

République Algérienne Démocratique et Populaire

*Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique*

Université A. MIRA - Béjaïa

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie

Département des Sciences Alimentaires

Spécialité : Sciences des Corps Gras



Réf :.....

Mémoire de Fin de Cycle  
En vue de l'obtention du diplôme

**MASTER**

*Thème*

**Caractérisation physico-chimique d'huiles  
d'olives vierges commerciales**

Présenté par :

**Abdi Siham & Tiab Sara**

Soutenu le : **28 Septembre 2021**

Devant le jury composé de :

Mr. TAMENDJARI Abderezak

Pr

Président

Mme. LEHOUCHE Rahima

MCB

Encadreur

Mme. AIDLI Amel

MAA

Examineur

**Année universitaire : 2020/2021**

## *Remerciement*

*Tout d'abord nous remercions notre Dieu qui nous a donné le courage, la patience et la force pour réaliser ce modeste travail.*

*Au terme de ce travail nous tenons à exprimer nos remerciements et nos sincères gratitudes à notre promotrice Mme LEHOUCHE Rahima qui a dirigé ce travail et nous a fait bénéficier de son expérience, de ses*

*Conseils et l'encouragement qu'il nous a prodigué.*

*Nous adressons nos profonds remerciements à*

*Mr Tamendjari d'avoir accepté de présider notre jury.*

*Nos vifs remerciements s'adressent à Mme Aïdli d'avoir accepté d'examiner ce travail.*

*Un grand merci s'adresse aussi à tous le personnel du laboratoire d'analyse physico-chimique des aliments, particulièrement la technicienne du laboratoire pour sa profonde gentillesse et son soutien moral durant tout ce travail.*

*Enfin, nos remerciements les plus sincères à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce modeste travail.*

*Siham et Sara*

## *Dédicace*

*Je dédie ce travail :*

*A Mes très chers parents, source de vie, d'amour, courage et de Volonté, qui ont consacré et sacrifié leurs vies pour nos bien être. Que dieu les protègent*

*A ma très chère sœur Chalabia et à mon frère adoré Mahrez*

*A toute ma famille et mes amis*

*A Sara chère ami avant d'être binôme*

*A la promotion corps gras 2020 | 2021*



*Siham*

## *Dédicace*

*En ce moment chaleureux dans ma vie, je tiens à remercier tout d'abord le bon Dieu le tout Puissant qui m'a procuré du courage et de la volonté pour réaliser ce travail ;*

*Je dédie ce travail :  
À mes chers parents  
Mon cher Papa Ramdane,  
Signe de fierté et d'honneur, ce travail est le vôtre, Inchallah tu trouveras ici toute mon affection et ma profonde gratitude pour toutes ces années de sacrifice pour moi;*

*Ma chère Maman Karima,  
Nul mot ne parviendra jamais à exprimer l'amour que je te porte. Ton amour, ta patience, ton encouragement et tes prières ont été pour moi le gage de la réussite. J'espère que ce travail soit à tes yeux le fruit de tes efforts et n témoignage de ma profonde affection;*

*A mon très cher fiancé Boualem,  
Pour ses encouragements, son dévouement et son appui à toutes mes entreprises ; ainsi qu'à toute sa famille;*

*A mon adorable sœur: Imane*

*A mes chers frères : Mohamed et Farid*

*A mon cher binôme et amie Siham qui a partagée avec moi les moments difficiles de ce travail et ainsi qu'à sa famille;*

*A toute personne ayant contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce travail.*

*A toute la promotion de SCQ (2020/2021)*



*Sara*

# Table des matières

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

**Introduction.....1**

## Synthèse bibliographique

### Chapitre I: L'huile d'olive

1. Généralité sur l'huile d'olive.....	2
1.1. Définition de l'huile d'olive.....	2
1.2. Les différentes catégories de l'huile d'olive.....	2
1.2.1. L'huile d'olive vierge.....	2
1.2.2. L'huile d'olive raffinée.....	2
1.2.3. L'huile de grignon d'olive.....	2
1.3. Composition chimique de l'huile d'olive.....	2
1.3.1. Fraction saponifiable.....	2
1.3.1.1. Les acide gras.....	3
1.3.1.2. Les triglycérides.....	3
1.3.2. Fraction insaponifiable.....	4
1.3.2.1. Les stérols.....	4
1.3.2.2. Les tocophérols.....	5
1.3.2.3. Les composés phénoliques.....	5

1.3.2.4. Les pigments.....	6
1.3.2.5. Les composés aromatiques.....	7
2. Les effets bénéfiques d’huile d’olive.....	7
3. Production et consommation de l’huile d’olive.....	9
3.1. Production de l’huile d’olive dans le monde.....	9
3.2. Production de l’huile d’olive en Algérie.....	9
3.3. Consommation mondiale de l'huile d'olive.....	10
3.4. Consommation de l’huile d’olive en Algérie.....	10

## **Chapitre II: La qualité de l’huile d’olive**

1. Définition.....	11
2. Critères d’évaluation de la qualité d’huile.....	11
2.1. Critères organoleptiques.....	11
2.2. Critères physico-chimique.....	12
2.2.1. Acidité.....	12
2.2.2. Indice de peroxyde.....	13
2.2.3. Coefficients d’absorption spécifique.....	13
3. Les facteurs influençant la qualité de l’huile d’olive.....	14
3.1. Climat et altitude.....	14
3.2. Nature du sol.....	15
3.3. Maturation des olives.....	15
3.4. Ravageurs.....	15

3.5. Modalité de récolte.....	16
3.6. Stockage et conditionnement des olives.....	16
3.7. Système d'extraction de l'huile d'olive.....	16
3.8. Stockage de l'huile d'olive .....	16

## **Partie pratique**

### **Chapitre I: Matériel et méthodes**

1. Echantillonnage.....	18
2. Détermination des indices de qualité.....	19
2.1. Mesure de l'acidité.....	19
2.2. Indice de peroxyde.....	20
2.3. Absorbance dans l'UV.....	21
2.4. Indice d'amertume.....	21
3. Détermination de la composition.....	22
3.1. Extraction et dosage des composés phénoliques totaux.....	22
3.2. Dosage des pigments.....	22
3.3. Détermination du profil en acides gras par chromatographie en phase gazeuse.....	24
3.3.1. Préparation des esters méthylique.....	24
3.3.2. Analyse des esters méthylique par CPG.....	24
4. Analyse statistique.....	25

## **Chapitre II: Résultats et discussions**

1. Acidité.....	26
2. Indice de peroxyde.....	27
3. Absorbance dans l'ultraviolet.....	28
4. Indice d'amertume.....	29
5. Pigments.....	30
6. Composés phénoliques totaux.....	32
7. Détermination de la composition en acide gras par CPG.....	33
<b>Conclusion.....</b>	<b>36</b>

### **Références bibliographiques**

### **Annexes**



## **Liste des abréviations**

**CE:** Communauté Européenne.

**COI :** Conseil Oléique Internationale

**CPG :** La chromatographie en phase gazeuse

**HDL :** Hight Density Lipoprotein (Lipoprotéines à haute densité)

**IP:** Indice de Peroxyde

**LDL :** Low Density Lipoprotein (Lipoprotéines à basse densité)

**ONAGRI :** Observatoire Nationale de l'Agriculture

**UE :** Union Européenne

**UV :** Ultraviolet

## Liste des figures :

<b>Figure 1:</b> Principaux stérols de l'huile d'olive.....	4
<b>Figure 2:</b> Structure générale d'un tocophérol.....	5
<b>Figure 3:</b> Les différents échantillons d'huiles d'olive commerciales.....	18
<b>Figure 4:</b> Acidité des huiles d'olives étudiées.....	26
<b>Figure 5:</b> Indice des peroxydes des huiles d'olives étudiées.....	27
<b>Figure 6:</b> Indice d'amertume des échantillons de l'huile d'olive étudiés.....	29
<b>Figure 7:</b> Teneur en chlorophylles des huiles d'olives étudiées.....	30
<b>Figure 8:</b> Teneur en caroténoïde des huiles d'olives étudiées.....	31
<b>Figure 9:</b> Teneur en polyphénols totaux des échantillons d'huiles d'olives Etudiés.....	32

## Figures en annexe

<b>Figure 1 :</b> Courbe d'étalonnage du dosage des composés phénolique totaux .....	annexe 1
<b>Figure 2 :</b> Chromatogramme des acides gras de l'huile d'olive Idurar.....	annexe 2
<b>Figure 3 :</b> Chromatogramme des acides gras de l'huile d'olive Gula.....	annexe 2
<b>Figure 4 :</b> Chromatogramme des acides gras de l'huile d'olive Numidia.....	annexe 2

## Liste des tableaux:

<b>Tableau I:</b> Composition moyenne en acides gras totaux de l'huile d'olive .....	3
<b>Tableau II:</b> Structures des composés phénoliques identifiés dans l'huile d'olives .....	6
<b>Tableau III:</b> Action de l'huile d'olive sur certaines maladies .....	8
<b>Tableau IV:</b> Production mondiale de l'huile d'olive .....	9
<b>Tableau V:</b> Evaluation et consommation mondiale de l'huile d'olive.....	10
<b>Tableau VI:</b> Attributs positifs de la flaveur de l'huile d'olive .....	11
<b>Tableau VII:</b> Certains attributs négatifs de l'huile d'olive .....	12
<b>Tableau VIII:</b> Les différentes catégories de l'huile d'olive et leurs critères de qualité.....	14
<b>Tableau IX:</b> Identification des échantillons utilisés.....	18
<b>Tableau X:</b> Extinctions à 232nm et à 270 nm des échantillons étudiés.....	28
<b>Tableau XI:</b> Profil en acide gras des différentes huiles d'olives étudiées en pourcentage (%).....	33

## Tableau en annexe

<b>Tableau I :</b> Résultats obtenus de notre étude.....	annexe 1
--	----------

# Introduction

## **Introduction**

L'olivier est l'une des plus anciennes cultures ligneuses. Il joue un rôle important dans l'économie rurale, le patrimoine local et la protection de l'environnement. Il compte actuellement plus de 900 millions d'arbres cultivés à travers le monde, mais elle reste une culture méditerranéenne par excellence (95% des oliveraies mondiales) (**Lazzeri, 2009**).

Du fruit de l'olivier (*Olea europaea* L.) provient la principale source de lipides dans le régime méditerranéen, qui est l'huile d'olive, qui contient divers constituants bioactifs. D'autres constituants mineurs sont présents en faibles quantités, parmi eux les hydrocarbures, les phytostérols, les composés triterpéniques et les composés phénoliques (**Lopez et al., 2014**).

L'huile d'olive est préconisée par de nombreux diététiciens, elle a acquis une place essentielle dans la recherche sur ses propriétés médicinales et cosmétiques. Elle est l'une des huiles végétales les plus anciennes et la seule qui peut être consommée sous sa forme brut sans traitement préalable (**Boskou, 1996**). Ces bienfaits ont été liés l'un ou l'autre à sa composition en acides gras, où l'acide oléique est le composant principal et/ou à la présence des biomolécules mineures, tels que les vitamines et les antioxydants naturels (**Faveri et al., 2008**).

La qualité de l'huile d'olive dépend de ses caractéristiques physico-chimiques, organoleptiques, et de la teneur en composants naturels existant, dans l'huile tels que les chlorophylles, les polyphénols, les caroténoïdes (**Khelif et Rekik, 1996**). Cette qualité de l'huile varie en fonction de plusieurs facteurs : la variété, la région de provenance de l'olive, le stade de maturation au moment de la cueillette des olives, des modalités de récolte, le stockage des olives, procédé d'extraction... (**Kammoun et al., 1999**).

L'objectif de ce travail consiste à l'étude des caractéristiques physicochimiques de trois huiles d'olive commerciales produites dans la région de Béjaïa à savoir, une huile extra vierge Numidia et deux huiles vierges dénommées Gula et Idurar.

Cette étude est subdivisée en deux parties : une partie bibliographique qui traite des généralités sur l'huile d'olive et les différents paramètres relatifs à la qualité de l'huile d'olive. Une partie expérimentale est consacrée à l'étude du matériel et méthodes d'analyse utilisés dans ce travail, suivie par les résultats obtenus ainsi que leur discussion.

