure 28 : Structure chimique du radical libre DPPH°. [106]

❖ Mode opératoire

100 µl de différentes dilutions sont mélangées avec 2.9 ml de la solution DPPH préparée à 0.04% d'éthanol. L'absorbance est mesurée à 517 nm, après 30 min d'incubation à une température ambiante et à l'obscurité contre un blanc (100 µl d'eau distillée + 2.9 ml de la solution DPPH) [107, 108].

L'inhibition des radicaux libres en pourcentage I(%) est calculée en utilisant la formule suivante [109] :

$$I (\%) = [(abs\ controle - Abs\ test)/Abs\ controle]*100$$

Avec :

Abs test : absorbance de l'échantillon.

Abs contrôle : absorbance contrôle.

2.3.11. Analyse spectroscopique UV

La spectrophotométrie UV-visible est une technique analytique fondée sur l'étude du Changement de l'intensité de la lumière traversant une solution colorée, dans un domaine d'application comprise entre 200 et 800 nm, en effet pour pouvoir déterminer les concentrations des substances absorbantes. [110]

❖ 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.

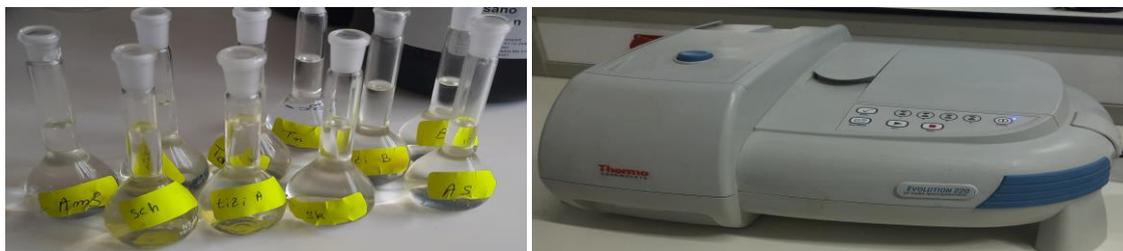


Figure 29 : Echantillons d'huile d'olive dilués avec l'hexane et Spectrophotomètre UV-visible.

2.3.12. Analyses par spectroscopie infrarouge

La spectroscopie infrarouge (parfois désignée comme spectroscopie IR) est une classe de spectroscopie qui traite de la région infrarouge du spectre électromagnétique. Elle recouvre une large gamme de techniques, la plus commune étant un type de spectroscopie d'absorption. Comme pour toutes les techniques de spectroscopie, elle peut être employée pour l'identification de composés ou pour déterminer la composition d'un échantillon. Les tables de corrélation de spectroscopie infrarouge sont largement présentes dans la littérature scientifique. [111]

Le rayonnement infrarouge (IR) fut découvert en 1800 par Frédéric Wilhelm Hershel. Ces radiations localisées au-delà des longueurs d'onde dans le rouge, sont situées entre la région du spectre visible et des ondes hertziennes. Le domaine infrarouge s'étend de 0,8 μm à 1000 μm . Il est arbitrairement divisé en 3 catégories, le proche infrarouge (0,8 à 2,5 μm soit 12500-4000 cm^{-1}), le moyen infrarouge (2,5 à 25 μm soit 4000-400 cm^{-1}) et le lointain infrarouge (25 à 1000 μm soit 400-10 cm^{-1}). [112]

La spectrométrie infrarouge est une méthode de caractérisation rapide, sensible et largement utilisée pour l'identification des molécules organiques.

❖ Mode opératoire

Une goutte fine d'huile est déposée et bien étalée sur la surface centrale d'une lamelle à l'aide d'une spatule. Le nettoyage des lamelles après chaque mesure est effectué avec de l'acétone. Après collections des données, les spectres IR obtenus seront traités.

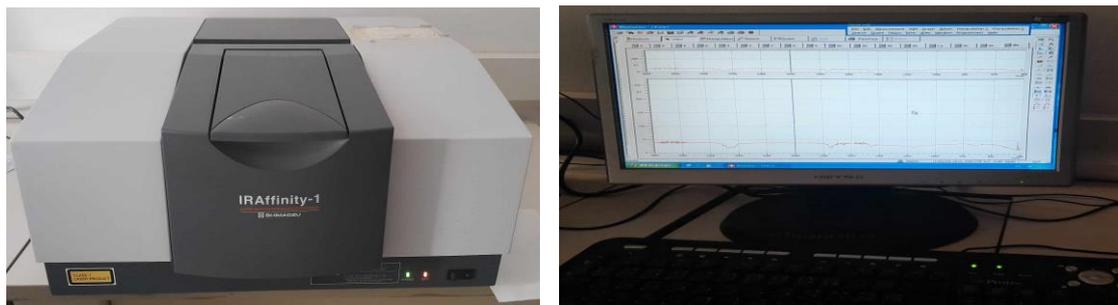


Figure 30 : Spectrophotomètre IR.

2.4. Analyses chimiométriques

Ces analyses ont été effectuées en utilisant le logiciel d'analyse de données « Solo+Mia ». Ce dernier offre une interface intuitive et des outils performants pour la modélisation et la visualisation des relations entre les différentes variables analysées, permettant ainsi de mieux comprendre les différences et similitudes entre les échantillons étudiés.

2.4.1. Analyse de la corrélation

L'analyse de la corrélation est appliquée sur la matrice de données constituée de 10 lignes représentant les échantillons et de 10 colonnes représentant les paramètres physico-chimiques. Nous avons procédé à un prétraitement de ces données (autoscale : données centrées réduites) et exécuté l'analyse. Le logiciel a donné la valeur du coefficient de corrélation pour chaque deux paramètre.

2.4.2. Analyse en composantes principales

Nous avons utilisé cette analyse pour 03 matrices de données : Les paramètres physico-chimiques, les données spectrales UV et les données spectrales IR. Nous avons divisé ces échantillons en 03 classes : Bejaia (07 échantillons), Tizi Ouzou (02 échantillons) et Tunisie (01 échantillon). Après prétraitement des données, nous avons utilisé la validation croisée « Leave one out » pour déterminer le nombre de composantes principales à retenir.

Chapitre 3
Résultats et discussions

Chapitre 3

Résultats et discussions

3.1. Analyses physico-chimiques

Tableau 8: Valeurs normatives des paramètres physico-chimiques des huiles d'olive.

Paramètre	Humidité	Densité	Indice d'acide	Indice de peroxyde	K232	K270
Norme	< 0.2	0,910 - 0,916	0,8 à 3,3%	< 20 meq d'O ₂ /kg.	< 2,50	< 0.22

3.1.1. Teneur en eau (humidité)

Les teneurs en eau et en matières volatiles des échantillons d'huile d'olive étudiées sont conciliés dans la figure 31.

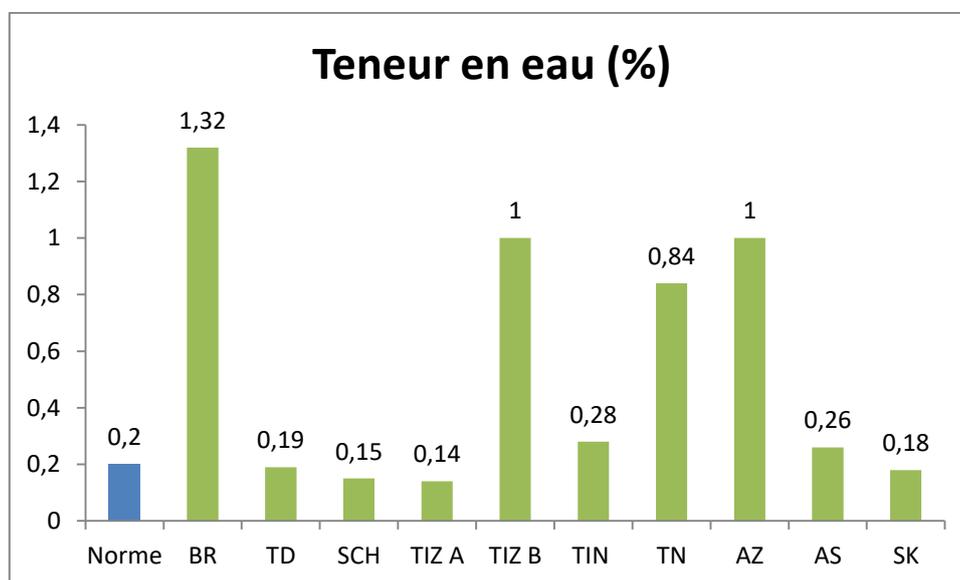


Figure 31 : Teneurs en eau et en matières volatiles des échantillons d'huile d'olive

Nous avons relevé des teneurs en eau relativement faibles (< 0.2) pour 04 échantillons (Sk, Td, Sch, TizA). Les teneurs en matières volatiles déterminées sont relativement communes à celles préconisées par le COI (teneur inférieures à 0,2% pour l'huile d'olive extra vierge). Le reste des échantillons (Tin, Tn, Br, Az, As, et TizB) présente une teneur en eau

supérieure à 0.2% cela est dû à la durée de malaxage prolongée et à la mauvaise séparation de l'huile des eaux de végétation lors de la décantation ou de la centrifugation [113].

L'eau constitue un facteur limitant de la conservation de l'huile d'olive. C'est pour cette raison qu'il est préférable qu'elle soit à un seuil minimum ou complètement absente dans l'huile, car sa présence est susceptible d'avoir une incidence sur sa qualité [114].

3.1.2. Densité

La densité est considérée comme un critère physique qui permet de contrôler la pureté d'une huile (Figure 32).

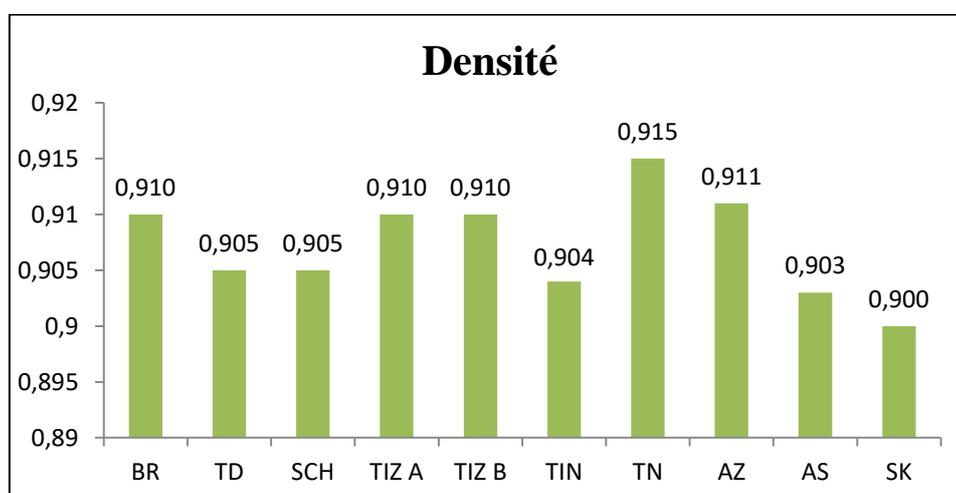


Figure 32 : Densité des différents échantillons d'huile d'olive.

Les résultats de l'analyse de la densité pour les régions de (Td, Sch, Tin, As, et Sk) sont inférieurs à la norme [14] qui est de (0,910 - 0,916). Cette différence pourrait être liée à la technologie d'extraction, ou à la maturité et nature des olives utilisées. Quant aux valeurs de la densité relevées pour les régions de (Br, TizA, Tn, TizB, et Az), Elles sont dans l'intervalle des normes établies, on peut dire que ses huiles sont pures.

3.1.3. Acidité libre

L'acidité a été effectuée sur les 10 échantillons collectés, les résultats obtenus sont rapportés dans la figure 33.

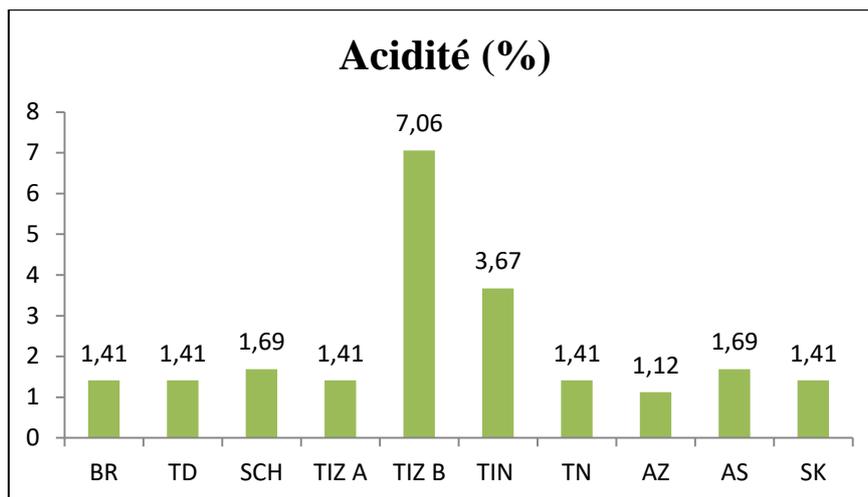


Figure 33 : Acidité libre des échantillons d’huile d’olive.