# **Synthèse bibliographique**

## **Chapitre I : L'huile d'olive**

### **1. Généralités sur l'huile d'olive :**

#### **1.1. Définition de l'huile d'olive :**

L'huile d'olive est l'huile provenant uniquement du fruit de l'olivier à l'exclusion des huiles obtenues par solvant ou par des procédés de ré-estérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature (COI, 2001).

#### **1.2. Les différentes catégories d'huile d'olive :**

##### **1.2.1. L'huile d'olive vierge :**

Ce sont les huiles obtenues du fruit de l'olivier uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions, thermiques notamment, qui n'entraînent pas d'altération de l'huile. On distingue plusieurs classes (COI, 2019):

- **L'huile d'olive vierge extra**
- **L'huile d'olive vierge**
- **L'huile d'olive vierge courante**

##### **1.2.2. L'huile d'olive raffinée :**

C'est l'huile d'olive obtenue par le raffinage d'huiles d'olives vierges dont l'acidité libre, exprimée en acide oléique, ne peut pas être supérieure à de 0,3g pour 100g (COI, 2019).

##### **1.2.3. L'huile de grignon d'olive :**

C'est une 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 ré-estérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature (COI, 2019).

### **1.3. Composition chimique de l'huile d'olive :**

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

#### **1.3.1. Fraction saponifiable :**

Elle est constituée généralement de 98% à 99% de triglycérides, de 1% à 2% d'acides gras libres ainsi que de composés mineurs de nature glycéridique tels que les cires, les mono et diglycérides et les phospholipides (Viola, 2009; Ran, 2014).

### 1.3.1.1. Les acides gras :

L'huile d'olive se caractérise par une composition en acides gras bien équilibrée ; elle est très riche en acide oléique (mono insaturé), contient peu d'acide gras saturé (acide myristique, acide palmitique, et l'acide stéarique), modéré en acide linoléique et une faible teneur en acide linoléique (polyinsaturé) (Alais *et al.*, 2003). 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 (Harwood *et al.*, 2000). Dans la nature, ils se trouvent sous la forme de triesters entre des acides gras et du glycérol. Le tableau I illustre la composition en acides gras de l'huile d'olive.

**Tableau I** : Composition moyenne en acides gras totaux de l'huile d'olive (COI, 2015).

Acides gras	Teneur en (%)
Aide 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 linoléinique (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

### 1.3.1.2. Les triglycérides :

Ils constituent environ 98% de l'huile d'olive et sont principalement monoinsaturés. (Garcia-Gonzalez *et al.*, 2008). Les principaux triglycérides présents dans l'huile d'olive et par ordre d'importance quantitative sont, la trioléine 'OOO' dont le taux est très élevé (47,54 à 58,34%), la dioléopalmitine 'POO' (18,72 à 21,81%), la dioléolinoléine 'OOL' (15,10 à



20,96%), la palmitooléolinoléine 'POL' (3,16 à 6,94%) et la dioléostéarine 'SOO' (2 à 5%) (Tanouti *et al.*, 2011).

### 1.3.2. Fraction insaponifiable :

La fraction insaponifiable ou la non triglycéride est souvent accompagnée de nombreux composants mineurs: hydrocarbures, squalènes, béta-carotène, tocophérols, phénols et substances dérivées, esters, aldéhydes, cétones, alcools aliphatiques, alcools terpéniques et stérols (Doveri et Baldoni, 2007).

#### 1.3.2.1. Les stérols:

Les stérols sont des lipides nutritionnellement importants, ils sont associés à la qualité de l'huile (Rodríguez *et al.*, 2015) et 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 (Giuffré *et al.*, 2011). Des études ont proposé que le profil stérolique puisse être utilisé pour classer les huiles d'olives vierge en fonction de leur variété. C'est aussi un paramètre très important pour contrôler la pureté des huiles d'olive et y détecter des adultérations par la présence d'huiles de différentes origines (Mezghache *et al.*, 2010). Les trois principaux stérols dans les huiles d'olive sont le  $\beta$ -sitostérol, le campestérol et le stigmastérol (Ben Temime *et al.*, 2008) qui sont illustrés dans la figure 1 :

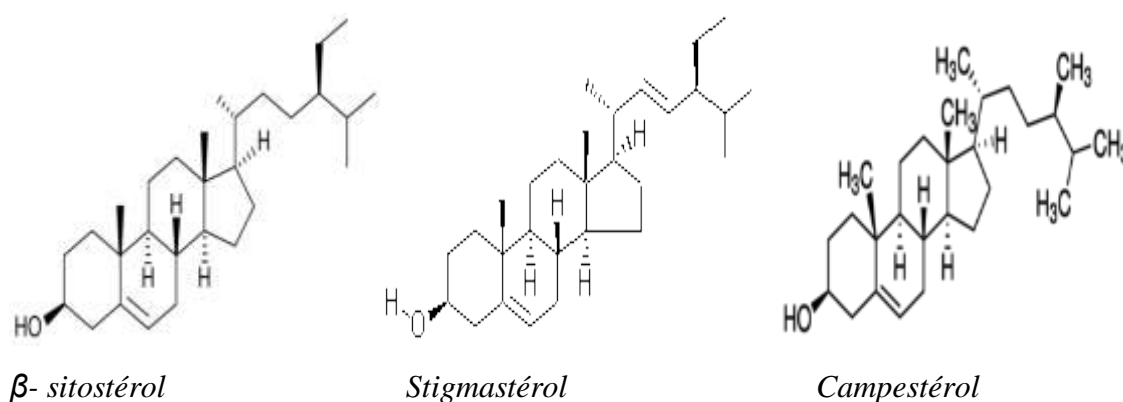


Figure 1 : Principaux stérols de l'huile d'olive (Ben Temime *et al.*, 2008).

### 1.3.2.2. Les tocophérols :

Les tocophérols sont des composés importants de l'huile d'olive en raison de leur double action bénéfique. En effet, ils ont tout d'abord l'atout d'être une vitamine E et ils ont également une forte activité antioxygène en raison de leur contribution à la stabilité oxydative et à la qualité nutritionnelle. La molécule de tocol constitue la structure de base des tocophérols (figure 2), elle est constituée d'un noyau hydroxychromane sur lequel est fixée une chaîne phytyle entièrement saturée (Haddam *et al.*, 2014).

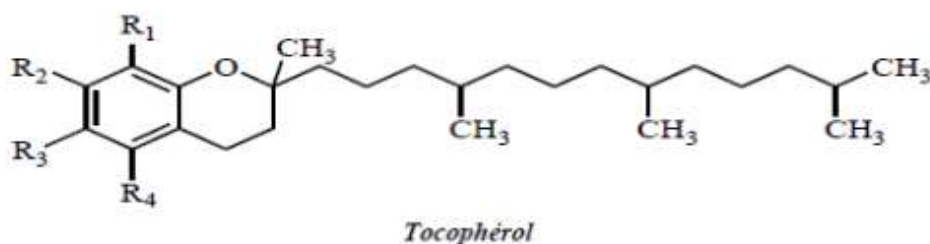
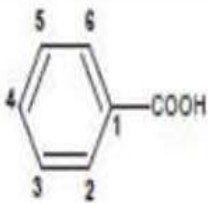
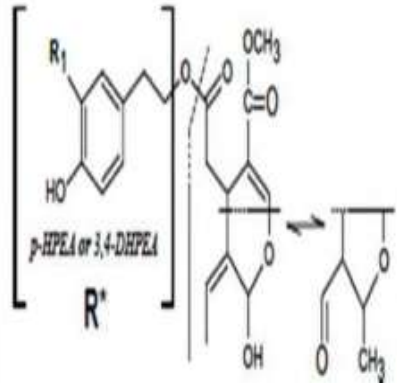
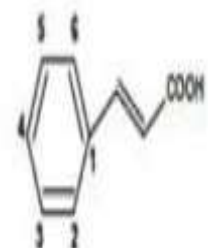
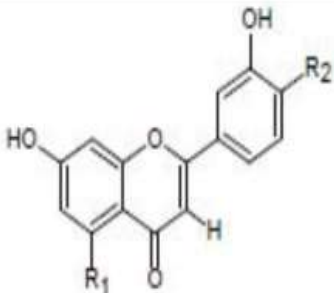

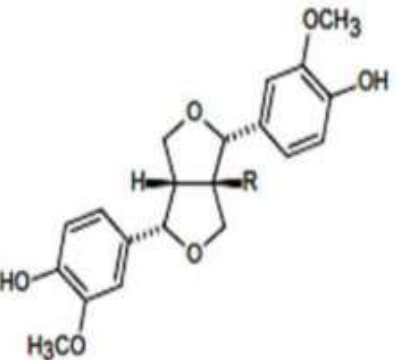


Figure 2 : Structure générale d'un tocophérol (Benrachou, 2013).

### 1.3.2.3. Les composés phénoliques :

L'huile d'olive est riche en composés phénoliques mineurs, en particulier l'hydroxytyrosol, molécule bioactive, puissante comme antioxydant et représentant une action anti-inflammatoire (Jose *et al.*, 2015). La composition phénolique varie pour chaque huile d'olive vierge à cause des facteurs, tels que la variété, la région et les conditions climatiques, les pratiques agricoles appliquées dans la culture de l'arbre, le stade de maturité et la période de récolte, le mode d'extraction, le stockage et le conditionnement (Boskou, 2015). L'huile d'olive contient des composés phénoliques simples et complexes (Haddam *et al.*, 2014). Le tableau II illustre les composés phénoliques de l'huile d'olive.

**Tableau II:** Structures des composés phénoliques identifiés dans l'huile d'olive (Segura-Carretero *et al.*, 2010).

Composés	Structures Générales	Composés	Structures Générales
<b>Acides benzoïques</b> Acide vanillique Acide syringique Acide gallique Acidehydroxybenzoïque		<b>Secoiridoïdes</b> Oleupéine aglycone Ligstroside aglycone Oleuropéine Forme dialdéhyde de l'acide élénolique	
<b>Acides cinnamiques</b> Acide <i>p</i> -Coumarique Acide <i>o</i> -coumarique Acide cafféique		<b>Flavonoïdes</b> apigénine lutéoline	
<b>Alcools phénoliques</b> Hydroxytyrosol Tyrosol		<b>Lignanes</b> - (+)-1-Acétoxypinoresinol - (+)-Pinoresinol	

### 1.3.2.4. Les pigments :

La couleur de l'huile d'olive est le résultat des teintes vertes et jaunes en raison de la présence de chlorophylles et de caroténoïdes, respectivement. Elle est influencée par le

cultivar d'olive, l'indice de maturation, la zone de production, le système d'extraction et les conditions de stockage. Par conséquent, la couleur est considérée comme un indice de qualité et malheureusement des méthodes standardisées pour sa mesure n'existent pas à ce jour. (Benlemlih et Ghanam, 2016.)

**a) Les chlorophylles :**

Ce sont des substances responsables de la nuance verdâtre caractéristique des huiles d'olives. Elle se trouve sous deux formes a et b (Ben Mohamed *et al.*, 2015). En présence de la lumière, la chlorophylle et ses dérivés sont dotés d'un pouvoir photo-sensibilisateur, alors qu'à l'obscurité ils possèdent une activité antioxydante. C'est l'une des raisons pour lesquelles il est conseillé de conserver l'huile d'olive à l'abri de la lumière (Guirda *et al.*, 2005).

**b) Les caroténoïdes :**

Le  $\beta$ -carotène et la lutéine sont les caroténoïdes les plus importants dans l'huile d'olive à raison de 1,0 à 2,7 ppm et 0,9 à 2,3 ppm, respectivement (Psomiadou et Tsimidou, 2002). Les caroténoïdes, et en particulier le  $\beta$ -carotène, sont capables de capturer les radicaux libres oxygénés, et jouent aussi un rôle de filtre anti-UV. Le stockage de l'huile contribue à la perte de ces derniers (Van Den Berg *et al.*, 2000).

**1.3.2.5. Les composés aromatiques :**

L'huile d'olive est intéressante d'un point de vue nutritionnel, elle est surtout appréciée pour son goût et ses arômes particuliers. Les composés aromatiques sont des molécules de faible poids moléculaire possédant une volatilité à température ambiante (Veillet, 2010). Plus de 120 composés volatils contribuent aux propriétés sensorielles positives ou négatives de l'huile d'olive ont été identifiés (Aparicio *et al.*, 2006). Parmi ces composés, on trouve les aldéhydes, les hydrocarbures, les cétones, les esters, les phénols, les thioterpènes et les dérivés de furfuranne, qui contribuent au parfum et au goût caractéristique de l'huile d'olive (Hassouna, 2010).