L’acidité est un critère d’appréciation de qualité des huiles alimentaires, exprimée en pourcentage d’acide oléique [91]. Ce paramètre renseigne sur l’état d’altération de l’huile par hydrolyse enzymatique et thermique des triglycérides [115]. Ainsi, elle est considérée comme indicateur de base dans la détermination de la fraîcheur de l’huile [25].

D’après les résultats obtenus, nous constatons que l’huile d’olive des échantillons de (Br, Td, Sch, TizA, Tn, Az, As et Sk) ont un taux d’acidité conforme à la norme fixée par le conseil oléiculture international [17] qui se situent entre 0,8 à 3,3%, cela nous permet de les classer dans la catégorie d’huile d’olive vierge courante (Acidité \leq 3,3 %), et pour l’huile des deux échantillons de (TizB et Tin) le taux d’acidité est supérieur à la norme (7,06 et 3,67 %) respectivement, cela nous permet de les classer dans la catégorie d’huile d’olive lampante, ce qui indique que ces échantillons sont dans un état dégradés, et leurs altérations peut être dues à la durée et condition de stockage des olives et des huiles et leurs système d’extraction.

3.1.4. Indice de peroxyde

L’indice de peroxyde constitue un paramètre important de qualité des huiles alimentaires [116]. Il est à rappeler que, les huiles d’olive perdent leur fraîcheur à partir d’un indice de peroxyde supérieur à 20 meq d’O₂ /kg. Les résultats d’analyse de ce paramètre de nos échantillons sont représentés dans la figure 34.

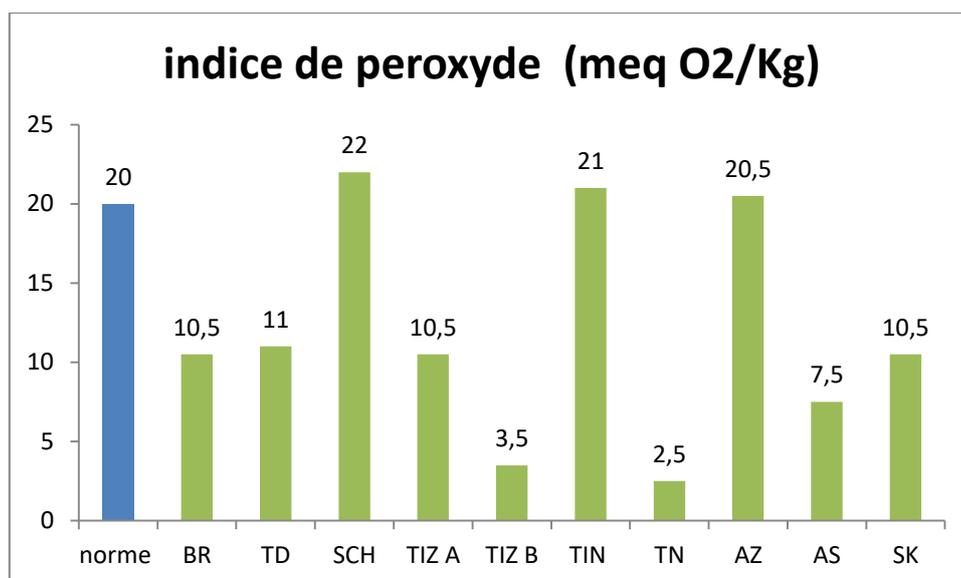


Figure 34 : L'indice de peroxyde des échantillons d'huile d'olive.

Suite aux résultats obtenus, nous avons noté que les échantillons des régions de (Br, Td, TizA, TizB, Tn, As, et Sk) analysés ont répondu aux normes établies par COI 2013 [9] (<20 meq O₂/kg huile), Ces bons résultats s'expliquent par la maîtrise de plusieurs paramètres : la qualité des olives avant extraction, le soin apporté lors du processus de pressage (réalisé à basse température), et une conservation optimale à l'abri de l'air et de la lumière. Ces pratiques limitent la formation de peroxydes, préservant ainsi l'intégrité des acides gras et retardant l'apparition de rancissement dans les huiles d'olive. Et quant aux résultats des échantillons de (Sch, Tin, Az), nous avons obtenu des valeurs supérieures à la norme (22 ; 21 ; 20,5 meq O₂/Kg) respectivement. Le phénomène d'oxydation des acides gras conduit à l'apparition d'une saveur caractéristique « rance », il aboutit aussi à des modifications dans les propriétés organoleptiques, chimiques et nutritionnelles, ce qui affecte la qualité marchande du produit [117].

3.1.5. Coefficients d'extinctions K_{232} , K_{270}

3.1.5.1. Absorbance dans l'UV vers 232 nm

Les valeurs de l'absorbance dans l'UV vers 232 nm des échantillons de l'huile d'olive étudiées sont représentées dans la figure 35 :

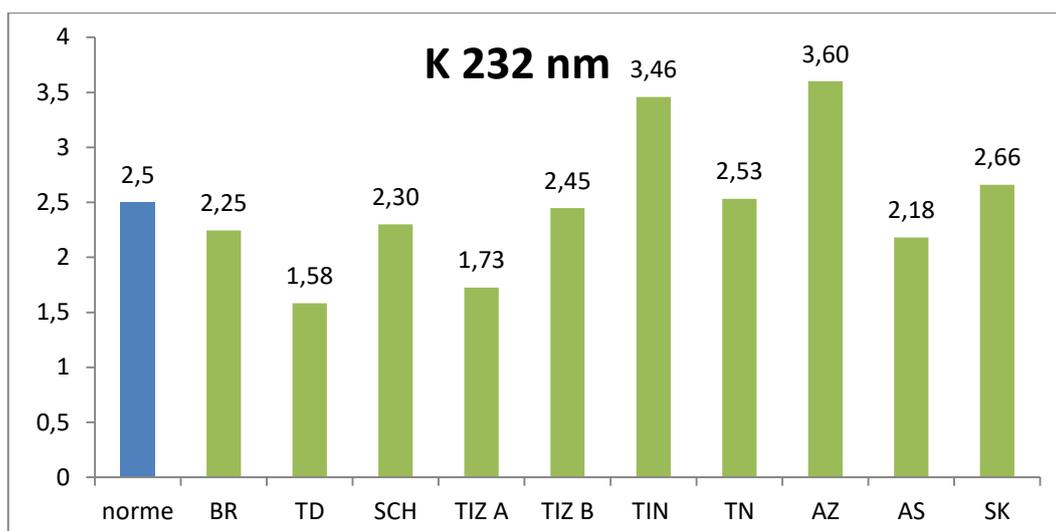


Figure 35 : Absorbance dans l'UV à 232 nm des échantillons d'huile d'olive

D'après ces résultats ; les valeurs des absorbances spécifiques des échantillons de (Br, Td, Sch, TizA, TizB, et As) ne dépassent pas la norme fixée par le COI 2015 [14] (inférieur à 2,50). Cependant les autres échantillons (Tin, Tn, Az, et Sk) dépassent les normes ce qui indique qu'ils ont subi une oxydation primaire peut-être à cause d'exposition aux agents oxydant lors de la trituration des olives ou bien à la mauvaise condition de stockage des huiles après trituration.

3.1.5.2. Absorbance dans l'UV vers 270 nm

Les valeurs de l'absorbance dans l'UV vers 270 nm des échantillons de l'huile d'olive étudiées sont représentées dans la figure 36 :

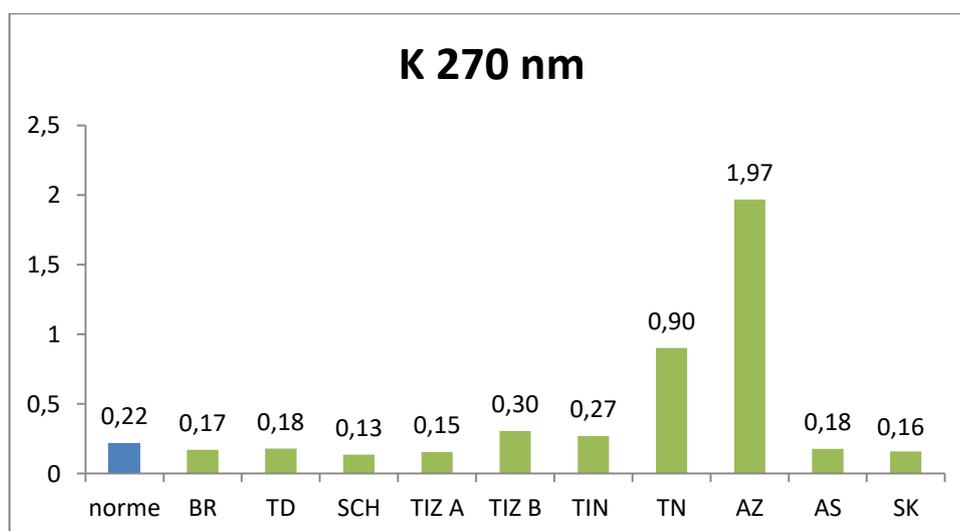


Figure 36 : Absorbance dans l'UV à 270 nm des huiles d'olive étudiées.

Selon ces résultats les valeurs d'absorbances spécifiques K 270 des échantillons Br, Td, Sch, TizA, As, et Sk sont (inférieures à 0.22) : le seuil fixé par le COI 2015 [14]. Tandis que les valeurs des échantillons TizB, Tin, et Tn dépassent légèrement la norme. Exceptionnellement, l'échantillon Az est caractérisé par une absorbance très élevée qui est estimée de 1.97. L'extinction spécifique à 232 nm et à 270nm d'une huile reflète son état d'oxydation. Plus son extinction à 232 nm est forte plus elle peroxydé, et plus que l'extinction à 270 nm est forte plus l'huile est riche en produit d'oxydation secondaire en traduisant sa faible aptitude à la conservation [116].

Plusieurs facteurs peuvent expliquer ces résultats à savoir la récolte tardive des olives, l'exposition excessive des olives et de l'huile extraite à l'oxygène de l'air et à la lumière, voir aussi au réchauffement de la pâte lors de la trituration [118].

3.1.6. Détermination de la teneur en pigments (chlorophylles et caroténoïdes)

La teneur en pigments des huiles est un paramètre important pour sa qualité vu leur corrélation avec la couleur qui est le premier attribut percevable par les consommateurs. [32]

L'absorbance maximale à la longueur d'onde de 670 nm est due exclusivement à la présence de chlorophylles, majoritairement la phéophytine a. Cependant, les caroténoïdes (lutéine) présentent un maximum d'absorbance à 470 nm. [119]

La teneur en chlorophylles des huiles d'olive étudiées varient entre 1.211 mg/kg et 6.99 mg/kg de l'huile d'olive (Figure 37).

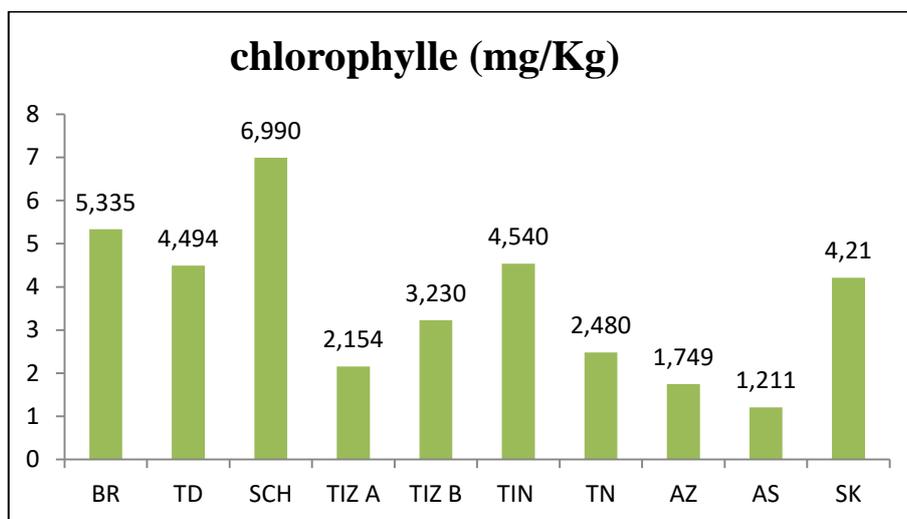


Figure 37 : Teneur en chlorophylle des huiles étudiées.

Les teneurs en caroténoïdes trouvées pour les échantillons d'huile d'olive des régions étudiées varient entre 0.819 mg/kg et 2.99 mg/kg de l'huile d'olive (Figure 38).

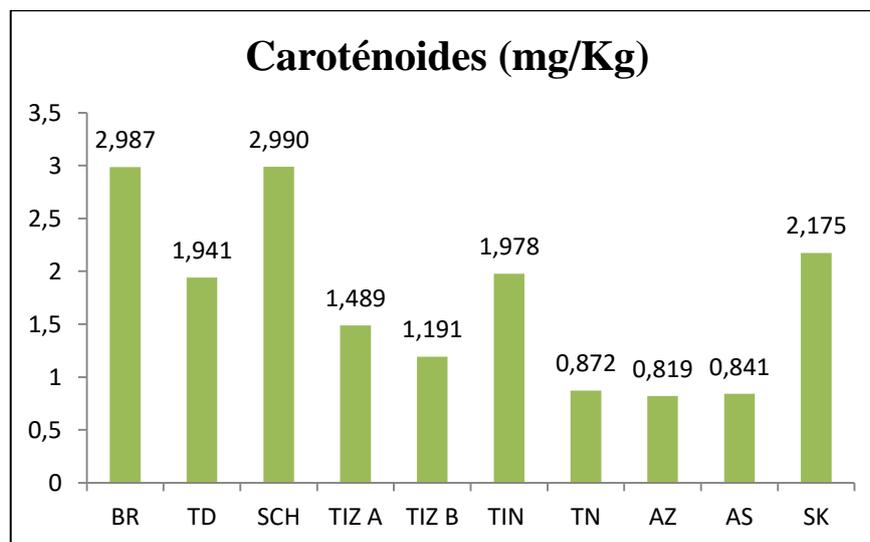


Figure 38 : Teneur en caroténoïde des huiles étudiées.

Ces résultats sont comparables à ceux rapportés par [32]. Ce dernier a montré que la teneur en chlorophylles varie de 1,9 à 6,9 mg/Kg et celle des caroténoïdes, de 1 à 2,9 mg/Kg pour des variétés espagnoles et grecques cultivées en Tunisie. Cette différence en pigments entre les régions est liée au degré de maturité des olives [118]. Elle dépend également de la variété, du sol et des conditions climatiques [120].

Les chlorophylles sont les pigments les plus abondants dans la nature, ils sont responsables de la nuance verdâtre de l'huile d'olive dont les taux varient en dépend des facteurs génétiques et du stade de maturation des fruits [121]. Une faible teneur en chlorophylles permet de réduire les risques d'oxydation des huiles [109]. La concentration en chlorophylles peut dépasser 80 mg/Kg pour les huiles obtenues à partir d'olives en stade précoce de maturité pour chuter à des valeurs d'environ 2 mg/Kg lorsque le fruit est bien mûr [122].

Les caroténoïdes sont des pigments naturels mais a structure d'hydrocarbure, parmi eux on trouve le β -carotène (provitamine A) à des concentrations variables (0.3 à 3.7 mg/kg).

3.1.7. Détermination de la teneur en composés phénoliques totaux

Les olives contiennent une quantité appréciable de composés phénoliques qui passent dans l'huile lors de son extraction. La teneur en composés phénoliques de l'huile d'olive est un

facteur important dans l'évaluation de sa qualité vue que ces derniers augmentent la résistance à l'oxydation [123].

La teneur en polyphénols a été estimée par la méthode colorimétrique de Folin-Ciocalteu. C'est l'une des méthodes les plus anciennes conçue pour déterminer la teneur en polyphénols, des plantes médicinales et les nourritures.

L'acide gallique est le standard (courbe d'étalonnage, Figure 39) le plus souvent employé dans la méthode de Folin-Ciocalteu.

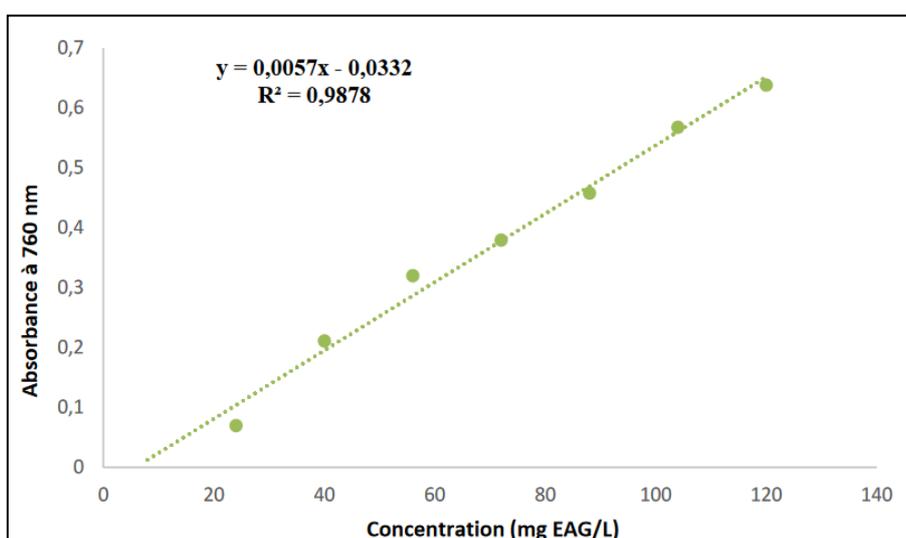


Figure 39 : Courbe d'étalonnage de l'acide gallique.

Les teneurs en polyphénols totaux des échantillons étudiés sont présentées dans la figure 40.

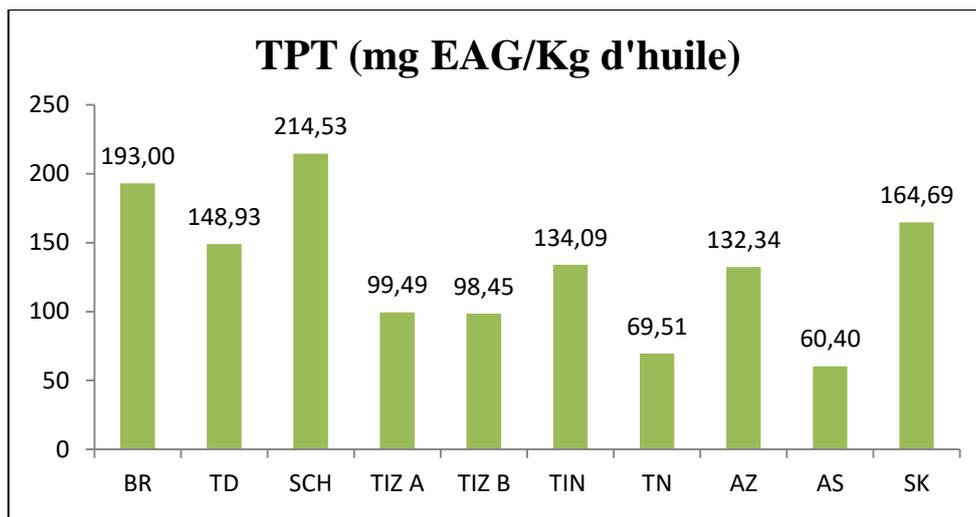


Figure 40 : Teneur en polyphénols totaux des échantillons d'huile d'olive.

La valeur moyenne enregistrée pour la teneur en polyphénols varie entre 60.40 mg d'EAG/kg et 214.53 mg d'EAG/kg d'huile. Les teneurs en polyphénols totaux enregistrées pour nos huiles sont légèrement inférieures à celles des 18 variétés italiennes étudiées par [124], pour lesquelles les teneurs oscillent entre 115 et 377 mg /Kg, mais proches à celles enregistrées par [125] sur des variétés tunisiennes, caractérisées par des teneurs en polyphénols variant entre 18,2 à 162,8 mg /Kg.

Plusieurs facteurs peuvent influencer la teneur en composés phénoliques tels que la maturation d'olive, la variation saisonnière, le facteur environnemental, la diversité intra variétale de l'olivier et la méthode d'extraction. Cependant, les huiles étudiées sont moyennement situées dans la fourchette des teneurs en polyphénols des huiles d'olive vierges (50 à 1000 mg/Kg) établie par [126].

3.1.8. Détermination de la teneur en flavonoïde

Les flavonoïdes sont des piègeurs efficaces des radicaux libres les plus prooxydants impliqués dans la peroxydation lipidique [127]. De plus, ils ont une activité chélatrice des métaux tels que le cuivre et le fer, qui à l'état libre, peuvent être à l'origine de la production de radicaux libre [128].

A partir d'une solution mère de la quercétine, une série de solutions filles est ainsi préparée, ces dernières ont subi le même traitement que les échantillons, les absorbances ainsi enregistrées sont utilisées pour tracer la courbe d'étalonnage (figure 41).

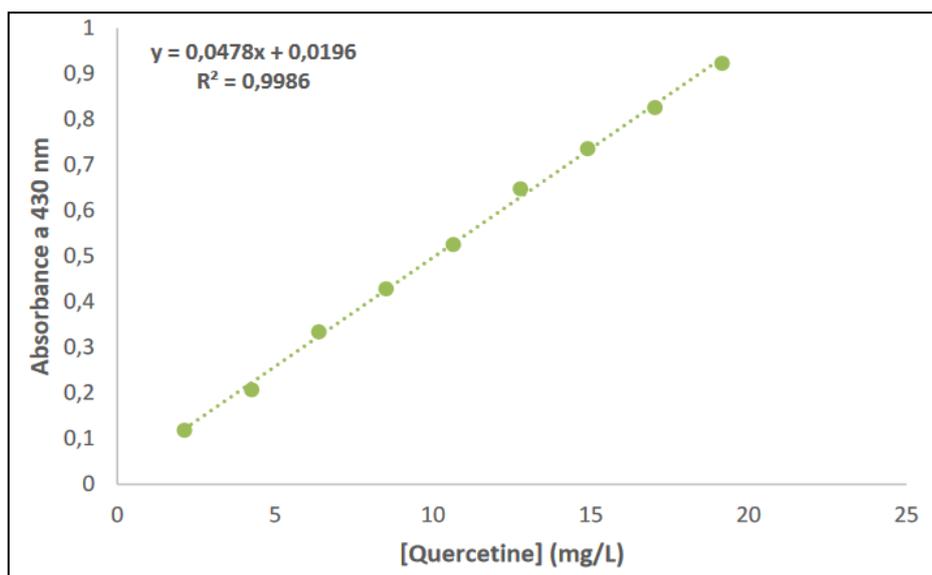


Figure 41 : Courbe d'étalonnage de la quercétine.

Les résultats dans la figure 42 représentent la teneur en flavonoïdes des huiles d'olives des olives étudiés.

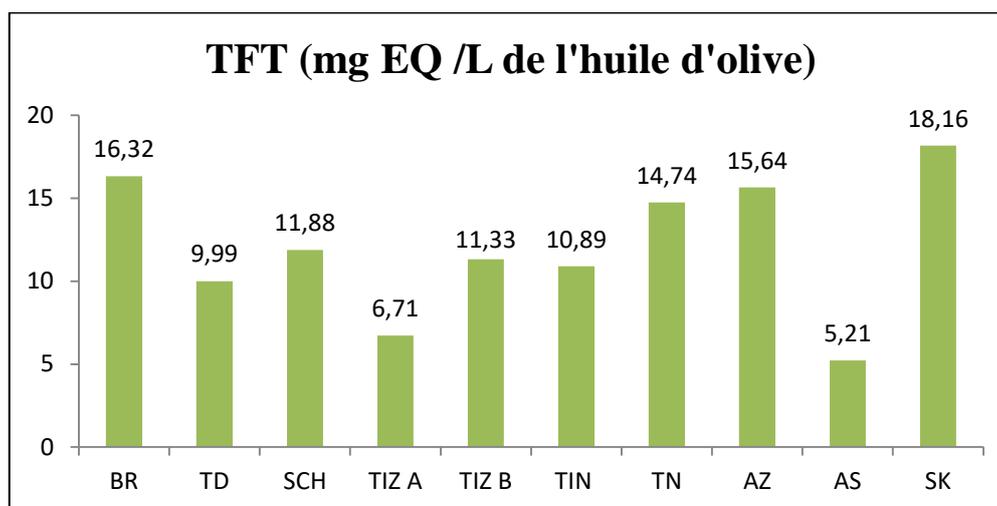


Figure 42 : Teneur en flavonoïde totaux des huiles étudiées.

La teneur la plus élevée est enregistrée pour l'échantillon de Sk avec 18,16 mg EQ /L suivi de l'échantillon de Br avec 16,32 mg EQ /L et de Az avec 15,64 mg EQ/L. Par contre, le reste des échantillons présentent des teneurs moins importantes en flavonoïdes totaux allant de 5,21 à 14,74 mg EQ/L. Les teneurs en flavonoïdes totaux enregistrées pour nos échantillons d'huiles d'olive sont proches de celles des variétés algériennes étudiées par [129] pour lesquelles les teneurs varient entre 10 et 44 mg/Kg. Mais supérieures à celles enregistrées par [130] sur des variétés espagnoles, caractérisées par des teneurs en

flavonoïdes variant entre 0.76 à 2.4 mg/l. Les flavonoïdes font partie des composés majoritaires des polyphénols trouvés dans l'huile d'olive [131].