**2. Les effets bénéfiques d'huile d'olive :**

L'huile d'olive a un effet sur le plan nutritionnel grâce à son profil en acides gras riche en acide oléique et par la présence de composés mineurs bioactifs tels que les composés

phénoliques, les tocophérols et les phytostérols qui sont des antioxydants importants qui agissent comme des protecteurs cardiovasculaires et cérébrovasculaires (Morgane, 2014).

Les effets bénéfiques de différents composants de l'huile d'olive pour la santé sont présentés dans le tableau III.

**Tableau III:** Action de l'huile d'olive sur certaines maladies

<b>Composées</b>	<b>Effets</b>	<b>Auteurs</b>
<b>Acide oléique</b>	-Réduit particulièrement le taux du cholestérol total et le LDL responsable de la formation de l'athérosclérose et augmente le cholestérol HDL.  - Normalise les paramètres membranaires détériorés en cas d'hypertension.	- (Perez-Jiménez <i>et al.</i> , 2007).  - (Perona <i>et al.</i> , 2010).
<b>Polyphénols</b>	-Exercent une activité bactéricide et fongicide.  -normalisent 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.	- (Yangui <i>et al.</i> , 2009),  - (Al-Rewashdeh, 2010).
<b>Tocophérols</b>	-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	- (Shklaret, 2000).
<b>Chlorophylle</b>	-La chlorophylle contenue dans l'huile d'olive stimule la multiplication des globules rouges et participe à l'accélération du processus de cicatrisation.	- (Ben Tekaya et Hassouna, 2007).

### **3. Production et consommation de l'huile d'olive :**

#### **3.1. Production de l'huile d'olive dans le monde :**

Au cours des derniers mois, le marché international de l'huile d'olive a connu un grave déséquilibre entre l'offre et la demande, ce qui a induit une chute des prix sur un marché caractérisé par deux récoltes successives importantes en 2018-2019 et 2019-2020, et un niveau de stock déjà élevé. En effet, en fin décembre 2019, la Commission Européenne a estimé à 3,121 millions de tonnes la production mondiale d'huile d'olive pour la campagne 2019/2020. L'Union Européenne reste le premier producteur, avec 70% de la production mondiale. Les perspectives de la production dans l'UE devraient atteindre environ 1,989 millions de tonnes d'huile d'olive pour la campagne 2019/20 en enregistrant ainsi une baisse de 12% par rapport à la campagne 2018/2019 (2,264 millions de tonnes) (ONAGRI, 2020). Le tableau IV représente la production mondiale de l'huile d'olive durant les années 2018/2019 et 2019/2020.

**Tableau IV:** Production mondiale de l'huile d'olive (ONAGRI, 2020).

<b>Production</b>	<b>2018/2019 (en1000t)</b>	<b>2019/2020 (en 1000t)</b>	<b>Variation</b>
Espagne	1790	1230	-31%
Italie	174	322	85%
Tunisie	140	350	150%
Grèce	120	300	150%
Turquie	194	225	16%
Maroc	200	145	-28%
Portugal	100	120	20%
Algérie	97	82	-15%
Total EU	2264	1989	-12%
Total monde	3178	3121	-2%

#### **3.2. Production de l'huile d'olive en Algérie :**

L'Algérie se positionne après l'Espagne, l'Italie, la Grèce et la Tunisie qui sont par ordre d'importance les plus grands producteurs d'huile d'olive au monde (Benrachou, 2013). L'oléiculture est la première richesse arboricole de l'Algérie, c'est la source de subsistance

pour plusieurs familles. La production de l'huile d'olive a enregistré le niveau le plus élevé des 15 dernières années en atteignant plus de 900 000 hl à travers le territoire national, trois régions principales partagent sa production : la grande Kabylie (Tizi Ouzou), petite Kabylie (Bejaia, Bouira, Boumerdes) et une partie de l'Est (Jijel, Skikda, Sétif et Guelma). L'Algérie, veut développer son secteur oléicole, en augmentant les surfaces plantées et en modernisant les industries d'extraction d'huile d'olive, et ainsi se placer parmi les premiers pays producteurs d'huile d'olive (Slaimia, 2018).

### **3.3. Consommation mondiale de l'huile d'olive :**

La consommation mondiale est en parallèle avec de la production mondiale où les principaux pays producteurs d'huile d'olive sont traditionnellement les principaux consommateurs mondiaux (Zampounis, 2006).

Selon le COI, la consommation mondiale a enregistré aussi une légère hausse de 6% passant de 2909 milles tonnes en 2018/2019 à 3094 milles tonnes en 2019/2020. Toutefois, on observe une augmentation du décalage entre l'offre et la demande (ONAGRI, 2020). Le tableau V illustre la consommation mondiale de l'huile d'olive durant les années 2018/2019 et 2019/2020.

**Tableau V :** Evolution et consommation mondiale de l'huile d'olive (ONAGRI, 2020).

	<b>Consommation 2018/2019(en 1000t)</b>	<b>Consommation 2019/2020(en1000t)</b>	<b>Variation</b>
<b>UE</b>	1433	1572	10%
<b>Monde</b>	2909	3094	6%

### **3.4. Consommation de l'huile d'olive en Algérie :**

La consommation moyenne de l'huile d'olive pour chaque algérien ne dépasse pas le 1.5 kg par an. La quantité d'huile d'olive consommée par individu algérien demeure faible par rapport à la quantité produite localement, estimant que le prix élevé de l'huile d'olive était derrière le faible taux de consommation de cet aliment. A cela, il faut associer la faiblesse de la production locale à cause des pratiques culturelles enracinées dans des habitudes sociales ancestrales peu ouvertes à l'innovation. Malgré cela, les statistiques montrent, cependant, une augmentation sensible de la consommation de l'huile d'olive ces dernières années grâce à l'évolution de la production, de la qualité et la prise de conscience de la population algérienne (Belassla, 2019).

## **Chapitre II : La qualité de l'huile d'olive**

### **1. Définition :**

Le terme qualité est défini comme étant une combinaison des attributs ou des caractéristiques du produit qui peut avoir une signification importante dans la détermination du degré d'acceptabilité de ce produit par les consommateurs. Pour l'huile d'olive, la qualité est définie à partir des perspectives commerciales, nutritionnelles et organoleptiques qui sont liées essentiellement à la composition chimique de l'huile (**Boulkroune, 2018**). En outre, les critères de qualité et d'authenticité sont influencés par plusieurs facteurs et par leurs combinaisons, à savoir : la variété, la période, la méthode de récolte et le mode d'extraction. (**Pinatel et al., 2004 ; Tsimidou et al., 2005**).

### **2. Critères d'évaluation de la qualité d'huile :**

#### **2.1. Critères organoleptiques :**

Les caractéristiques organoleptiques ou sensorielles de l'huile d'olive regroupent la couleur, la flaveur et le goût. Les termes couramment utilisés pour décrire les attributs positifs sont le fruité, l'amer et le piquant, et pour les attributs négatifs on distingue le chômé, le moisi, le lies, le vineux, le métallique, le rance,... (**Tanouti et al., 2010**). Les tableaux VI et VII regroupent certains attributs positifs et négatifs de l'huile d'olive.

**Tableau VI :** Attributs positifs de la flaveur de l'huile d'olive (**COI, 2018**).

<b>Attributs positifs</b>	<b>Caractéristiques</b>
<b>Fruité</b>	- Sensations olfactives perçues par voie directe et/ou rétro-nasale. - Caractéristiques de l'huile obtenue à partir de fruits sains et frais, verts ou mûrs.
<b>Amer</b>	- Sensation perçue par les papilles caliciformes. - Caractéristique de l'huile produite à partir d'olives vertes ou au stade de véraison.
<b>Piquant</b>	- Sensation perçue dans toute la cavité buccale, en particulier dans la gorge. - Caractéristique des huiles obtenues au début de la campagne, principalement à partir d'olives encore vertes.



**Tableau VII :** Certains attributs négatifs de l'huile d'olive (COI, 2018).

<b>Attributs négatifs</b>	<b>Caractéristiques</b>
<b>Chômé/lies</b>	-Caractéristique de l'huile obtenue d'olives entassées ou stockées dans des conditions telles qu'elles se trouvent dans un état avancé de fermentation anaérobie, d'où l'huile restée en contact avec les boues de décantation, ayant subi un processus de fermentation anaérobie.
<b>Moisi-humidité terre</b>	-Caractéristique de l'huile produite à partir des olives attaquées par des moisissures et des levures au cours d'un stockage de plusieurs jours dans l'humidité. -Ou de l'huile issue d'olives ayant été ramassées avec de la terre, ou boueuses et non lavées.
<b>Rance</b>	- Caractéristique de l'huile ayant subi un processus d'oxydation intense.
<b>Brûlé</b>	-Provient au cours de la transformation et tout particulièrement lorsque les conditions thermiques sont inappropriées pendant le thermo-malaxage de la pâte.
<b>Métallique</b>	-Caractéristique de l'huile qui est restée pendant une longue durée en contact avec des surfaces métalliques, au cours des processus de broyage, de malaxage, de pression ou de stockage.

**2.2. Critères physico-chimiques :** Parmi les critères physicochimiques de l'huile d'olive :

**2.2.1. Acidité :**

Sa mesure rend compte de l'altération hydrolytique, et concerne principalement la matière première, l'olive. Lorsqu'est atteint le stade de maturité du fruit, les triglycérides subissent une hydrolyse naturelle qui s'accroît avec le temps. Ce phénomène peut être amplifié par de mauvaises conditions de récolte ou de stockage des olives. Ces phénomènes entraînent des lyses cellulaires dans la pulpe des olives et par conséquent provoquent la mise en contact de l'huile, initialement contenue dans les vacuoles, avec les systèmes enzymatiques et l'eau du

cytoplasme. Cela conduit alors à la présence anormalement élevée d'acides gras libres et donnant à terme des arômes désagréables à l'huile (Leroy, 2011).

### **2.2.2. Indice de peroxyde :**

Cet indice renseigne sur l'état d'oxydation de l'huile d'olive. L'auto-oxydation résulte de la réaction des lipides et de l'oxygène atmosphérique, aboutissant à terme à une altération du goût et de l'odeur de l'huile. Cette réaction est très lente et les premières molécules de dégradation apparaissant sont des peroxydes. Ces molécules instables vont se décomposer par la suite en une série de produits, notamment des mélanges d'aldéhydes volatils (Leroy, 2011).

### **2.2.3. Coefficients d'absorption spécifique :**

L'absorbance dans l'UV ou l'examen spectrophotométrique dans l'ultraviolet peut fournir des indications sur la qualité d'une matière grasse, sur son état de conservation, et sur les modifications dues aux processus technologiques. L'oxydation d'une huile aboutit à une dégradation en chaîne des acides gras insaturés par l'oxygène atmosphérique sous l'effet de différents facteurs exogènes et endogènes initiateurs, accélérateurs ou retardateurs, conduisant à des produits oxydés volatils ou non, citons les hydroperoxydes linoléiques qui absorbent la lumière au voisinage de 232 nm. Si l'oxydation se poursuit, il se forme des produits secondaires d'oxydation, en particulier des dicétones et des cétones insaturés qui absorbent la lumière vers 270 nm (Tanouti *et al.*, 2010).

Les différentes catégories d'huile d'olive ainsi que les limites des critères de qualité sont représentées dans le tableau VIII.