3.1.9. Activité antioxydante par le test de piégeage du radical DPPH

La méthode de piégeage du radical libre DPPH a été utilisée pour évaluer l'activité antioxydante des extraits d'huile d'olive vierge, parce qu'elle est reconnue comme étant une activité simple, rapide et efficace en raison de la grande stabilité du radical [132].

Les résultats de piégeage du radical libre DPPH par nos échantillons de l'huile d'olive sont résumés dans la figure 43.

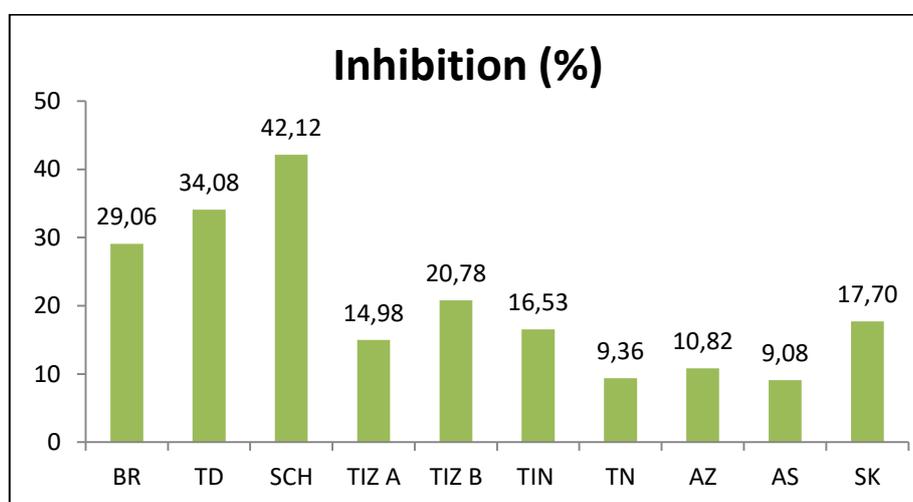


Figure 43 : Taux d'inhibition du radical DPPH des échantillons d'huile d'olive

Les résultats de l'activité antioxydante obtenus ont indiqués que tous les échantillons de l'huile étudiés possèdent une capacité antioxydante intéressante avec de légères différences. La meilleure activité radicalaire DPPH a été enregistrée par l'échantillon de Sch avec un taux d'inhibition de 42,12 %, suivi de l'échantillon de Td avec une inhibition de 34,08%. Le pourcentage le moins élevé est enregistré par l'huile d'olive de Tn et As avec 9.36% ; 9.08% respectivement. Selon [133], l'activité antioxydante des extraits méthanoliques de l'huile d'olive évaluée par la méthode au DPPH est significativement influencée par la variété des olives.

L'activité antioxydante de l'huile d'olive est due principalement à la fraction phénolique incluant les flavonoïdes [134]. Ces propriétés antioxydantes peuvent être liées à un don d'hydrogène et leurs capacités à améliorer la stabilité des radicaux en formant une liaison intramoléculaire hydrogénique entre l'hydrogène libre et leur radicaux phénoxy [129]. Ce

potentiel antioxydant confère à l'huile d'olive un grand intérêt dans la prévention contre les maladies cardiovasculaires, les cancers, le diabète, les maladies neuro-dégénératives, l'inflammation et le vieillissement [135].

3.2. Analyse spectroscopique UV

Les spectres d'absorption entre les longueurs d'ondes 200 et 400 nm des échantillons d'huile d'olive diluée 100 fois dans de l'hexane sont représentés dans la figure 44.

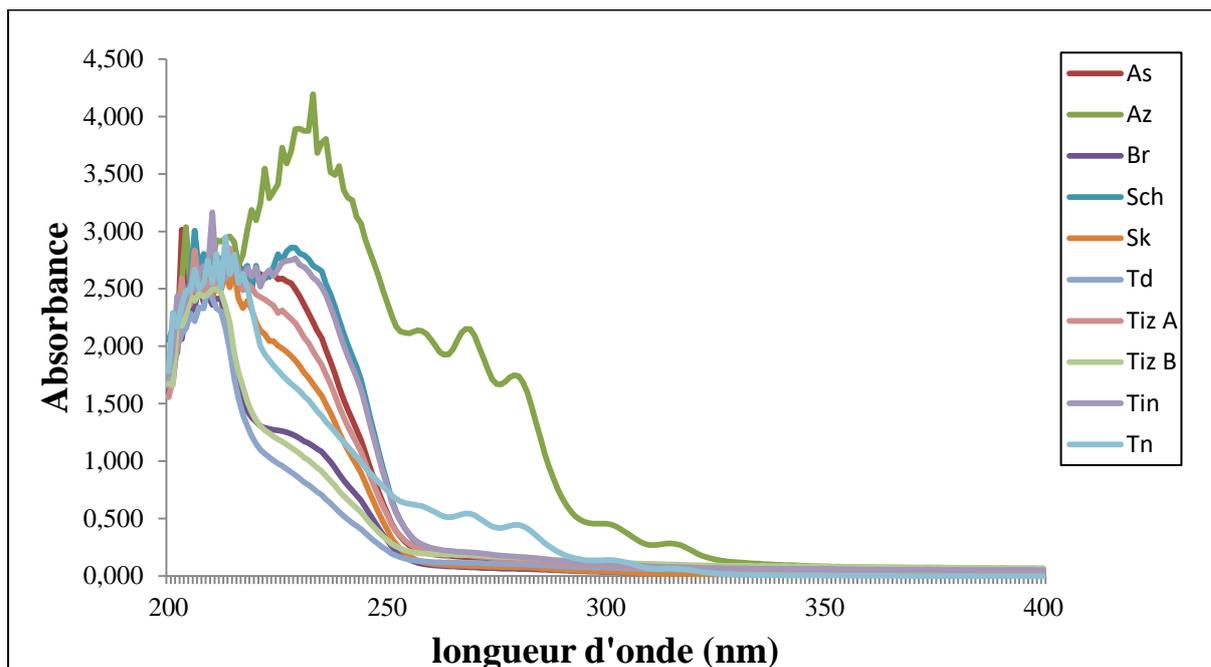


Figure 44 : Spectres d'absorption UV des échantillons d'huile diluée.

Les spectres d'absorption des échantillons d'huile d'olive, comme indiqué dans la figure 40, révèlent des caractéristiques distinctes. Une absorption significative est observée entre 200 et 250 nm, principalement en raison de la présence de composés oxydés dans l'huile.

Entre 250 et 325 nm, une seconde bande d'absorption apparaît aux alentours de 280 nm. D'après la littérature, c'est les composés phénoliques qui absorbent dans cet intervalle de longueur d'onde. Nous constatons aussi des bandes d'absorption aux alentours de 260, 270 et 280 nm dans les spectres des échantillons Tn et Az. Cette observation suggère que les échantillons Tn et Az pourraient avoir subi une oxydation plus avancée que les autres échantillons. L'oxydation des huiles peut être influencée par divers facteurs tels que les conditions de stockage, l'exposition à la lumière et à l'air, ainsi que les méthodes de production.

3.3. Analyse spectroscopique IR

Les échantillons d'huile d'olive sont analysés ainsi par IR et les spectres enregistrés sont représentés par la figure 45.

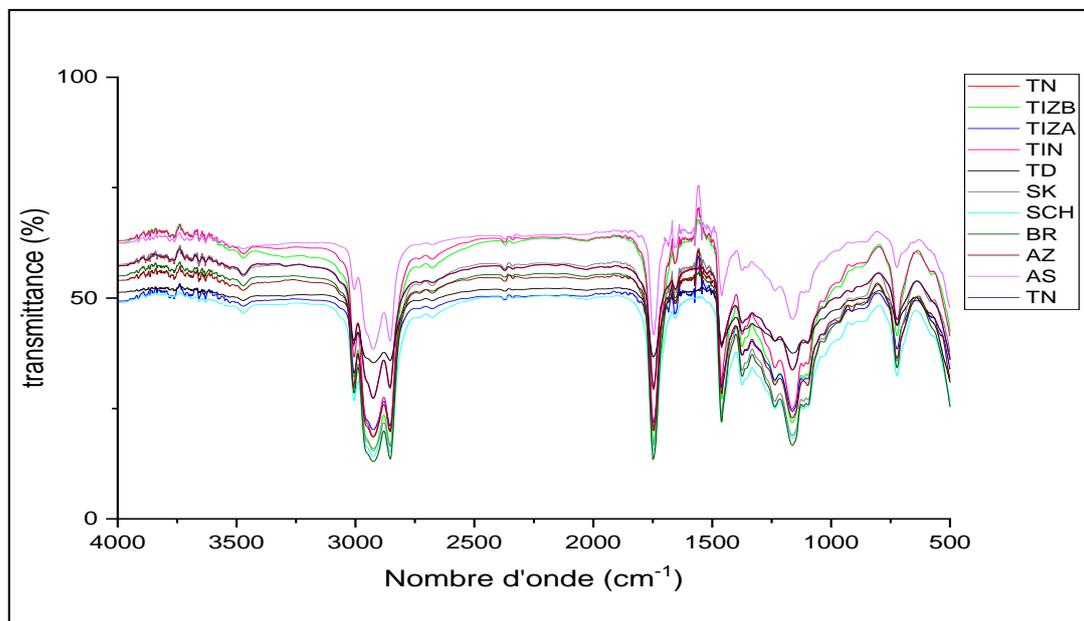


Figure 45 : Spectres infrarouge des huiles étudiées.

La position, le nombre et l'intensité des bandes dans un spectre infrarouge renseignent sur la nature et la concentration relative des groupements fonctionnels (C=O, C-O, etc...) et structuraux (CH₃, CH₂, etc...) présents au sein des composés constituant l'huile d'olive.

Nous constatons que le profil des spectres IR des huiles étudiées montre une nette différence entre les bandes d'absorption.

Il est possible de différencier les fonctions chimiques dans lesquelles apparaissent :

- **722 cm⁻¹** : on observe une bande qui correspond à la zone d'absorption des composés aromatiques mono substitués.
- **1164 cm⁻¹** : cette bande est attribuable à la vibration d'élongation du groupe C-O des esters.
- **1500-1300 cm⁻¹** : les bandes à 1460 cm⁻¹ et 1381 cm⁻¹ sont attribuables respectivement aux vibrations de déformation des groupes CH₂ et CH₃.
- **1746 cm⁻¹** : on observe une bande plus intense. Cette bande est attribuable à la vibration d'élongation du groupe C=O, caractéristique des esters.

- **3005 cm-1** : on observe une bande de faible intensité. Cette bande est attribuable à la vibration d'élongation "cis" du groupe =C-H.
- **2800-3000 cm-1** : on observe des bandes de forte intensité. Ces bandes sont attribuable à la vibration d'élongation du groupe -C-H.
- **3450 et 3600 cm-1** : présente Une faible bande OH, correspond à la présence des acides gras.

3.4. Analyses chimométriques

3.4.1. Analyse de la corrélation

Les résultats de l'analyse de la corrélation sur les paramètres physico-chimiques sont donnés dans le tableau 8.

Tableau 9 : Valeurs du coefficient de corrélation.

	Teneur en eau (%)	Densité	Acidité (%)	Indice de peroxyde meq O2/kg	Chlorophyll -es (mg/Kg)	Caroténoïd -es (mg/Kg)	K ₂₃₂	K ₂₇₀	TPT (mg EAG/Kg d'huile)	% Inhibition
Teneur en eau (%)	1.00									
Densité	0.65	1.00								
Acidité(%)	0.23	-0.12	1.00							
Indice de peroxyde meq O2/kg	-0.26	-0.24	-0.24	1.00						
Chlorophyll es (mg/Kg)	-0.12	-0.28	0.01	0.44	1.00					
Caroténoïd es (mg/Kg)	-0.18	-0.30	-0.15	0.48	0.95	1.00				
K ₂₃₂	0.30	0.07	0.15	0.48	-0.11	-0.19	1.00			
K ₂₇₀	0.47	0.57	-0.18	0.21	-0.45	-0.49	0.64	1.00		
TPT (mg EAG/Kg d'huile)	-0.02	-0.26	-0.21	0.61	0.88	0.90	0.03	-0.19	1.00	
% Inhibition	-0.15	-0.24	-0.01	0.34	0.89	0.86	0.40	-0.45	0.81	1.00

Les résultats du tableau 8 présentent les corrélations entre différents paramètres physico-chimiques et spectrales des échantillons d'huile d'olive que vous avez étudiés. La valeur de corrélation varie entre -1 et 1. Une valeur positive indique une corrélation directe, c'est-à-

dire que les deux variables augmentent ou diminuent ensemble. Une valeur négative indique une corrélation inverse, où une variable augmente pendant que l'autre diminue. Ce tableau présente une grande corrélation entre 04 paramètres : la teneur en caroténoïdes, la teneur en chlorophylles, la teneur en polyphénol totaux et le % d'inhibition.