**Tableau VIII** : Les différentes catégories d'huile d'olive et leurs critères de qualité (COI, 2019).

Huile Paramètre	Huile d'olive vierge extra	Huile d'olive Vierge	Huile d'olive vierge courante	Huile d'olive vierge lampante
<b>Caractéristiques organoleptiques</b>				
<b>-Fruité</b>	Me >0	Me >0	Me = 0	Me > 6,0
<b>-Défaut</b>	Me = 0	0 < Me < 2,5	2,5 < Me < 6,0	
<b>Acidité libre (% d'acide oléique)</b>	≤ 0,8	≤ 2	≤ 3,3	> 3,3
<b>Indice de peroxyde (még O<sub>2</sub>/Kg)</b>	≤ 20	≤ 20	≤ 20	Non limité
<b>Extinction spécifique (UV)</b>				
<b>-K<sub>232</sub></b>	≤ 2,5	≤ 2,6	≤ 0,3	/
<b>-K<sub>270</sub></b>	≤ 0,22	≤ 0,25		/

### 3. Les facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive :

La qualité de l'huile d'olive varie non seulement en fonction de la variété, du sol et des conditions climatiques mais également de nombreux facteurs liés au cycle de production, au procédé d'extraction ainsi que la conservation (**Rahmani, 1999**).

#### 3.1. Climat et altitude :

Le climat exerce une grande influence sur la maturité du fruit, et par conséquent sur la composition et la qualité de l'huile obtenue. Les composants les plus affectés étant : les acides gras et les composés phénoliques (**Ryan et al., 1998**). Les différences dans le contenu total

des phénols est peut être due à la température et l'altitude de vergé. La température élevée diminue le contenu phénolique, stérols, squalène et l'acide oléique bien que les régions côtières donnent des huiles moins fruitées, amères et piquantes comparées aux huiles d'olives issues de régions à altitudes plus élevées (**Aparicio et Harwood, 2013**).

### **3.2. Nature du sol :**

L'influence du sol sur la qualité de l'huile d'olive est un phénomène assez complexe (**Aparicio et Luna, 2002**). L'olivier pousse mal sur les sols argileux à cause de l'asphyxie que subissent les racines durant les saisons pluvieuses et ce type de sol se caractérise par des fissures qui engendrent un dessèchement des racines et les oliviers souffrent par la suite d'un manque d'eau. Les conséquences néfastes d'un tel sol se résument en une chute importante des fruits et en un calibre réduit des olives. Au contraire des sols argileux, les sols profonds s'adaptent beaucoup mieux à l'olivier par leur action de rétention d'eau des pluies qui sera épuisée par l'arbre pendant le printemps pour alimenter sa végétation, ce qui améliore la qualité et le rendement en huile (**Ouaouich et Chimi, 2007**).

### **3.3. Maturation des olives :**

La maturité des olives est l'un des facteurs les plus importants liée à la qualité d'huile d'olive (**Jiménez et al., 2013**). En effet, la teneur totale en huile et en alpha-tocophérol ne change pas de façon significative au cours de ce processus. Le niveau de maturation a affecté principalement la qualité organoleptique des huiles obtenues, celle-ci ayant diminuée au fur et à mesure de la maturation du fruit. La teneur totale en composés phénoliques diminuait au cours du processus alors que, les teneurs en acide oléique, stéarique et linoléique augmentent (**Ait Yacine et al., 2002**).

### **3.3. Ravageurs :**

Les insectes ravageurs tel que *Bactrocera oleae* ont une action nuisible qui peut intervenir sous différentes formes et notamment par la destruction ou la détérioration des olives. Ces insectes ravageurs peuvent affecter la qualité des olives et de l'huile d'olive (**Malheiro et al., 2015**).

### **3.4. Modalité de récolte :**

La récolte des olives doit s'effectuer à une période optimale permettant à la fois un bon rendement en huile et les meilleures caractéristiques qualitatives (saveur, parfum,...) (**Cimato, 1990**). Plusieurs paramètres peuvent être étudiés afin de déterminer la date optimale de récolte tel que : l'indice de maturité, le rendement en huile, le dosage des polyphénols, le poids et la dimension du fruit, ... (**Ait Yacine et al., 2001**). Le stade de maturation des olives influence sur la qualité de l'huile et sa composition ; à maturité précoce (stade vert), les olives sont peu riches en huile. L'huile issue des olives vertes est également moins riche en composés phénoliques (**El Antari et al., 2000**). La maturité complète (stade noir) favorise la chute des olives, ces dernières donnent des huiles moins aromatisées, moins riches en composés phénoliques à activité antioxydante. Les olives ont tendance à être plus acides en fonction du temps de séjour sur le sol, et absorbent des odeurs étrangères (**Ouaouich et Chimi, 2007**).

### **3.5. Stockage et conditionnement des olives :**

Il est recommandé de conserver les olives en couches fines dans des locaux frais et bien aérés et de les triturer dans un délai de deux à trois jours après la récolte afin de retarder leur processus de fermentation qui provoque à son tour l'augmentation de l'acidité libre, la diminution du contenu phénolique et l'augmentation de la teneur en alcool total, ce qui détériore la qualité des huiles produites (**Servili et al., 2004**).

### **3.6. Système d'extraction de l'huile d'olive :**

Le procédé d'extraction a un effet sur la stabilité et la qualité de l'huile (**Caponio et al., 2003; Servili et al., 2004**). Les huiles produites par système de centrifugation à deux phases sont de bonne qualité par rapport à celles produites par le système de centrifugation à trois phases et le système à presse, du point de vue stabilité oxydative et organoleptique. En effet, l'huile extraite par ces deux derniers systèmes se trouve appauvrie en composés aromatiques et en composés phénoliques et par conséquent une faible résistance à l'oxydation. Cependant, les huiles obtenues par le système à deux phases se caractérisent par leur richesse en antioxydants notamment en polyphénols totaux et en *ortho*-diphénols (**Chimi, 2006**).

### **3.7. Stockage de l'huile d'olive :**

L'huile d'olive vierge, une fois extraite doit être conservée dans de bonnes conditions (matériaux inertes, imperméables et faciles à nettoyer, température de conservation adéquate,

à l'abri de l'air et de la lumière). Les conditions de stockage (la durée, la température, etc) ont un effet direct sur l'acidité, l'indice de peroxyde, la stabilité, la couleur, la composition en acide gras et en tocophérols (**Pereira et al., 2002**). Le stockage et la conservation constituent des facteurs importants pour la qualité de l'huile destinée à la consommation. Les mauvaises conditions de stockage occasionnent une augmentation significative de l'acidité, du K<sub>232</sub> et du K<sub>270</sub> (**Garcia et al., 1996; Kiritsakis et al., 1998; Clodoveo et al., 2007**).

# Partie pratique

## Chapitre I : Matériel et méthodes

### 1. Echantillonnage :

Les échantillons utilisés dans la présente étude sont des huiles d'olive commerciales de qualité vierge et extra vierge, trois échantillons (figure 3) sont choisis au hasard à partir de superettes. Le tableau ci-après illustre la dénomination et quelques informations relatives à ces différents échantillons.

**Tableau IX** : Identification des échantillons utilisés.

Les échantillons	Qualité	Nature de l'emballage	Date de fabrication	Date d'expiration
Numidia	Extra vierge	Verre fumé	20/02/2020	20/02/2022
Gula	Vierge	Verre transparent	25/01/2020	24/01/2022
Idurar	Vierge	Plastique	21/11/2019	21/11/2022



**Figure 3** : Les différents échantillons d'huiles d'olives commerciales.

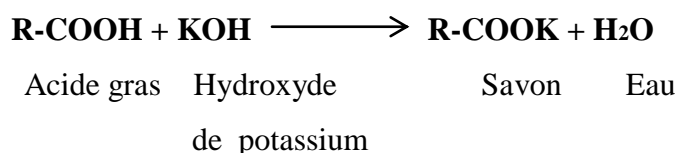


## 2. Détermination des indices de qualité

### 2.1. Mesure de l'acidité

#### ➤ Principe :

L'acidité représente le pourcentage d'acides gras libres d'un corps gras, elle s'exprime en pourcentage d'acide oléique. La méthode utilisée est celle décrite par le règlement **CEE/2568/91**. Le principe de cette méthode repose sur la neutralisation des acides gras libres par une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium (KOH), selon la réaction suivante :



#### ➤ Protocole expérimental :

La méthode consiste en mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange de solvants, puis titrage des acides gras libres présents à l'aide d'une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium. Un échantillon de 5 g d'huile d'olive est solubilisé dans 25 ml du mélange diéthyl-éther-éthanol à 95%. Le mélange est titré, en agitant avec une solution d'hydroxyde de potassium à 0,1N jusqu'au virage de l'indicateur coloré (phénolphtaléine) vers le rose. L'acidité est exprimée en pourcentage d'acide oléique :

$$A(\%) = (V - V_0) * N * M / 10 * m$$

A% : acidité en pourcentage.

V : volume en ml de KOH pour neutraliser l'échantillon.

V<sub>0</sub>: volume de KOH pour neutraliser le blanc.

N : normalité de l'hydroxyde de potassium (0,1N).

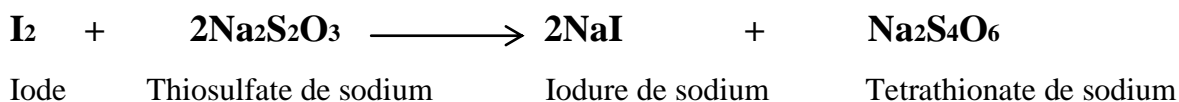
M : masse molaire de l'acide oléique qui égale à 282g/mol.

m : masse en g de la prise d'essai (5g).

## 2.2 Indice de peroxyde :

### ➤ Principe :

Il correspond à la quantité d'oxygène actif du peroxyde contenu dans une certaine masse de produit capable d'être libéré dans les conditions de l'expérience. Il est exprimé en milliéquivalents d'oxygène actif par Kg de matière grasse pouvant oxyder l'iodure de potassium en présence d'acide acétique et de chloroforme. L'iode libéré est titré en retour par une solution de thiosulfate de sodium, suivant la réaction :



### ➤ Protocole expérimental :

Selon la méthode décrite dans le règlement **CEE/2568/91**, un échantillon de 2 g d'huile filtrée a été mis en solution dans 10 ml de chloroforme dans une fiole. 15 ml d'acide acétique et 1ml d'iodure de potassium (solution aqueuse saturée) ont été rajoutés. La fiole a été ensuite bouchée immédiatement et agitée vigoureusement pendant 1 minute, puis laissée à l'obscurité pendant 5 minutes à température ambiante. 75 ml d'eau distillée ont été ajoutés au mélange. L'iode libéré a été titré après avoir ajouté quelques gouttes d'empois d'amidon (indicateur colorimétrique) par une solution de thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) à 0,01N tout en maintenant le mélange en agitation vigoureuse. Parallèlement, un essai à blanc a été effectué de la même façon.

L'indice de peroxyde (IP) se détermine ainsi :

$$\text{IP} = \text{N} (\text{V} - \text{V}_0) * 1000 / \text{m} \text{ (meq d'O}_2\text{/Kg)}$$

$\text{V}_0$  : volume en millilitre de thiosulfate de sodium nécessaire pour titrer le blanc.

$\text{V}$  : volume en millilitre de thiosulfate de sodium nécessaire pour titrer l'essai.

$\text{N}$  : normalité de la solution de thiosulfate de sodium (0,01 N).

$\text{m}$  : masse en gramme de la prise d'essai.

### 2.3 Absorbance dans l'UV :

➤ **Principe :**

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

➤ **Protocole expérimental :**

L'extinction spécifique est déterminée selon la méthode décrite par le (**COI, 2003**). Après filtration des échantillons d'huile d'olive, on prend 0,1g dans une fiole de 10ml, qui sont ajustés avec du cyclohexane. L'absorbance est mesurée à deux longueurs d'ondes 232nm et 270nm.

L'extinction spécifique dans l'UV est exprimée comme suit :

$$E = A_{\lambda} / C * l$$

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

$A_{\lambda}$  : absorbance mesurée à la longueur d'onde  $\lambda$ .

C : concentration de la solution en gramme par 100 millilitres.

l : épaisseur de la cuve en centimètre (1cm).

### 2.4 Indice d'amertume :

L'indice d'amertume est évalué, après extraction des composés amers de l'huile d'olive, suivant la méthode décrite par (**Morello *et al.*, 2004**). Un échantillon d'1 g d'huile d'olive filtrée est dissout dans 4ml d'hexane puis introduit dans la colonne d'octadecyle C18 préalablement activée (6 ml de méthanol et 10 ml d'hexane). Celle-ci est lavée avec 10ml d'hexane pour éliminer toute trace de gras et la fraction polaire retenue est éluée ainsi avec 25ml du méthanol-eau (V/V). L'absorbance est mesurée à 225nm contre un blanc qui est un mélange méthanol-eau (V/V). Les résultats sont exprimés en termes d'absorbance.