La corrélation entre les chlorophylles et les caroténoïdes est très forte (0.95). Cette corrélation s'explique par le fait que ces deux composés sont des pigments présents dans les olives et influencent la couleur de l'huile d'olive. En général, des olives plus mûres ou de meilleures qualités ont des concentrations plus élevées de ces pigments, ce qui reflète leur forte corrélation et entre les pigments et les composés phénoliques est due au fait que ce sont des composés influencés par les même facteurs tel que la variété de l'olivier, la période de récolte et les techniques d'extractions donc leurs teneurs dans l'huile d'olive évoluent de la même manière et à leurs propriétés anti-oxydantes.

Chlorophylles et % d'inhibition (0.89) / Caroténoïdes et % d'inhibition (0.86) : Ces fortes corrélations s'explique par le fait que ces pigments contribuent non seulement à la couleur de l'huile, mais aussi à ses propriétés antioxydantes, en ralentissant le processus d'oxydation.

Ces relations sont importantes car elles montrent que les huiles d'olive riches en pigments et en polyphénols sont plus stables et de meilleure qualité, ayant un pouvoir antioxydant plus élevé, ce qui les protège de l'oxydation. À l'inverse, des paramètres comme l'acidité, la densité ou la teneur en eau n'ont pas de corrélations importantes avec les autres variables, ce qui indique qu'ils n'ont pas une influence directe sur la qualité antioxydante ou l'oxydation de l'huile.

3.4.2. Analyse en Composantes Principales

L'Analyse en Composantes Principales (ACP) a été réalisée en tant qu'analyse exploratrice sur chaque ensemble de données (les paramètres physico-chimiques, les spectres UV ainsi que les spectres IR) afin de réduire la dimensionnalité des données spectrales à un petit nombre de composantes.

3.4.2.1. ACP sur les paramètres physico-chimiques

Nous avons choisi un modèle ACP à deux composantes principales capturant une variance cumulée de 99,62%. Les axes principaux 1 et 2 expliquent respectivement 98,51 % et 1,12% de la variabilité. (Figure 46)

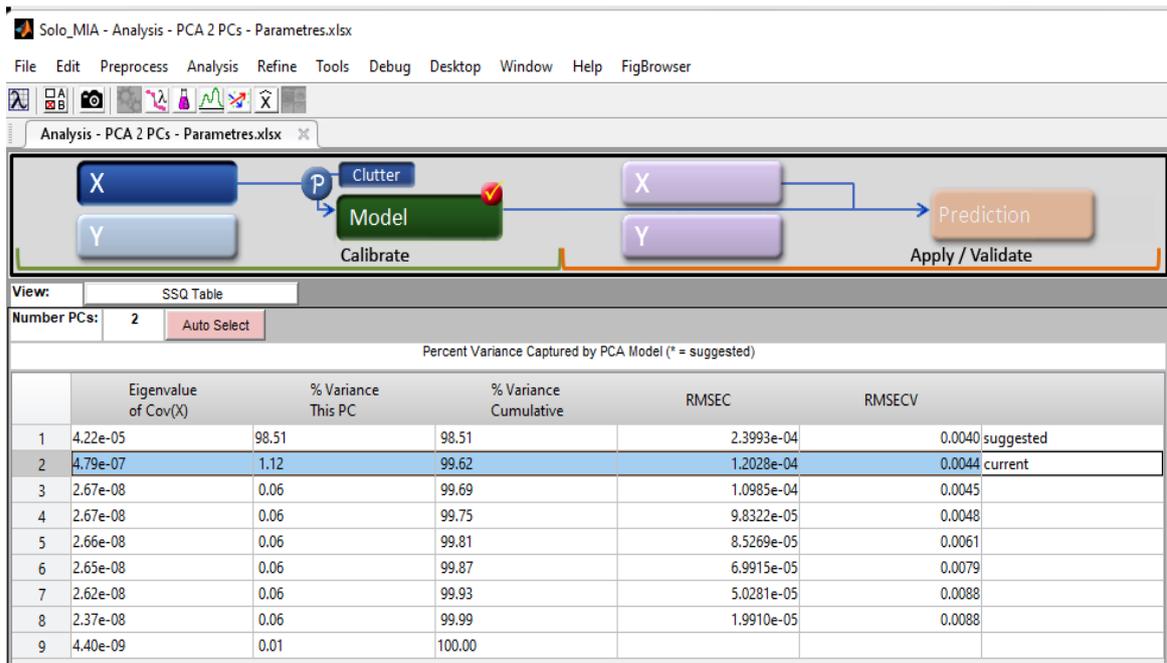


Figure 46 : Interface de l'ACP_ modélisation des paramètres

D'après la figure 47, le modèle ACP a permis de bien séparer les 03 régions étudiées : Bejaia, Tizi-Ouzou et Tunisie. L'axe PC1 a séparé entre l'échantillon de la Tunisie et les échantillons de l'Algérie (Bejaia et Tizi Ouzou). Cependant, l'axe PC2 a séparé entre les échantillons de Bejaia et ceux de Tizi-Ouzou.

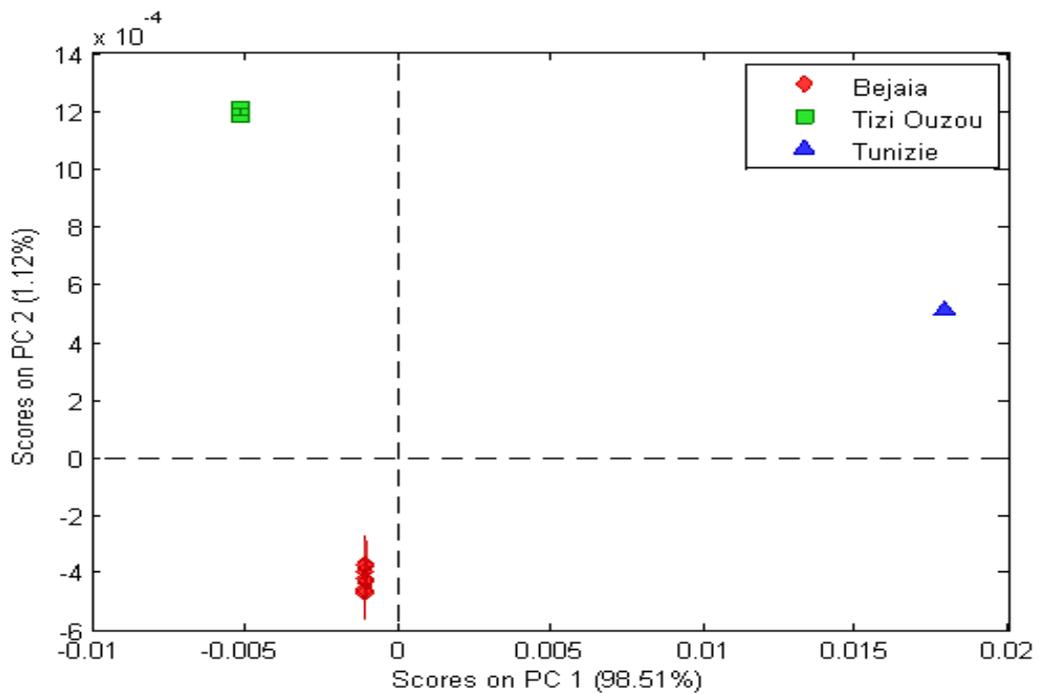


Figure 47 : Projection des échantillons sur la base des paramètres physicochimiques dans l'espace (PC1, PC2).

3.4.2.2. ACP sur les données spectrales UV

Le modèle ACP proposé par le logiciel comporte deux composantes principales PC1 et PC2 avec des variances de 80,51% et 8,68% respectivement, soit une variance cumulée de 89,19% (figure 48).

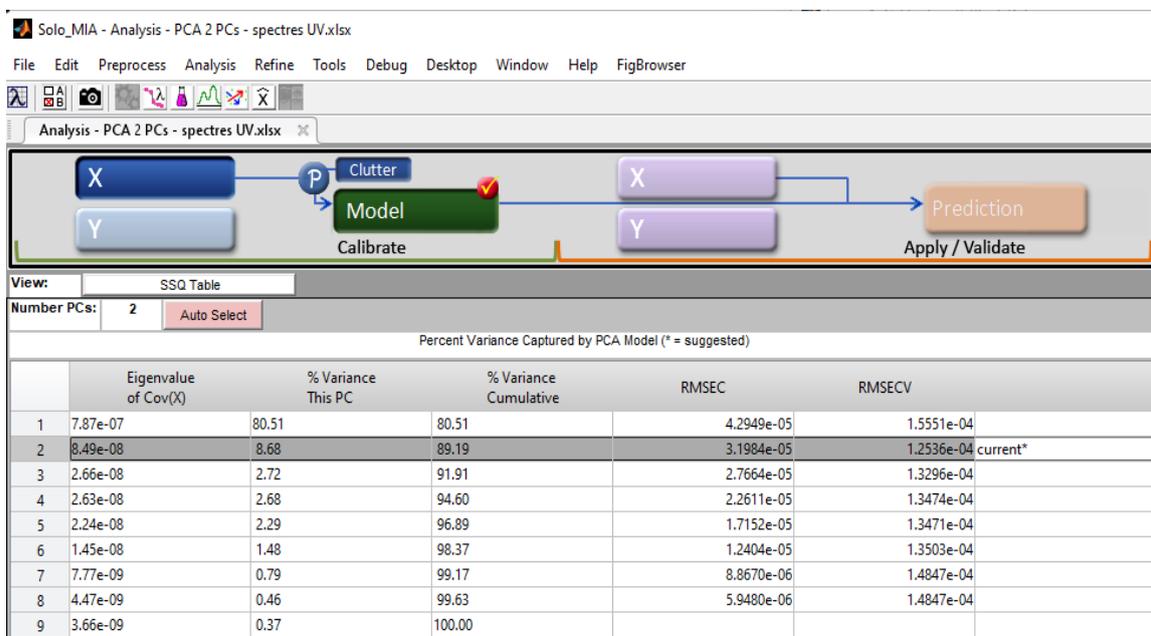


Figure 48 : Interface ACP sur les données spectrales UV

Les résultats de l’ACP des échantillons des huiles d’olive appliquée sur les spectres UV sont présentés dans la figure 49. Le nuage des points (échantillons) sur PC1 et PC2 a pu séparer les huiles sur la base géographique. En particulier les échantillons de Bejaia sur des valeurs PC1 positives tandis que les échantillons de Tizi-Ouzou et la Tunisie étaient situés sur le plan PC1 négatif.

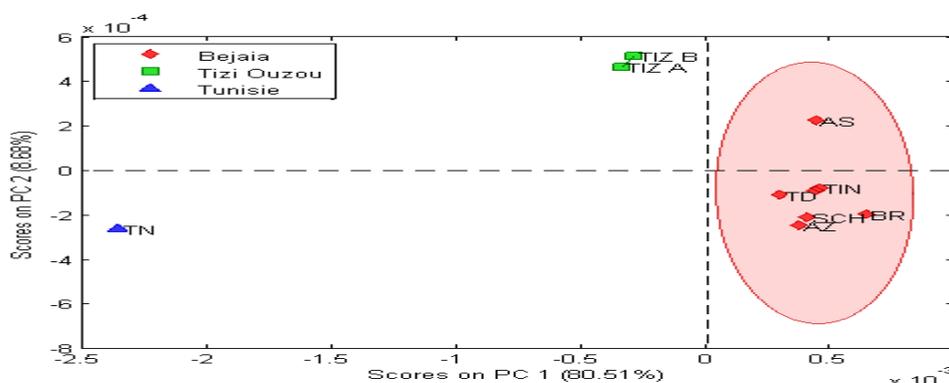


Figure 49 : Projection des échantillons sur la base des données spectrales UV dans l’espace (PC1, PC2).