### **3. Déterminations de la composition**

#### **3.1. Extraction et dosage des composés phénoliques totaux :**

Les polyphénols totaux sont dosés par leur capacité à réduire les acides phosphotungstiques et phosphomolybdiques, contenus dans le réactif de Folin-Ciocalteu en oxydes de tungstène et molybdène ( $W_8O_{23}$  et  $Mo_8O_{23}$ ). Ces derniers présentent une coloration bleutée. L'intensité de la coloration est proportionnelle à la quantité de polyphénols présents et qui sont dosés à 765 nm (**Singleton *et al.*, 1999**).

➤ **Protocole expérimental :**

- **Extraction :**

Pour l'extraction des composées phénoliques, on utilise le protocole de **Favati *et al.* (1994)**. Après activation de la colonne C18 avec 6 ml de méthanol et 10 ml d'hexane, on dissout 1 g d'huile dans 10 ml d'hexane, et on fait passer la solution dans la colonne C18. Puis, on lave la colonne avec 2x5 ml d'hexane et enfin, l'élution est réalisée avec 2x4 ml du méthanol.

- **Dosage :**

La méthode utilisée pour le dosage des polyphénols totaux est celle de **Favati *et al.* (1994)**. Dans des fioles de 20 ml, on met 2 ml de l'extrait méthanolique, ajouté 5 ml de l'eau distillée et 0,5 ml de réactif de Folin Ciocalteu. Après 3 min d'incubation, on ajoute 4 ml de carbonate de sodium ( $Na_2CO_3$ ) à 10% et on ajuste avec de l'eau distillée jusqu'à 20 ml. Après incubation pendant 90 min à l'obscurité, on filtre et on mesure l'absorbance à 765 nm contre un témoin dont l'extrait méthanolique est remplacé par le même volume du méthanol. La concentration en polyphénols totaux est calculée grâce à une courbe d'étalonnage réalisée avec de l'acide gallique comme standard. Les résultats sont exprimés en mg équivalents d'acide gallique par Kg d'huile d'olive (**annexe 1**).

#### **3.2. Dosage des pigments :**

➤ **Principe :**

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

*al.*, 2005). Le protocole décrit par **Minguez-Mosquera *et al.* (1991)** est adopté pour estimer la teneur des pigments (chlorophylles et caroténoïdes) dans nos échantillons.

**Protocole expérimental :**

3g d'huile sont dissous dans le cyclohexane à un volume final de 10 ml. Les teneurs en caroténoïdes et en chlorophylles ont été déterminées respectivement, par la mesure de l'absorbance à 472 et 670 nm. Les valeurs des coefficients d'extinction spécifique appliquée étaient  $E_0 = 613$  pour la phéophytine, une composante majeure des pigments chlorophylliens, et  $E_0 = 2000$  pour la lutéine, un élément majeur des caroténoïdes.

Les teneurs en chlorophylles sont déterminées par la formule suivante :

$$\text{Chl (ppm)} = (A_{670} * 106) / (613 * 100 * I)$$

Chl : teneur en chlorophylles (ppm) ;

Abs : absorbance à la longueur d'onde indiquée (670nm) ;

I : épaisseur de la cuve (1cm) ;

613 : coefficient d'extinction spécifique de la phéophytine comme standard.

Les teneurs en caroténoïdes sont déterminées par la formule suivante :

$$\text{Carot (ppm)} = (A_{470} * 106) / (2000 * 100 * I)$$

Carot : teneur en caroténoïdes (ppm).

Abs: absorbance à la longueur d'onde indiquée (470nm).

I : épaisseur de la cuve (1cm).

2000 : coefficient d'extinction spécifique de la lutéine comme standard.

### **3.3. Détermination du profil en acides gras par chromatographie en phase gazeuse :**

#### **3.3.1 Préparation des esters méthyliques**

Les acides gras sont analysés après transformation en esters méthyliques obtenus par transestérification des triglycérides par la potasse méthanolique. Les triglycérides sont attaqués par la potasse et les acides gras libérés sont estérifiés par le méthanol.

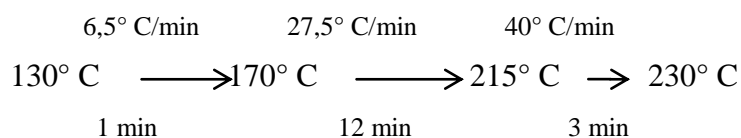
➤ **Protocole expérimental :**

Les esters méthyliques ont été préparés selon la méthode standard préconisée par la communauté européenne (CE, 2002), relative aux corps gras d'origine animale et végétale. Dans un ballon de 50 ml, 0,5 g d'huile ont été dilués dans 5 ml d'une solution d'hexane, 0,5 ml d'une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium (2N) ont été rajoutés, le mélange a été agité pendant 30 secondes, puis centrifugé à 3000 tours/min, 2 gouttes de surnageant ont été prélevées et mélangées avec 1 ml d'hexane.

#### **3.3.2 Analyse des esters méthyliques par CPG**

1 $\mu$ l des esters méthyliques est injecté dans un chromatographe en phase gazeuse de type Chrompack C 9002, dont les conditions d'analyse sont décrites ci-après :

- Détecteur : FID, T = 250° C.
- Injecteur : SPLIT 1/100, T° = 250° C.
- Gaz vecteur : Azote.
- Colonne Capillaire: DB 23 de longueur 30 m, de diamètre intérieur 0,32 mm et d'épaisseur de film 0,25 $\mu$ m.
- Programme de température :



- Température de l'injection 250 °C.
- Vitesse du papier : 0,5 cm /min.

Les acides gras sont identifiés par comparaison avec le temps de rétention de standards appropriés ainsi que leur teneur est déterminée en calculant les aires des pics correspondants.

#### **4. Analyse statistique:**

A l'exception de l'analyse d'acide gras, toutes les autres analyses ont été réalisées en trois essais. Les résultats obtenus ont été soumis à une analyses statistique de type ANOVA, suivi par le teste LSD par le logiciel statistica 5.5. Le seuil de signification est fixé à 0,05.

Les résultats obtenus sont exprimés sous forme de moyenne  $\pm$  écart type suivi de lettre alphabétique (Annexe 1).

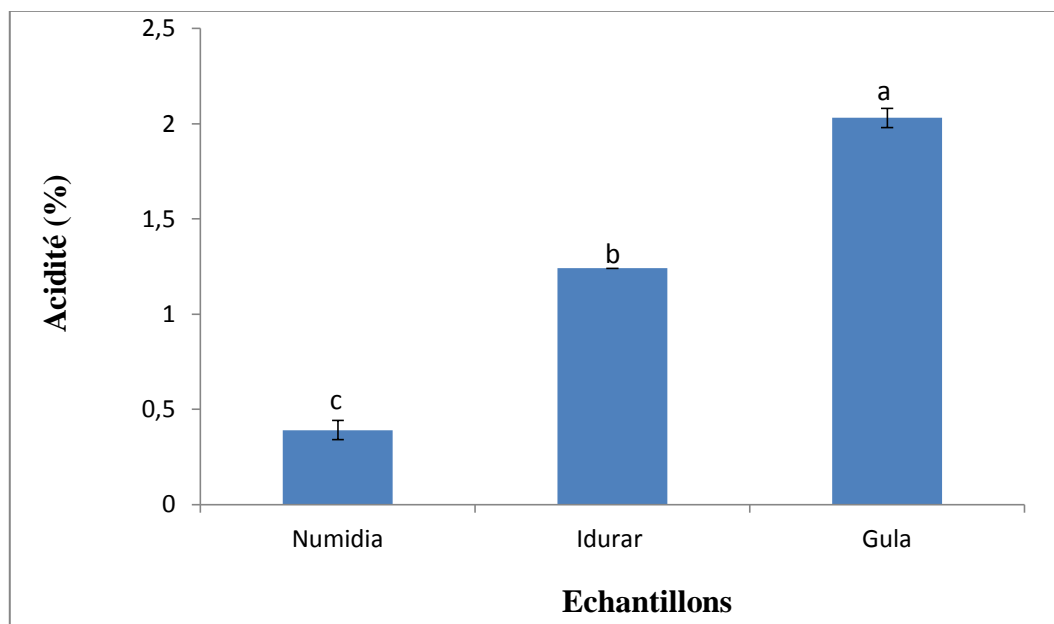
# Résultats et Discussion



## Chapitre II : Résultats et discussion

### 1. Acidité :

L'acidité libre permet de contrôler le niveau de dégradation hydrolytique, enzymatique ou chimique, des chaînes d'acides gras des triglycérides. Ceci est à l'origine d'acides gras libres et de glycérides partiels (mono et diglycérides) (Tanouti *et al.*, 2011). Les différents résultats concernant ce paramètre sont illustrés dans la figure 4.



**Figure 4 :** Acidité des huiles d'olive étudiées.

Les résultats obtenus montrent que l'huile d'olive Numidia présente une acidité de 0,39%, cette valeur confirme que cette huile est de qualité vierge extra, car la norme du COI (2019) préconise une valeur d'acidité  $\leq$  à 0,8% pour cette catégorie.

Concernant l'huile d'olive Idurar, la valeur enregistrée est de 1,24 % et qui est conforme à la norme du COI (2019) pour la catégorie d'huile d'olive vierge ( $\leq$  2%). Par contre, l'échantillon Gula présente une légère élévation par rapport à la norme (2,03%).

L'analyse statistiques montre la présence de différence significative ( $p < 0,05$ ) entre les trois (03) échantillons étudiés.

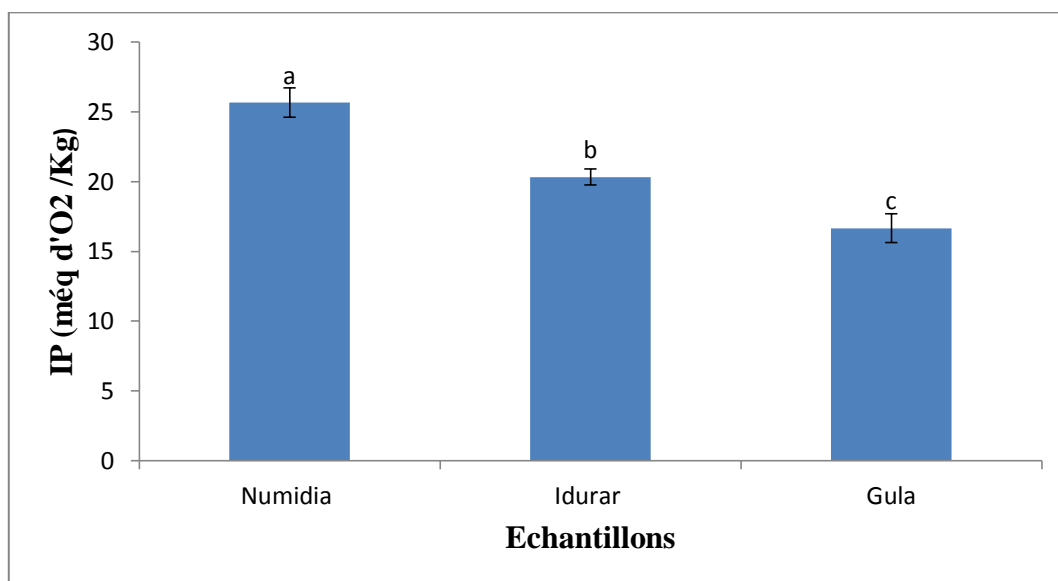
Les valeurs observées dans cette étude sont moins élevées que celles rapportées par **Benabid *et al.* (2008)**, qui ont obtenu des valeurs variant entre 0,77 et 9,26% pour des huiles d'olives de différentes régions oléicoles de l'Algérie. Par contre, nos résultats sont élevés par rapport à ceux rapportés par **Tanouti *et al.* (2010)**, qui ont noté que l'acidité libre reste en dessous de 0,8% pour les huiles d'olive produites au Maroc oriental.

Après plus d'une année de leur production, les huiles Numidia et Idurar ont pu conserver leur qualité d'origine en termes d'acidité. Par contre, l'échantillon Gula a enregistré une légère augmentation. Ces constatations pourraient être dues à la nature de l'emballage et aux conditions d'extraction et de stockage.

## 2. Indice de peroxyde :

L'indice de peroxydes (IP) révèle l'état d'oxydation d'une huile. Les peroxydes s'obtiennent par fixation de l'oxygène sur les doubles liaisons des acides gras insaturés (Pouyet et Ollivier, 2014). Il constitue l'un des critères de qualité de l'huile d'olive (Ryan et Robards, 1998).

Les différents résultats concernant ce paramètre sont illustrés dans la figure 5.



**Figure 5:** Indice de peroxyde des huiles d'olive étudiées

D'après les résultats obtenus, les valeurs de l'indice de peroxyde varient entre 16,66 et 25,66 méq d'O<sub>2</sub>/ Kg. Des différences significatives ( $p < 0,05$ ) ont été enregistrées entre les trois échantillons.

En effet, nous avons noté une valeur de 16,66 méq d'O<sub>2</sub>/ Kg pour l'échantillon Gula et cette valeur est inférieure à 20 méq d'O<sub>2</sub>/Kg qui est la limite fixée par le COI (2019), pour cette catégorie. L'échantillon Idurar a dépassé légèrement la norme avec une valeur de 20,33 méq d'O<sub>2</sub>/Kg. L'indice de peroxyde le plus élevé est noté pour l'échantillon Numidia (25,66 méq d'O<sub>2</sub>/Kg) dépassant ainsi la norme fixée pour la catégorie d'huile d'olive vierge extra.

Cette augmentation pourrait être due à plusieurs facteurs notamment à un stockage non adapté.

Ces résultats sont plus élevés que ceux rapportés par **Salvador et al. (2003)** qui ont obtenu des valeurs entre 7,8 et 12,9 méq O<sub>2</sub> / Kg d'huile d'olive, pour les huiles d'olives de différentes régions oléicoles au centre de l'Espagne. Par contre, nos résultats sont faibles par rapport à ceux trouvés par **Cecchi et al. (2006)**, ils passaient en moyenne de 6 méq d'O<sub>2</sub>/Kg à 15,80 meqd'O<sub>2</sub> /Kg et jusqu'à même à 63,30 méq d'O<sub>2</sub>/Kg juste après deux mois de stockage.

Il faut noter que l'indice de peroxyde augmente avec la maturité des olives, et surtout à la suite d'un choc thermique, ou d'un processus de fabrication défectueux. Le stockage inadapté ou prolongé est également une des causes d'augmentation de ce paramètre (**Tanouti et al., 2011**).

### **3. Absorbance dans l'ultraviolet :**

Le recours à la détermination des coefficients K<sub>232</sub> et K<sub>270</sub> renseigne sur la présence ou l'absence de produits d'oxydation dans l'huile. Les hydroperoxydes formés dans les premiers stades d'oxydation absorbent à 232 nm, alors que les produits d'oxydation secondaires tels que dicétones et des cétones insaturés absorbent au voisinage de 270 nm (**Tanouti et al., 2011**).

Les valeurs moyennes d'extinctions à 232 et à 270 nm des échantillons de l'huile analysés sont illustrées dans le tableau IX :

**Tableau X** : Extinctions à 232nm et à 270nm des trois échantillons étudiés.

<b>Echantillon</b>	<b>K<sub>232</sub></b>	<b>K<sub>270</sub></b>
Numidia	0,78± 0,00 c	0,32± 0,00 c
Idurar	0,80±0,00 b	0,48±0,00 a
Gula	0,81± 0,00 a	0,44±0,00 b

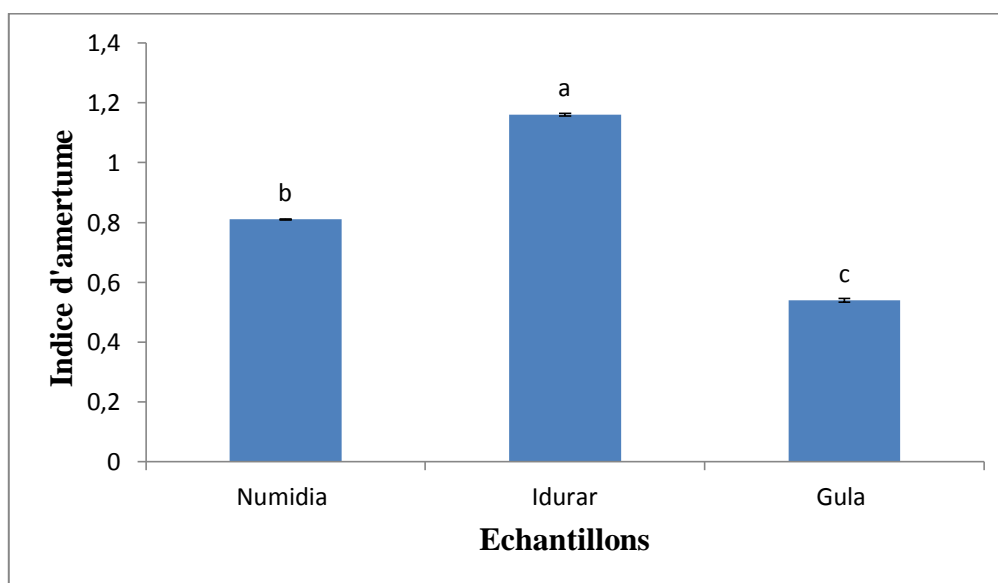
- **K<sub>232</sub>** : L'analyse des résultats des absorbances à 232nm des trois huiles commerciales montre des différences significatives (p<0,05) entre les différents échantillons avec une valeur minimale de 0,78 pour Numidia et de valeurs de 0,80 et 0,81 respectivement pour Idurar et Gula. Ces valeurs restent conforme aux normes du **COI (2019)** pour l'huile d'olive vierge (≤ 2,6) et l'huile extra vierge (≤ 2 ,5).

- $K_{270}$  : Concernant le  $K_{270}$ , des différences significatives ( $p < 0,05$ ) ont été enregistrés entre les trois échantillons avec des valeurs qui oscillent entre 0,32 pour Numidia et 0,48 pour Idurar, une valeur intermédiaire de 0,44 a été relevée pour Gula.

Nos résultats d'extinction à 270 nm sont élevé par rapport à ceux de **Tanouti et al. (2010)**, avec des valeurs qui varient entre 0,10 et 0,23 pour des huiles d'olives produites dans des coopératives pilotes (Lakrarma et Kenine) au niveau du Maroc oriental.

#### 4. Indice d'amertume :

L'amertume est considérée comme un attribut positif à des intensités tolérables dans l'huile d'olive vierge (**Tanouti et al., 2011**). Il est considéré comme un paramètre chimique corrélé avec l'évaluation sensorielle (**Ollivier et al., 2004**). Les différents résultats concernant ce paramètre sont illustrés dans la figure 6.



**Figure 6 :** Indice d'amertume des échantillons de l'huile d'olive étudiés

Des différences significatives ( $p < 0,05$ ) sont enregistrées entre les trois échantillons de l'huile d'olive.

D'après nos résultats représentés dans la figure, l'échantillon de l'huile vierge Idurar présente la valeur la plus élevée (1,16), par contre l'huile d'olive vierge Gula et extra vierge Numidia présentent des valeurs moindres (0,54 ; 0,81, respectivement).

Les intensités d'amertumes obtenues pour nos échantillons sont inférieures à celles obtenus pour certaines variétés italiennes étudiées par **Favati et al. (2013)**, dont les valeurs varient entre 0,7 et 4,38.

D'après **Garcia *et al.* (1996)** et **Morello *et al.* (2004)**, la teneur en polyphénols influence positivement sur l'indice d'amertume. Cet indice est dû aux composés phénoliques qui dérivent de l'hydrolyse de l'oleuropéine.

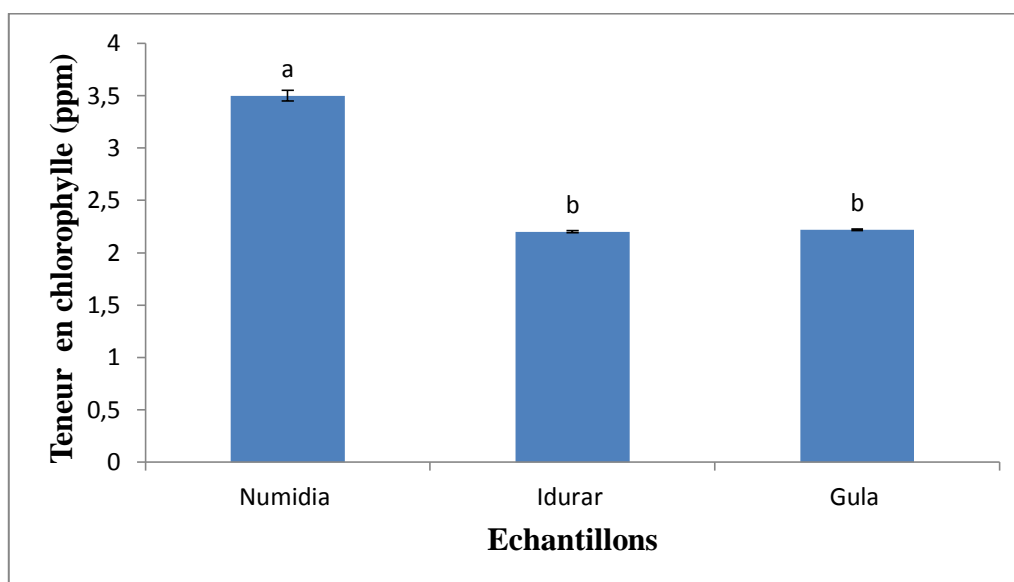
Selon **Baccouri *et al.* (2008)**, l'intensité de l'indice d'amertume est liée à l'activité de certaines enzymes telles que les glucosidases et les estérases responsables de l'hydrolyse de l'oleuropéine durant l'extraction de l'huile d'olive et qui augmentent aussi au cours de la maturation des olives.

## 5. Pigments :

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

### a- Les chlorophylles :

Les résultats des teneurs en chlorophylles des différents échantillons étudiés sont présentés et illustrés dans la figure ci-dessous :



**Figure7** : Teneur en chlorophylles des huiles d'olive étudiées

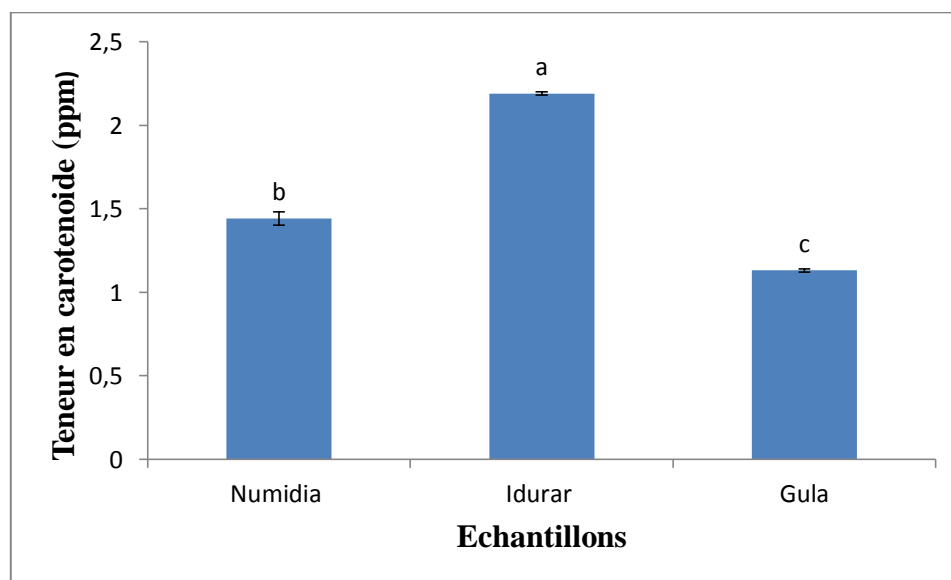
L'analyse statistique montre l'absence de différence significative ( $p < 0,05$ ) entre les huiles d'olive de qualité vierge Idurar et Gula avec des teneurs respectives de 2,00 et 2,02 ppm. Par contre, l'huile d'olive extra vierge dénommée Numidia présente une augmentation significative ( $p < 0,05$ ) de la teneur en chlorophylles avec une valeur de 3,5 ppm.