3.4.2.3. ACP sur les données spectrales IR.

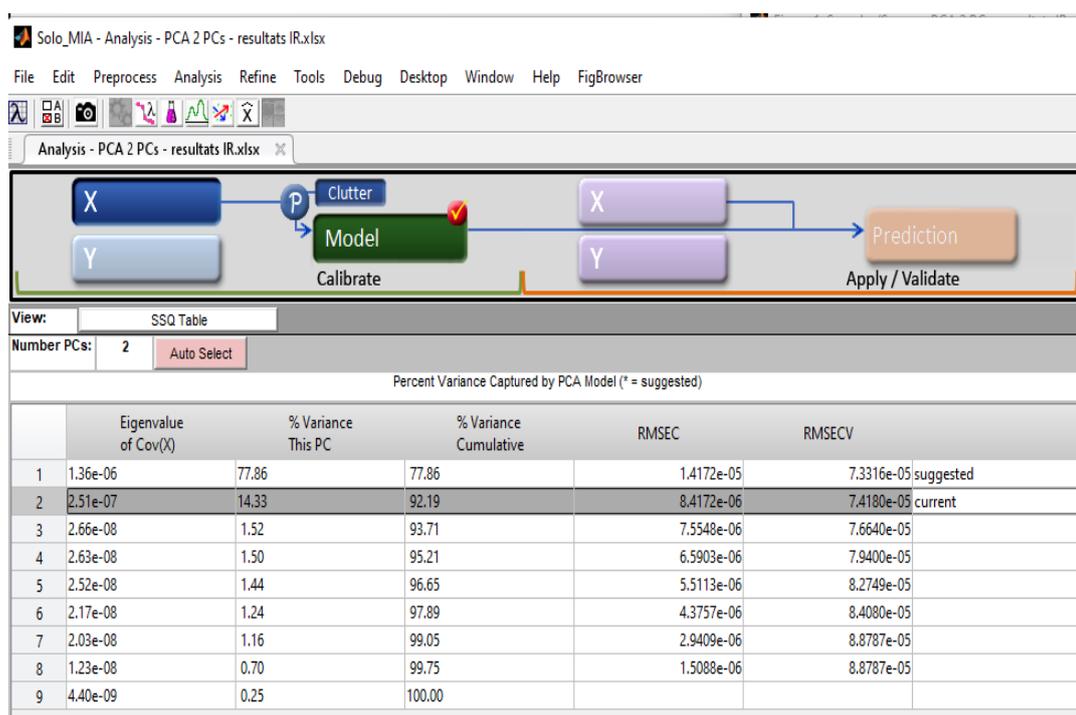


Figure 50 : Interface ACP sur les données spectrales IR

La figure 50 montre les résultats obtenus en appliquant l'ACP aux spectres MIR d'huile d'olive. Nous avons choisi un modèle à 02 composantes principales capturant 92.19 % de la variance totale. Le graphique des scores (Figure 51) sur (PC1, PC2), montre une bonne séparation entre les huiles des 03 régions. L'axe PC1 (77.86% de la variance totale) a séparé entre l'échantillon de la Tunisie et les échantillons de l'Algérie (Bejaia et Tizi Ouzou), tandis que l'axe PC2 (14.33% de la variance totale) a séparé entre les échantillons de Bejaia et ceux de Tizi-Ouzou.

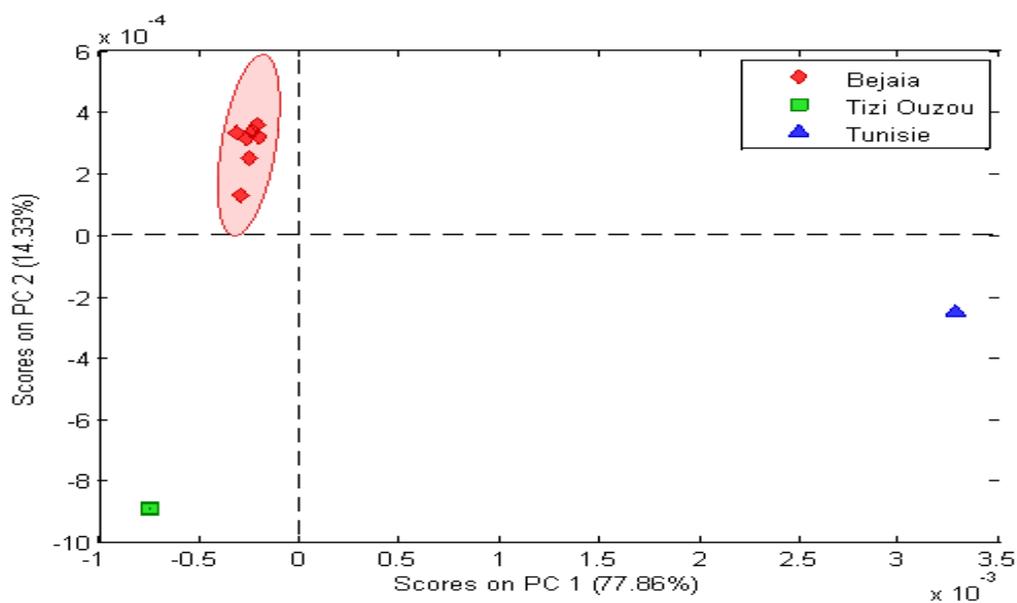


Figure 51 : Projection des échantillons sur la base des données spectrales IR dans l'espace (PC1, PC2).

En conclusion, les modèles ACP basés sur les données des paramètres physicochimiques, les données spectrale UV et IR, élaborés ont donné satisfaction concernant la séparation des échantillons des régions Bejaia, Tizi Ouzou et Tunisie.

Conclusion générale

Conclusion générale

Ce travail a comme objectif la caractérisation physicochimique des échantillons d'huile d'olive de Bejaia, Tizi Ouzou et Tunisie, en vue d'élaborer un modèle chimiométrique permettant de les classer selon leur origine géographique.

Les résultats obtenus présentent des valeurs d'acidité, d'indice de peroxyde et des coefficients d'extinction spécifique dans l'UV (K232, K270) qui répondent aux limites établies par le COI pour certains échantillons, ce qui nous permet de les classer dans la catégorie « extra vierge » et classer également les autres dans les catégories « vierge » et « vierge courante ».

L'étude comparative entre les dix échantillons a révélé que les teneurs en composés phénoliques totaux, et flavonoïdes sont significativement différentes, cela peut être dû à l'effet variétal, stade de maturation, et type d'extraction. Cette étude a révélé que les teneurs les plus élevées ont été obtenues dans l'huile d'olive de Berbacha.

Les résultats obtenus pour l'activité anti-oxydante des extraits des dix régions ont indiqué que tous les extraits étudiés possèdent une capacité antioxydante intéressante avec de légères différences. La meilleure activité radicalaire DPPH a été enregistrée pour l'extrait méthanolique de l'huile d'olive de Sidi-aiche 42,12%, suivi de Toudja avec 34,08%. Le pourcentage le moins élevé est enregistré par l'huile d'olive de la Tunisie et Ait-smail avec 9.36% ; 9.08% respectivement.

- L'Analyse en Composantes Principales (ACP) appliquée aux différents paramètres physico-chimiques a permis de vérifier la variabilité entre eux et la projection des paramètres sur le plan PC1 et PC2 expliquant 65,73% de la variance totale a différencié les huiles de Bejaia, Tizi-Ouzou et de la Tunisie sur une base géographique.
- L'analyse UV des échantillons d'huile d'olive entre [200-400 nm] a permis d'enregistrer :

Une absorption significative entre 200 et 250 nm, principalement en raison de la présence de composés oxydés dans l'huile et une seconde bande d'absorption entre 250 et 325 nm, avec un pic prononcé vers 280 nm, dans les spectres des échantillons de Tunisie et d'Amizour. Cette observation suggère que ces échantillons pourraient avoir subi une oxydation plus avancée que les autres échantillons.

- Nous constatons qu'il n'y a pas de différences entre les spectres IR des échantillons d'huiles d'olive, les positions des pics sont les mêmes. Seule l'intensité des pics varie, et cela, peut être expliqué par la différence des concentrations des composants des huiles.
- Les spectroscopies UV et IR combinées à l'analyse en composantes principales (ACP) ont permis une classification des échantillons d'huile provenant de zones géographiques adjacentes. Dans l'ensemble, la spectroscopie IR a pu mieux classer les huiles étudiées, permettant une classification correcte d'environ 92.19 % sur la base de l'origine géographique, tandis que la spectroscopie UV permis une classification de 89.19 %.

A l'issue de la présente étude les perspectives suivantes peuvent être dégagées :

- ✓ Augmenter le nombre d'échantillons de chaque région.
- ✓ Déterminer la composition de l'huile d'olive en acide gras.
- ✓ Tenir compte de la variété de l'olivier de chaque échantillon.
- ✓ Étaler l'étude sur des échantillons de provenance géographique plus éloignée.
- ✓ Tester la robustesse du modèle.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] **Van Rijswijk, W., and amp; Frewer, L.J. (2008).** Consumer perceptions of food quality and safety and their relation to traceability, *Brit. Food J.*, 110:1034-1046.
- [2] **Dimara, E., and amp; Dimitris, S. (2005).** Consumer demand for informative labeling of quality food and drink products: A European Union case study, *J. Consum. Market.*, 22:90 100.
- [3] **Stamatis, C.; Sarri, C.A.; Moutou, K.A.; Argyrakoulis, N.; Galara, I.; Godosopoulos, V.; Kolovos, M.; Liakou, C.; Stasinou, V.; Mamuris, Z , (2015).** What do we think we eat? Single tracing method across foodstuff of animal origin found in Greek market. *Food Res. Int.* 69, 151–155.
- [4] **Flahault, R., (1986).** L'Olivier. *Ann. Ecole Nat. Agric. Montpellier, France.* TII. In : Fertilidad de las variedades d'olivo espagnole. Garcia A., Ferreira J., Frias L.et Fernandez A. (Eds).Sem. Oleic .Int.6-17 Octobre1975, Cordoue, Espagne pp.25-28.
- [5] **MORETTINI A., (1972).** Olivicoltura. REDA, Rome.
- [6] **CRONQUIST A., (1981).** An integrate d system of classification of flowering Plants. Columbia Univ. Press, New York, USA.
- [7] **FREBET J., (1997).** L'olivier, les olives et huile d'olive, Trésors du sud. Edition Chêne. P 9.
- [8] **Benhayoun G. et Lazzeri Y (2007).** L'olivier en Méditerranée : du symbole à l'économie. Editions L'Harmattan. Paris, - p137. PP17.
- [9] **Conseil Oléicole International (COI, 2013) -** Estimations pour 2013/14, market newsletter no 76 – October 2013.
- [10] **BRETON C., BERVILLE A., et coordonnateurs, (2012).** Histoire de l'olivier. Edition Quae RD10 .78026 Versailles cedex. p 59.
- [11] **Lamani O., Ilbeert H. (2016).** Spécificités de l'oléiculture en montage (région kabyle en algérie) : pratiques culturels et enjeux de politique oléicole publique. Montpellier : CIHEAM P151- .
- [12] **Orregoia M., Marinelli L. (2017).** FLOS OLEI. Del tribunal Di Roma. Italie.

- [13] **Mendil M. et Sebai A. 2006.** Catalogue national des variétés de l'olivier.100p.
- [14] **Conseil Oléicole International (COI). 2015.** norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. COI/T.15/NC n° 3/Rév. 8.
- [15] **Conseil Oléicole International (COI). 2018.** Norme Commerciale Applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. COI/T.15/NC n° 3/Rév. 12.
- [16] **CNUCED (Conférence des Nations Unies sur le Commerce Et le Développement). 2005.** Accord international de 2005 sur l'huile d'olive et les olives de table. Nations Unies TD/OLIVE.OIL.10/6.
- [17] **Conseil Oléicole International (COI). 2019.** Norme Commerciale Applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. COI/T.15/NC n° 3/Rév. 14.
- [18] **CODEX ALIMENTARIUS. (1981).** Norme codex pour les huiles d'olive vierges et raffinées et pour l'huile de grignons d'olive raffinée. Codex STAN 33-1981 (Rév. 1989,2003, 2015,2017).
- [19] **Angerosa F., Servili M., Selvaggini R., Taticchi A., Esposto S., Montedoro G.F. (2004).** Volatile compounds in virgin olive oil occurrence and their relationship with the quality J. Chromatograph. A 1054, 17-31.
- [20] **Kiritsakis A.K., (1993).** La chimie de l'arôme de l'huile d'olive. *Olivae*, 45(2), 28-33.
- [21] **Inglese P. (1994).** L'influence de la variété sur les caractéristiques qualitative de l'huile d'olive. *Olivae* ; 54 :42-47p.
- [22] **Liazid. (2014).** Dosage des phénols totaux de quelques échantillons d'huile d'olives et contrôle de leurs qualités physicochimiques. *Mast. Bio. Université de Tlemcen* ; 116 p.
- [23] **Murry Mc. (1998).** Biomolécule lipides et acides nucléiques in *Chimie organique*. Ed. «Dunod» Paris, PP 508-510.
- [24] **Cherrat S. et Mendel M., (1997) :** Contribution à la caractérisation physico-chimique de deux variétés d'huile d'olive locales (Chemlal et Blanquette).
- [25] **Ryan D., Robards K et Lavee S .1998.** Evaluation de la qualité de l'huile d'olive. *Olivae* n°72.