Nos résultats sont supérieurs à ceux rapportés par **Boulfane *et al.* (2015)**, qui ont relevé des teneurs en chlorophylles qui varient de 0,38 à 1,77 ppm pour huit variétés d'huile d'olive marocaines. Par contre, des valeurs largement supérieures variant de 10,03 à 13,53 ppm ont été enregistrées par **Benrachou (2013)**, pour trois variétés d'huile d'olive algériennes à savoir *Liml, Bouricha et Blanquette*.

Au cours de la maturation, les chlorophylles subissent des transformations et se dégradent sous l'action des chlorophyllases, des Mg-déchélatases et des phéophorbides oxygénases donnant des dérivés incolores. Plus la maturation progresse, plus l'activité photosynthétique diminue avec d'une réduction des concentrations en chlorophylles. (**Garcia *et al.*, 1996; Roca et Minguéz-Mosquera, 2001**).

## **b- Les caroténoïdes**

Les résultats de la teneur en caroténoïdes des huiles d'olives étudiées sont illustrés dans la figure 8.



**Figure 8 :** Teneur en caroténoïdes des huiles d'olive étudiées

La valeur la plus faible en caroténoïdes est enregistrée pour l'échantillon de l'huile d'olive vierge Gula (1,13ppm), suivi par l'échantillon Numidia (1,44ppm). L'échantillon Idurar quant à lui, il a enregistré la valeur la plus élevée (2,19ppm). Les trois échantillons présentent des différences significatives ( $p < 0,05$ ) entre eux.

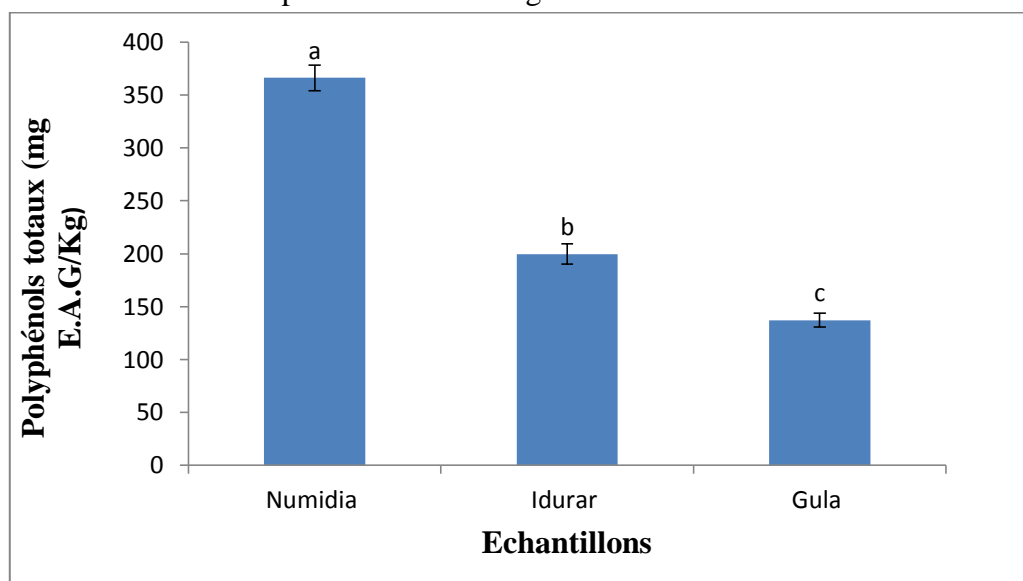
**Salvador et al. (1998)**, ont signalé des teneurs beaucoup plus élevées et qui oscillent entre 7 et 11 ppm pour la variété espagnole *Cornicabra*.

Des recherches ont démontré que les pigments caroténoïdes sont facilement dégradés en présence de la lumière et de la température élevée (**Benrachou, 2013**), de plus d'après **Tanouti et al. (2011)**, la teneur en pigments est liée au degré de maturité des olives.

## 6. Composés phénoliques totaux :

Les composés phénoliques sont des composants biologiquement actifs avec des propriétés anti-oxydantes qui affectent la saveur et la qualité de l'huile. Leur quantification est basée sur leur capacité de réduction chimique relative à l'acide gallique (**Ye-Ji et al., 2013**).

Les résultats obtenus sont représentés dans la figure suivante.



**Figure 9** : Teneur en polyphénols totaux des échantillons d'huiles d'olive étudiés

L'huile d'olive extra vierge Numidia est la plus riche en polyphénols totaux avec une teneur de 366,28 ppm. En revanche, les échantillons de l'huile d'olive de qualité vierge ont enregistré des teneurs beaucoup plus faibles (199,63ppm pour Gula et 137,27ppm pour Idurar. Des différences significatives ( $p < 0,05$ ) sont relevées entre les trois échantillons.

Les concentrations en polyphénols totaux de nos échantillons sont proches de l'intervalle relevé par **Bainoet et al. (2009)** et qui varie de 133,68 à 322,18 mg EAG/Kg. **Abu-Reidah et al. (2013)** ont signalé un intervalle plus important pour les huiles d'olive d'origine palestinienne (318,99 à 469,96 ppm).

Ces différentes variations sont dues à plusieurs facteurs comme le degré de maturité des olives (**Rovellini et Cortesi, 2003; Gómez-Rico et al., 2008**), la saison et les conditions

climatiques (**Paz Romero et al., 2003; Salvador et al., 2003**), et le système d'extraction de l'huile (**Gimeno et al., 2002 ; Leroy, 2011**).

Selon **Zanoni et al. (2005)**, l'activité de la polyphénol-oxydase et de la peroxydase qui sont responsables de l'oxydation des polyphénols durant l'extraction de l'huile d'olive, induit une diminution de leur teneur.

Signalons que les trois échantillons ont été conservés dans leur différent emballage pendant plus d'une année, la nature de l'emballage et les conditions de stockage pourraient être aussi à l'origine de ces variations.

En effet, l'huile extra vierge (Numidia) avec la teneur la plus élevée en polyphénol était contenue dans un emballage en verre fumé.

### **7. Détermination de la composition en acide gras par CPG :**

La composition en acide gras des huiles joue un rôle important dans la détermination de leur qualité nutritionnelle et organoleptique. Divers facteurs tels que le degré de maturité le climat et la variété ont une incidence sur le profil en acide gras des huiles d'olive. Par ailleurs, le profil en acide gras est utilisée comment paramètre de classification des huiles selon leur origines (**Tanouti, 2011**). Le tableau XI illustre composition en acides gras exprimée en pourcentage (%) ainsi que les normes.

**Tableau XI :** Profil en acide gras des différentes huiles d'olive étudiées en pourcentage (%)

Acide gras	Echantillons			Normes (COI, 2019)
	Numidia	Idurar	Gula	
C14 : 0	0,00	/	0,00	≤ 0,03
C16 : 0	18,38	12,87	15,96	7,50 – 20,00
C16 : 1	2,36	1,08	1,86	0,30 - 3,50
C 17 : 0	0,005	/	0,06	≤ 0,40
C 17 : 1	0,10	/	0,10	≤ 0,60
C18 : 0	1,87	2,89	2,20	0,50 - 5,00
C 18 : ln9	60,74	68,76	59,08	55,00 - 83,00



C18 :2	10,39	10,25	15,14	2,50 - 21,00
C 18 :3	0,65	0,86	0,83	≤ 1,00
C 20 :0	0,36	0,41	0,42	≤ 0,60
C 20 :1	0,29	0,31	0,30	≤ 0,50
C 20 : 2	0,00	/	0,00	/
C 22 : 0	0,09	/	0,14	≤ 0,20
C 24 : 0	0,00	0,43	0,06	≤ 0,20

On remarque que les différents taux d'acides gras sont compris dans les normes du COI (2019).

➤ **Les acides gras majoritaires :**

L'acide gras majoritaire des trois échantillons est l'acide oléique, suivi par l'acide palmitique en troisième position l'acide linoléique.

L'acide oléique a enregistré le taux le plus élevé (68,76%) chez l'échantillon Idurar. Les taux de cet acide gras pour Numidia et Gula sont très proches (60,74% et 59,08% respectivement). Cette différence pourrait être expliquée par la variation de la maturité des olives utilisées. En effet, l'acide oléique montre une diminution avec la progression du processus de maturation (**Lavee et Wodner, 1995**).

Concernant l'acide palmitique qui est l'acide gras saturé majoritaire pour les trois échantillons, on remarque un taux le plus élevé chez Numidia (18,38%), suivi par Gula (15,96%) et en dernière position vient Idurar avec un taux de 12,87%.

L'acide linoléique qui est un acide gras polyinsaturé et essentiel a enregistré le taux le plus élevé chez l'échantillon Gula (15,14%) et les autres échantillons présentent des taux très voisins au environ de 10%.

D'après (**Cimato, 1990**), la récolte tardive favorise l'augmentation du taux des acides gras insaturés, notamment l'acide linoléique, au dépend de l'acide palmitique.

➤ **Les acides gras minoritaires :**

L'échantillon Idurar a enregistré le taux le plus élevé en acide stéarique (2,89%). Par contre pour l'acide palmitoléique, la valeur la plus élevée est notée par l'huile d'olive extra vierge Numidia (2,36%).

Pour ces deux acides gras, l'échantillon Gula a enregistré des taux intermédiaires (2,20% et 1,86% respectivement).

Concernant l'acide linoléique, qui est un acide gras polyinsaturé essentiel, les taux oscillent entre 0,56% (Idurar) et 0,65% (Numidia).

Quant à l'acide arachidique, nous avons noté des valeurs proches pour Gula et Idurar (0,42% et 0,41% respectivement) et un taux moindre pour Numidia (0,36%).

Selon **Fiorino et Grifi (1991)**, les acides stéarique, palmitoléique, heptadécénoïque (9-heptadécénoïque ou margaroléique) et arachidique peuvent être utilisés pour la distinction variétale.

Nous constatons à travers ces résultats que la composition en acides gras varie avec l'origine de l'huile, ce qui est en accord avec **Ranalli et al. (2000)** et **Ben Temmime et al. (2006)**. De plus, il a été montré que d'autres facteurs affectent la composition en acide gras et spécialement la teneur en acide oléique, à savoir la variété, l'altitude, les conditions climatiques et le stade de maturation du fruit à la récolte (**Ranalli et al., 1997** et **Aranda et al., 2003**).

# Conclusion

## **Conclusion**

La présente étude a été consacrée à l'évaluation de la qualité de trois échantillons de l'huile d'olive commerciale, à savoir deux huiles vierges (Idurar et Gula) et une huile extra vierge (Numidia) produites durant la récolte 2019 et 2020 elle sont issues de deux régions de la willaya de Bejaïa (Ouzellaguen et Akbou).

L'analyse de l'ensemble des résultats analytiques des huiles, permet d'obtenir les observations suivantes :

- Sur le plan physico-chimique, en particulier, les paramètres de qualité (l'acidité et l'absorbance dans l'UV) : les résultats présentent une variabilité légère d'un échantillon à un autre, d'ailleurs les deux échantillons Gula et Idurar restent toujours dans la classe d'une huile vierge, et l'huile d'olive Numidia est dans la classe des huiles vierges extra, selon la norme du COI (2019). Par contre, pour l'indice de peroxyde, l'échantillon Gula est conforme à la norme avec une valeur de 16,66 meq d'O<sub>2</sub> /Kg, et les deux autres échantillons (Idurar et Numidia) dépassent la norme fixée par COI avec des valeurs de 20,33 et 25,66 meq d'O<sub>2</sub> /Kg respectivement.

- Concernant, l'indice d'amertume, l'huile d'olive Idurar a une saveur amère élevée (1,16) par rapport aux huiles Numidia et Gula (0,81 et 0,54 respectivement), cette intensité de l'indice d'amertume peut être liée à l'activité de certaines enzymes et aux estérases responsables de l'hydrolyse de l'oleuropéine durant l'extraction de l'huile d'olive.

-Concernant les paramètres liés à la composition chimique des échantillons d'huile d'olive, les chlorophylles ont montré une légère différence entre les échantillons, Idurar et Gula (2,20 et 2,22 ppm respectivement) et une valeur élevée pour l'échantillon Numidia (3,50 ppm).