- [26] **Alais C., 2003.** Abrégé en biochimie alimentaires. Paris, Donud, 250 p.
- [27] **HARWOOD J., APARICIO R. (2000).** Handbook of olive oil: analysis and properties, Ed. Gaithersburg, Maryland, USA: Aspen publications. pp 620.
- [28] **Laribi R. (2015).** Les composés phénoliques de quelque variété de l'huile d'olive algérienne : identification et propriétés. Thèse de doctorat en biochimie.
- [29] **Boarelli, M.C., Biedermann, M., Peier, M., Fiorini, D. and Grob, K. (2020)** 'Ergosterol as a marker for the use of degraded olives in the production of olive oil', Food Control, 112, p. 107136.
- [30] **Giuffrè, A. M., Louadj, L., Poiana, M., Macario, A. (2012).** Composition en sterols des huiles extraites d'olives de cultivars de la province de Reggio Calabria (Sud d'Italie). Riv. Ital. Sostanze Grasse, 89, 177-183.
- [31] **Haddam, M., Chimi, H., & Amine, A. (2014).** Formulation d'une huile d'olive de bonne qualité. OCL, 21(5), D507.
- [32] **Allalout A., Krichène D., Methenni K., Taamalli A., Oueslati I., Daoud D. et Zarrouk M. (2009).** Characterization of virgin olive oil from super intensive Spanish and Greek varieties grown in northern Tunisia. Scientia Horticulturae, 120: 77-83.
- [33] **Verleyen, T., 2002.** Stability of minor components during vegetable oil refining. Applied biological sciences: chemistry. University of Gent. Gant. 277.
- [34] **Graille J. (2003).** L'huile d'olive : sa place dans l'alimentation humaine in lipides et corps gras alimentaire, Ed. Col Science et Technologie. Agro-alimentaire. Lavoisier 80-105.
- [35] **Ryan D. & Robards K. (1998).** Phenolic compounds in olives. Analyst, 123: 31-44.
- [36] **Mateos R. and García-Mesa J.A. (2006).** Rapid and quantitative extraction method for the determination of chlorophylls and carotenoids in olive oil by high-performance liquid chromatography. Analytical and Bioanalytical Chemistry, 385: 1247-1254.
- [37] **Boscou, D. (1996)** Olive Oil Composition. In Olive Oil: Chemistry and Technology. AOACS Press, USA, pp 52-127.

- [38] **Nieves Criado M, Paz Romero M, Casanovas M, Motilva M.** Pigment profile and color of monovarietal virgin olive oils from Arbequina cultivar obtained during two consecutive crop seasons Food Chemistry. 2008; 110: 873–880.
- [39] **Degreyet W.I (1998).** Effet du raffinage physique sur les composants mineurs sélectionnés dans les huiles végétales, 6 -8.
- [40] **ACHOUR K., (2007).** Influence des techniques de trituration sur certaines propriétés physico- chimiques de l'huile d'olive. Mémoire d'ingénieur d'état en Agronomie. Université SAAD DAHLEB BLIDA. 91p.
- [41] **WAKSMUNDZKA-HAJNOS M. and SHERMA J., (2011).** High Performance Liquid Chromatography in Phytochemical ience. Chromatographic Science Series, 102 : 477-478.
- [42] **Bruneton, J. (2009).** Pharmacognosie: Phytochimie, Plantes médicinales. 4ème édition. Edition Lavoisier Tec & Doc. Médicales Internationales, Paris, p 261, 308, 571.
- [43] **MANALLAH A. (2012).** ACTIVITES ANTIOXYDANTE ET ANTICOAGULANTE DES POLYPHENOLS DE LA PULPE D'OLIVE OLEA EUROPAEA L. POUR OBTENIR LE DIPLOME DE MAGISTER, OPTION : BIOCHIMIE APPLIQUEE. UNIVERSITE FERHAT ABBAS- SETIF, 87.
- [44] **MACHEIX J., FLEURIET A ET SARNI-MANCHADO P. (2006).** LES POLYPHENOLS EN AGROALIMENTAIRE. ED. TECHNIQUE ET DOCUMENTATION, PARIS. FRANCE, 398 P.
- [45] **BOROSB., JAKABOVA S., DORNYEI A., HORVATH G., PLUHARE Z., KILARF F AND FELINGERA, A. (2010).** DETERMINATION OF POLYPHENOLIC COMPOUND BY LIQUID CHROMATOGRAPHY-MASS SPECTROSCOPY IN THYMUS SPECIES. JOURNAL OF CHROMATOGRAPHY 51, 7972-7980.
- [46] **Benyahia A. (2014).** Contribution à l'étude phytochimique et activité biologiques de deux plantes médicinales Inula viscosa et Inula montana. Mémoire de Master. Université Aboubekr Belkaid. Tlemcen. Algérie.
- [47] **Brianceau S. (2015).** Vers une amélioration quantitative et qualitative de l'extraction des composés phénoliques du marc de raisin rouge à l'aide d'électrotechnologies. Th. Doc. Université de technologie Compiègne. France.

- [48] **ROBARDS K., PRENZLER P.D., TUCKER G., SWATSITANG P. & GLOVER W. (1999).** Phenolic compounds and their role in oxidative processes in fruits. *Food Chemistry*, 66, 401-436.
- [49] **Nadour M. (2010).** Mise en évidence de quelques propriétés antioxydantes des polyphénols extraits de l'olive, variété Chamlal. Mémoire de magister. Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou. Algérie.
- [50] **Cowan, M. M. (1999).** Plant Products as antimicrobial agents. *Clinical Microbiology Reviews*, 12 (4).
- [51] **DE SOUZA R.F., W.F., DE GIOVANI. (2004).** ANTIOXIDANT PROPERTIES OF COMPLEXES OF FLAVONOIDS WITH METAL IONS. *REDOX REPORT*. 9(2): 97-104.
- [52] **KORKINA L.G., AFANAS'EV I.B. (1997).** ANTIOXIDANT AND CHELATING PROPERTIES OF FLAVONOIDS. *ADV. PHARMACOL.* 38: 151-163.
- [53] **Panche A.N., Diwan A.D. Et Chandra S.R. (2016).** Flavonoids: an overview. *Journal of Nutritional Science*, vol. 5, e47, page 1 of 15.
- [54] **HEMINGWAY, R. W., OHARA, S., STEYNBERG, J. P., BRANDT, E. V., & FERREIRA, D. (1992).** CH HETCOR NMR STUDIES OF PROANTHOCYANIDINS AND THEIR DERIVATIVES. IN *PLANT POLYPHENOLS* (PP. 321-337). SPRINGER US.
- [55] **HARBORNE, J.B. (2013).** THE FLAVONOIDS: ADVANCES IN RESEARCH SINCE 1980. SPRINGER.
- [56] **MANACH C., SCALBERT A., MORAND C., RÉMÉSY C AND JIMÉNEZ L (2004).** POLYPHÉNOLS; FOOD SOURCES AND BIOAVAILABILITY. *AM J CLIN NUTR.* 79: 727-747.
- [57] **Duval R, 1978.** Dictionnaire de la chimie et ses applications», 3ed, paris.
- [58] **GHESTEM A, SEGUIN E, PARIS M, ORECCHIONI A.M., (2001).** LE PREPARATEUR EN PHARMACIE. DOSSIER 2, BOTANIQUE, PHARMACOGNOSIE, PHYTOTHERAPIE. HOMEOPATHIE. TEC ET DOC (ED), 272.
- [59] **AMANDINE G., 2016.** PLANTES MEDICINALES ET ANTIOXYDANTS. THESE DE DOCTORAT. UNIVERSITE DE REUNION. 101 PAGES.
- [60] **Yang D. P., Kong D. X. & Zhang H. Y. (2007)** Multiple pharmacological effects of olive oil phenols. *Food Chemistry*. 104 (3) pp 1269-1271.
- [61] **Brenes M., Hidalgo F. J., Garcia A., Rios J. J., Garcia P., Zamora R. & Garrido A. (2000)** Pinoresinol and 1-acetoxypinoresinol, two new phenolic compounds identified in olive oil. *Journal of American oil Chemist's Society*. 77 (7) pp 715-720.

- [62] **Assman A. (2008)**. Des composants mineurs de l'huile d'olive sur la santé. Food Chemistry.P 34-37.
- [63] **Grigoriadou, D., Androulaki, A., Psomiadou, E., & Tsimidou, M. Z. (2007)**. Solid phase extraction in the analysis of squalene and tocopherols in olive oil. Food Chemistry, 105(2), 675680.
- [64] **Kiritsakis, A., Markakis, P. (1987)**. Olive oil: A review. Adv Food Res, 31, 453-482.
- [65] **Samaniego-Sánchez, C., Quesada-Granados, J. J., de la Serrana, H. L. G., & LópezMartínez, M. C. (2010)**. β -Carotene, squalene and waxes determined by chromatographic method in picual extra virgin olive oil obtained by a new cold extraction system. Journal of food composition and analysis, 23(7), 671-676.
- [66] **Ouaouich A. et Chimi H. 2007**. Guide du producteur de l'huile d'olive in production de l'huile d'olive, 34:1-13.
- [67] **El Antari A., El Moudni H., AjanaH.,Cert A. (2003)**. Etude de la composition lipidique de deux compartiments du fruit d'olive (pulpe et amande) de six variétés d'oliviers cultivées au Maroc. Olivae, 98 : 20-28.
- [68] **Chemonics International, Inc. (2006)**. Guide de bonnes pratiques de fabrication des huiles d'olive .Ministère de l'Agriculture, du Développement Rural et des Pêches Maritimes. Royaume du Maroc 17-19-21.
- [69] **Iddir A (2020)**. Etude comparative du comportement des huiles d'olive durant leur stockage. Influence du climat, l'altitude et la date de récolte. Thèse Université Mostaganem. p19.
- [70] **GHELLOUDJ Meriem, 2019**. Etude des Caractéristiques Physico-chimiques de deux variétés de l'huile d'olive (Chemlal 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.
- [71] **Benyahia Nadia, 2003**. Analyse des problèmes de l'industrie de l'huile d'olive et solution récemment développées, 2ème conférence international <suisse environmental solution for emerging countries (SESEC II) du 28-29 janvier. Lausanne, suisse.

- [72] **Alouache Rezkia et Fandi Fatiha (2018)**. Caractérisations physico-chimiques des huiles d'olive commerciales dans la région de bordj Bou Arreridj (Mémoire de master). Université Mohamed El Bachir El Ibrahimi B.B.A.
- [73] **Di Giovachino L. (1999)**. La technologie d'élaboration de l'huile d'olive vierge : Opérations préliminaires en huilerie et préparation de la pâte d'olives. Séminaire international sur les innovations scientifiques et leurs applications en oléiculture et oleotechnique. Florence, 10, 11 et 12 mars 1999. Conseil Oléicole International, 1-39.
- [74] **VEILLET S., (2010)**. Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive. Entre tradition et innovation. Thèse pour obtenir le grade de Docteur en sciences. Option sciences des aliments. Université D'Avignon et des pays de vau chasés. P3-115.
- [75] **FAO., 2016**. Extraction de L'huile D'olive Industrialisation., 58p.
- [76] **Morillo J. A. Antizar-Ladislao B. Monteoliva- Sanchez M. Ramos-Cormenzana A. et Russell N. J. (2009)**. Bioremediation and biovalorisation of olive-mill wastes. Applied Microbiology, 82: 25-39.
- [77] **AFIDOL 2013**. Association Française interprofessionnelle de l'olive. <http://www.huiletolive.fr> / [http// www.afidol.org](http://www.afidol.org)
- [78] **Martine A.** Petit traité de l'huile d'olive. Edition Le Sureau. ISBN. 2011 ; 978-911328-67-1 : 85.
- [79] **Perez-Jimenez F., Ruano J., Perez-Martinez P., Lopez-Segura F., Lopez-Miranda J. (2007)**. Molecular Nutrition Food Research 51:1199-1208.
- [80] **Perona J.S. Alonso A., Martinez-Gonzalez M. (2010)**. Olives and Olive Oil in Health and Disease Prevention 85:807- 812.
- [81] **Yangui T., Dhouib A., Rhouma A., Sayadi, S. (2009)**. Food Chemistry 117:1-8.
- [82] **Al-Rewashdeh A. (2010)**. Pakistan Journal of Nutrition 9 (1): 15-26.
- [83] **Jacotot B. (1993)**. L'huile d'olive, de la gastronomie à la santé. Editions Artulen p 224.
- [84] **Shklar G., Oh S.K. (2000)**. Cancer Invest 18: 214-22.

- [85] **MANSOURI H. (2019)**. Analyse en Composantes Principales (ACP). Mémoire de Master. Université MOHAMED KHIDER. BISKRA ,Algérie.
- [86] **BENREDJEM I. (2021)**. Utilisation de l'analyse en composantes principales (ACP) pour la caractérisation physico-chimique des eaux de la station d'épuration (cas Guelma). Mémoire de Master. Université 8 Mai 1945 .GUELMA.
- [87] **ISO 662. (1998)**. Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles.
- [88] **Anonyme, (2011)** .guide pour la détermination des caractéristiques des olives a huile. Edition du conseil oléicole international. COI/OH/DOC.n°1.
- [89] **CONSEIL OLEICOLE INTERNATIONAL. (2007)**. Analyse sensorielle de l'huile d'olive : méthode d'évaluation organoleptique de l'huile d'olive vierge. COI/T.20/Doc.n°15/Rev.2.
- [90] **AFNOR (Association Française de Normalisation). (1984)**. Corps gras –graines oléagineuses produits dérivés, 4ème édition, Paris, P 459.
- [91] **WOLFF (J.P.)**, 1968. Manuel d'analyse des corps gras. Paris, Azoulay : 517p.
- [92] **Pardo J. E., Cuesta M. A. and Alvarruiz A. (2007)**. Evaluation of potential and real quality of virgin olive oil from the designation of origin « Aceite Campo de Montiel » (Ciudad Real, Spain). Food Chemistry ; 100 : 977-984p.
- [93] **Christian P. (2013)**. Association Française Interprofessionnelle de l'Olive AFIDOL : Acidité de l'huile d'olive.
- [94] **ISO : International Standard Organization (1996)**. Méthode ISO/3691. Corps gras d'origines animale et végétale-détermination de l'indice d'iode. Editions 3.
- [95] **ISO 3960. 2001**. Corps gras d'origines animale et végétale, détermination de L'indice de peroxyde.
- [96] **Conseil Oléicole International (COI, 2013)** - Estimations pour 2013/14, market newsletter no 76 – October 2013, p 6.
- [97] **Criado M.N., Motilva M.J., Goni M. & Romero M.P., 2007**: 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, 748-755.

[98] **Minguez-Mosquera I.M., navaro R.L., rojas G.B., sanchez Gomez H.A. et Fernandez G.j., (1991).** Color-pigment correlation in virgin olive oil. Journal of the American Oil Chemists Society, 68, 332-336.

[99] **Abdellaoui Zakaria, Kadouci Fouzia,** Mémoire de master « Indice des lipides et le rendement d'extraction de deux préparations d'huile d'olive industriel et traditionnel », UNIVERSITE de TLEMCEM, 2020.

[100] **Zhao, H., Dong, J., Lu, J., Chen, J., Li, Y., Shan, L., ... & Gu, G. (2006).** 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), 7277-7286.

[101] **Ribéreau-Gayon P. (1968).** Les composés phénoliques des végétaux. Edition Dunod. Paris. pp : 173-201.

[102] **Afonso,V., Champy, R., Mitrovic, D., Collin, P., & Lomri, A. (2007).** Radicaux libre dérivés de l'oxygène et superoxydes dismutases : role dans les maladies rhumatismales. Revue du Rhumatisme, 74, 636 – 643.

[103] **Favier, A. (2003).** Le stress oxydant. Intérêt conceptuel et expérimental dans la compréhension des mécanismes des maladies et potentiel thérapeutique. Actualité chimique, 108-115.

[104] **Bubonja-Sonje, M., Giacometti, J., & Abram, M. (2011).** Antioxidant and antilisterial activity of olive oil, cocoa and rosemary extract polyphenols. Food Chemistry, 127(4), 1821-1827.

[105] **Akroum S. (2011).** Etude analytique et biologique des flavonoïdes naturels ; thèse de doctorat en sciences ; option physio-toxicologie ; Université du Montouri de Constantine ; pp 112.

[106] **Popovici, C., Saykova, I., et Tylkowski, B. (2009).** Evaluation de l'activité antioxydant des composés phénoliques par la réactivité avec le radical libre DPPH. Revue de génie industriel, 4, 25-39.

- [107] **Archana, P., Tandan, S. K., Chandra, S. J. (2005).** Antipyretic and analgesic activities of *Caesalpinia bonducella* seed kernel extract. *Phytotherapy Research*, 19(5): 376-381.
- [108] **Dung N.T., Kim J.M., Kang S.C, 2008.** Chemical composition, antimicrobial and antioxidant activities of the essential oil and the ethanol extract of *Cleistocalyx operculatus* (Roxb.) Merr and Perry buds. *Food and Chemical Toxicology*, 46(12), 3632-3639p.
- [109] **Khoudali, S., Benmessaoud, D., Essaqui, A., Zertoubi, M., Azzi, M. (2014).** Etude de l'activité antioxydante et de l'action anti corrosion de l'extrait méthanolique des feuilles du palmier nain (*Chamaerops humilis* L.) du Maroc. *Journal of Materials and Environmental Science*, 5(3): 887-898.
- [110] **Yahiaoui N.,** Mémoire de magister « Etude de l'adsorption des composés phénoliques des margines d'olive sur carbonate de calcium, hydroxyapatite et charbon actif », Université Mouloud Mammerim Tizi Ouzou, 2012.
- [111] **Francis Rouessac, Annick Rouessac,** Avec, *ANALYSE CHIMIQUE*, 6e édition, DUNOD. 2000.
- [112] **F. Rouessac, A. Rouessac** « *Analyse Chimique. Méthodes et Techniques Instrumentales Modernes. Cours et Exercices Résolus* » 4ème Ed.; Dunod, Paris (1998).
- [113] **Dozane M. 2002 ;** Caractérisation biochimique des huiles de quelques variétés population d'oliviers locales. Mémoire de magister INA El Harrach-170p.
- [114] **Karleskind,A, 1992.**manuel des corps gras: technique et documentation. Tome 1. LA VOISIER.
- [115] **Ben tekaya et Hassouna, 2005.** Etude de la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge extra tunisienne au cours de son stockage oléagineux *Corp. gras Lipide*, 12(5-6) :447-453
- [116] **C.O.I. (2011).** L'huile d'olive et ses propriétés antioxydantes. Conseil Oléicole International.
- [117] **Judde. A. (2004).** Oilseeds & fats *Crops and Liquids* 11(6): 414-418.

- [118] **Tanouti K, Serghini-Caid H, Chaieb E, Benali A, Harkous M, Elamrani A. (2011).** Qualitative improvement of olive oils produced in eastern Morocco. Laboratory technologies. Volume 6, No. 22.
- [119] **Minguez-Mosquera I.M., navaro R.L., rojas G.B., sanchez Gomez H.A. et Fernandez G.j., (1991).** Color-pigment correlation in virgin olive oil. Journal of the American Oil Chemists Society, 68, 332-336.
- [120] **Psomiadou E ., and Tsimidou M. (2001).** Pigments in Greek virgin olive oils : Occurrence and levels. Journal of the science of food and agriculture, 81 (7) : 640-647.
- [121] **Baccouri B., Zarrouk W., Baccouri O., Guerfel M.,Nouairi I., Krichene D.,Daoud D. and Zarrouk M.2008.** Composition,quality and oxidative stability of virgin olive oils from some selected wild olives (*Olea europaea* L, subsp, *Oleaster*).Grassas y Aceites, 59 (4):346-351.
- [122] **Salvador, M.D., Arana, F. and Fregapane, G. (2001).** Influence of fruit ripening on ‘Cornicabra’ virgin olive oil quality. A study of four successive crop seasons. Food chemistry, 73 : 45-53.
- [123] **Servili, M. and Montedoro, G. (2002).** Contribution of phenolic compounds to virgin olive oil quality.European journal of lipid science and technology, 104 : 602–613.
- [124] **Tura D., Gigliotti C., Pedo S., Failla O., Bassi D. and Serraiocco A. 2007.** Influence of cultivar and site of cultivation on levels of lipophilic and hydrophilic antioxidants in virgin olive oils (*Olea europaea* L.) and correlations with oxidative stability. Scientia Horticulturae, 112: 108-119.
- [125] **Dhifi W., Ben Khedher M., Elyes Kechouk M. and Marzouk B. 2006.** Etude qualitative et quantitative des arômes et des polyphénols de quelques huiles d’olive de Tunisie. Olivae, 105: 36-40.
- [126] **Montedoro, G., Servili, M., Baldioli, M. and Miniati, E. (1992).** Simple and hydrolyzable phenolic compounds in virgin olive oil. 1. Their extraction, separation, and quantitative and semi quantitative evaluation by HPLC. Journal of agricultural and food chemistry, 40 (9):1571-1576.

- [127] **Laughton, M. J., Halliwell, B., Evans, P. J., Robin, J., & Houlst, S. (1989).** Antioxidant and pro-oxidant actions of the plant phenolics quercetin, gossypol and myricetin: effects on lipid peroxidation, hydroxyl radical generation and bleomycin-dependent damage to DNA. *Biochemical pharmacology*, 38(17), 2859-2865.
- [128] **Puppo, A. (1992).** Effect of flavonoids on hydroxyl radical formation by Fenton-type reactions; influence of the iron chelator. *Phytochemistry*, 31(1), 85-88.
- [129] **Laincer, F., Laribi, R., Tamendjari, A., Arrar, L., Rovellini, P., & Venturini, S. (2014).** Olive oils from Algeria: Phenolic compounds, antioxidant and antibacterial activities. *Grasas y Aceites*, 65(1), 001.
- [130] **Oliveras-López, M. J., Innocenti, M., Giaccherini, C., Ieri, F., Romani, A., & Mulinacci, N. (2007).** Study of the phenolic composition of spanish and italian monocultivar extra virgin olive oils: Distribution of lignans, secoiridoidic, simple phenols and flavonoids. *Talanta*, 73(4), 726-732.
- [131] **Ryan, D., Prenzler, P. D., Lavee, S., Antolovich, M., & Robards, K. (2003).** Quantitative changes in phenolic content during physiological development of the olive (*Olea europaea*) cultivar Hardy's Mammoth. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51(9), 2532-2538.
- [132] **Bozin, B., Mimica-Dukic, N., Samojlik, I., Goran, A., & Igetic, R. (2008).** Phenolics as antioxidants in garlic (*Allium sativum* L., Alliaceae). *Food chemistry*, 111(4), 925-929.
- [133] **Baiano, A., Terracone, C., Viggiani, I., & Del Nobile, M. A. (2013).** Effects of cultivars and location on quality, phenolic content and antioxidant activity of extra-virgin olive oils. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 90(1), 103-111.
- [134] **Bakhouche, A. (2015).** New challenges in analytical determination of olive oil polyphénols. Potential use as markers linked to pédoclimatique, agronomic and technological conditions. Doctoral thesis. University of Granada. Spain. 351p.
- [135] **Benlemlih, M., Ghanam J., & Joyeux, H. (2012).** Polyphénols d'huile d'olive, trésors santé. *Medicatrix, Embourg, Belgique*, 2, 128.

Résumé

L'huile d'olive, composant fondamental du régime méditerranéen, est renommée depuis l'Antiquité pour ses nombreux bienfaits pour la santé. Dans notre étude, nous avons examiné dix échantillons d'huile d'olive provenant de diverses régions : sept de Bejaia, deux de Tizi ouzou, et un de Tunisie, recueillis durant la campagne oléicole 2023-2024.

Le premier objectif de ce travail est de caractériser ces huiles d'olive et de comparer leurs paramètres physico-chimiques. Le deuxième objectif est de construire un modèle de classification des huiles d'olive en fonction de leur origine géographique à l'aide de l'analyse en composantes principales (ACP).

Pour chaque région étudiée des huiles d'olive, nous avons effectué des analyses de certains paramètres de qualité physico-chimiques telles que la mesure de l'humidité, de la densité, des indices d'acide et de peroxyde, des coefficients d'extinction K_{232} et K_{270} , ainsi que des analyses spectrales IR et UV. De plus, nous avons évalué la teneur en polyphénols, flavonoïdes, et en pigments (chlorophylles et caroténoïdes) et conduit une étude sur l'activité antioxydante en utilisant le piégeage du radical DPPH sur les extraits méthanoliques des huiles étudiées. Les résultats obtenus ont ensuite été utilisés pour élaborer le modèle ACP, permettant de classer les huiles d'olive en fonction de leur région d'origine. Ce modèle aide à mieux comprendre la diversité et les caractéristiques uniques des huiles d'olive des différentes régions.

Mots clés : Huile d'olive, Classification géographique, analyse physico-chimiques, méthodes chimiométriques.

Abstract

Olive oil, a fundamental component of the Mediterranean diet, has been renowned since antiquity for its numerous health benefits. In our study, we examined ten samples of olive oil from various regions: seven from Bejaia, two from Tizi Ouzou, and one from Tunisia, collected during the 2023-2024 olive harvesting season.

The first objective of this work is to characterize these olive oils and compare their physicochemical parameters. The second objective is to construct a classification model for olive oils based on their geographical origin using Principal Component Analysis (PCA).

For each region studied, we conducted analyses of certain physicochemical quality parameters such as the measurement of moisture, density, acid and peroxide indices, K232 and K270 extinction coefficients, as well as IR and UV spectral analyses. Additionally, we evaluated the content of polyphenols, flavonoids, and pigments (chlorophylls and carotenoids) and conducted a study on the antioxidant activity using DPPH radical scavenging on the methanolic extracts of the oils studied. The results obtained were then used to develop the PCA model, allowing for the classification of olive oils based on their region of origin. This model helps to better understand the diversity and unique characteristics of olive oils from different regions.

Keywords: Olive oil, Geographical classification, physicochemical analysis, chemometric methods.