-La teneur en caroténoïdes des échantillons d'huile d'olive extra vierge et vierge sont de l'ordre de 1,44 ppm, 1,13 ppm, 2,19 ppm (Numidia, Gula, Idurar respectivement).

-Concernant les polyphénols totaux, l'huile d'olive Numidia a été la plus riche avec une teneur de 366,28 ppm ce qui la classe dans les huiles à teneur moyenne, par contre, les deux huiles Idurar et Gula présentent une teneur faible avec 199,63 ppm, 137,27 ppm respectivement.

-Concernant la composition en acides gras, les trois huiles d'olives étudiées présentent des teneurs en différents acides gras répondant aux normes établies par le COI (2019), avec une prédominance de l'acide oléique (>59,08%). Les teneurs en acide linoléique varient de 10,25

et 15.14 % et pour l'acide linoléique nous avons une valeur maximale de 0,86% pour l'échantillon d'huile d'olive Idurar.

Enfin, cette étude préliminaire peut être complétée par d'autres travaux à savoir :

- Elargir l'étude à d'autres huiles d'olives commerciales.
- Effectuer une analyse sensorielle.
- Identifier les différents constituants mineurs des huiles d'olives (composés phénoliques, stérols, tocophérols).
- Etudier l'influence de l'emballage sur l'évolution de la qualité des huiles d'olive commerciales.
- Evaluer de la stabilité oxydative au cours du temps.

# Références bibliographiques

**A**

**Abu-Reidah I., Yasin M., Urbani S., Servili M. et Montedoro G. 2013.** Study and characterization of Palestinian mono varietal Nabali virgin olive oils from northern West Bank of Palestine. *Journal Food Research International*. 54 (2): 1959-1964.

**Ait Yacine Z., Serhrouchni M. et Hilalis S. 2001.** Étude de quelques paramètres déterminant la date de récolte des olives. Cas du périmètre du Tadla-Maroc. *Olivae* 88 : 45.

**Ait Yacine Z., Hillali S. et Serhrouchni M. 2002.** Evolution de la composition acide de l'huile d'olive à différents stades de la maturité des olives. cas de périmètre du Tadla-Maroc. *Olivae*, 94 :51-53.

**Alais C., Linden G. et Miclo L. 1999.** Lipides. In : *Biochimie alimentaire*. Ed Dunod, 51-71.

**Alais CH., Linden G. et Miclo L. 2003.** *Biochimie alimentaire*. 5ème édition de l'abrégé, Ed DUNOD, PARIS. 54-61 p.

**Al-Rewashdeh A. 2010.** Blood lipid profile, oxidation and pressure of men and women consumed olive oil. *Pakistan Journal of Nutrition*, 9 (1): 15-26.

**Aparicio R., Luna G., 2002.** Characterisation of monovarietal virgin olive oils. *Eur.J.LipidSci.Technol.*104:1-12.

**Aparicio, R., Luna, G. 2006.** Characterisation of 39 varieties of virgin olive oil by their volatile compositions, 243-252 p.

**Aparicio R. et Harwood J. 2013.** *Handbook of olive oil, Analysis and Properties*. Second edition. Springer Science. P 1-769.

**Aranda F., Gómez-Alonso S., Rivera dellamo R.M., Salvador M.D. et Fregapane G. 2003.** Triglyceride, total and 2-position fatty acid composition of Cornicabra virgin olive oil: Comparison with other Spanish cultivars. *Food Chemistry*, 86: 485-492.

**B**

**Baccouri O., Cerretani L., Bendini A., Lercker G., Zarrouk M. et Ben Miled D.D. 2008.** Phenol content as correlated to antioxidant activity and gustative characteristics of Tunisian monovarietal virgin olive oils. *La Rivista Italiana Delle Sostanze Grasse*, 85: 189- 195.

**Baiano A, Gambacorta G, Terracone C, Previtali M.A, Lamacchia C. et La Notte E. 2009.** Changes in phenolic content and antioxidant activity of Italian extra-virgin olive oils during storage. *Journal of Food Science*. 74, 177-183.

- Belassla. M, 2019.** « la consommation de l'huile d'olive ne dépasse pas le 1.5kg /an par personne en Algérie», Algérie presse service (APS), 14 nov.
- Benabid H., Naamoune H., Noçairi H. et Rutledge D.2008.** Application of chemometric tools to compare Algerian olive oils produced in different locations. *Journal of Food, Agriculture & Environment.* 6 (2): 43-51.
- Benlemlih M et Ghanam J.2016.** Polyphénols d'HUILE d'OLIVE, trésors santé! .Ed. Medicatrix : P75
- Ben Mohamed, M., Boudiche, S. et Kachouri, F. 2015.** Qualité d'huile d'olive biologique. Ed. universitaires européennes. pp 20-76.
- Benrachou. 2013.** Etude des caractéristiques physicochimiques et de la composition biochimique d'huiles d'olive issues de trois cultivars de l'Est algérien. Thèse de doctorat : Biochimie, Annaba, Université d'Annaba, 112p.
- Ben Tamime S., Manai H., Methenni K., Baccouri B., Abaza L., Daoud D., Casas J., Bueno E. et Zarrouk M. 2008.** Sterolic composition of Chétoui virgin olive oil: Influence of geographical origin. *Food Chemistry, 110(2), 368-374.*
- Ben Tekaya I., Hassouna M. 2007.** Effets des chlorophylles, du beta carotène, de l'alphatocophérol, du tyrosol et de leurs interactions sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive tunisienne ; OCL Vol 14 N°1 Janvier- Février 2007.
- Ben Temime S., Taamalli W., Baccouri B ., Abaza L., Daoud D. et Zarrouk M.2006.** Changes in olive oil quality of *Chétoui* variety according to origin and plantation. *Journal of Food Lipids,* 13:88-99.
- Boskou D. 1996.** Olive Oil ; Chemistry and Technology. American Oil Chemist's Society. Press : champaign, IL, USA, p.52-83.
- Boskou, D. 2015.** Olive fruit, table olives, and olive oil bioactive constituents. *In : Olive and olive oil bioactive constituents.* AOCS Press, pp1-30.
- Boulfane S., Maata N., Anouar A. et Hilali S. 2015.** « Caractérisation physicochimique des huiles d'olive produites dans les huileries traditionnelles de la région de la Chaouia-Maroc ». *Journal of Applied Biosciences.* 87 (1) : 8022–8029.



**Boulkroune, H. 2018.** *L'oléiculture en petite Kabylie : améliorer la qualité du produit participe au développement durable de la filière.* Thèse de doctorat en agronomie. Université Ferhat Abbas Sétif 1, Algérie, 138p.

## C

**Caponio F., Alloggio V. et Gomes T. 1999.** Phenolic compounds of virgin olive oil: influence of paste preparation techniques. *Food Chemistry*, 64:203-209.

**CE.2002.** Commission Européenne Direction Générale de l'agriculture. Le secteur de l'huile *Technology*, 39 (7): 756-761.

**Cecchi T., De Marco C., Passamonti P. et Pucciarelli F., 2006.** Analytical definition of the quality of extravirgin olive oil stored in polyethylene terephthalate bottles. *Journal of Food Lipid*, 13 , 251-258.

**CEE 2568 /91.** Communauté Economique Européenne. Règlement (CCE) N°2568 /91 de la commission du 11 juillet 1991. Relatif aux caractéristiques des huiles d'olive et de grignons d'olive ainsi qu'aux méthodes d'analyse y afférentes : 27-30.

**Chimi H. 2006.** Technologie d'extraction de l'huile d'olive et gestion de sa qualité. *Transfert de Technologie en Agriculture*, 141.

**Cimato A. 1990.** La qualité de l'huile d'olive vierge et les facteurs agronomiques. *Olivae*, 31:20-23.

**Clodoveo M., Delcuratolo D., Gomes T. et Colelli G .2007.** Effet des différentes températures et atmosphères de stockage sur *Coratina* huile d'olive qualité. *Food Chemistry*, 102: 571-576.

**Conseil Oléicole International. 2001.** Norme commerciale Applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. Conseil Oléicole International.

**Conseil Oléicole International .2003.** Trad Standard Applying to olive oils and olive-pomaceoils, T 15/NC 3/25 June 2003.

**Conseil Oléicole International 2015.** Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive.

**Conseil Oléicole International .2018.** Analyse sensorielle de l'huile d'olive, méthode d'évaluation organoleptique de l'huile d'olive vierge. COI/T.20/Doc. no 15/Rév. 10. 20p.

**Conseil Oléicole International. 2019.** Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. CONSEIL OLÉICOLE INTERNATIONAL COI/T.15/NC N° 3/Rév. 14.

**D**

**Doveri S., et Baladoni L. 2007.** Olive in Genome Mapping and Molecular Breeding in plants. Ed C. Kole. Fruit and Nuts 425-3264.

**E**

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

**F**

**Favati F., Caporale G. et Bertuccioli M. 1994.** Rapid determination of phenol content in extra virgin olive oil. *Grasas Y. Aceites*, 45: 68-70.

**Faveri D., Aliakbarian B., Avogadro M.,Perego P. et Converti A .2008.**Amélioration d'huile d'olive composees phénoliques contenus par le biais de formulations enzymatique *Biochemical Engineering journal*, 41:149-156.

**Favati F., Condelli N., Galgano F. et Caruso M.C .2013.** Extra virgin olive oil bitterness evaluation by sensory and chemical analyses. *Food chemistry*, pp:949-954.

**Fiorino P.et Grifi F. 1991.** Maturation des olives et valorisations de certains composants de l'huile. *Olivae*, 35: 25-33.

**G**

**Garcia J.M., Sella S. et Perez-Camino C. 1996.** Influence of fruit ripening on olive oil quality. *Journal of Agricultural Food Chemistry*, 44: 3516-3520.

**Garcia-Gonzalez D.L., Aparicio-Rui R. et Aparicio R. 2008.** Virgin olive oil-chemical implications on quality and health. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 110:1-6.

**Gimeno E., Castellote A.I., Lamuela-Raventos R.M., De la Torre M.C. et Lopez- Sabater M.C. 2002.** The effects of harvest and extraction methods on the antioxidant content (phenolics, a-tocopherol, and b-carotene) in virgin olive oil. *Food Chemistry*, 78: 207–211.

**Giuffré, A.M., Louadj, L., Poiana, M. et Macario, A. 2011.** Composition en stérols des huiles extraites d'olive de cultivars de la province de Reggio Calabria (sud d'Italie).

**Guirda D., Francesco S., et Rekik B. 2005.** Pigment composition in monovarietal virgin olive oils from various silician olive varieties. *Journal of Agricultural and Food chemistry*. 28:11-15.

**Gómez-Rico A., Fregapane G. et Salvador M.D. 2008.** Effect of cultivar and ripening on minor components in Spanish olive fruits and their corresponding virgin olive oils. *Food Research International*, 41: 433–440

## H

**Haddam, M., Chimi, H., et Amine, A. 2014.** Formulation d'une huile d'olive de bonne qualité. *OCL*, 21(5), D507.

**Harwood J. et Aparicio R. 2000.** Handbook of olive oil: analysis and properties, Ed. Gaithersburg, Maryland, USA: Aspen publications. p 620.

**Hassouna, V. 2010.** Virgin Olive Oil, Books on Demand, pp 9-94.

## J

**Jose R.M., Xicota L., Fitó M., Farré M., Dierssen M. et Rafael de la Torre. (2015).** Potential Role of Olive Oil Phenolic Compounds in the Prevention of Neurodegenerative Diseases. *Molecules*, 20, p. 4655-4680.

## K

**Kammoun N.G., Khlif M., Ayadi M., Rekik H., Rekik B. et Hamdi M.T. 1999.** Evolution des caractéristiques chimiques de l'huile au cours de la maturation des olives. *Revue Ezzaitouna*, 5 (1 et 2) : 30-47

**Khlif M. 1996.** La qualité de l'huile d'olive en tunisie un atout, des contraintes et des ambitions. *Revue Ezzaitouna*, 2 (1 et 2) : 79-92.

**Kiritsakis A. K. 1998.** Flavor components of olive oil - a review. *American Oil Chemists' Society*, 75(6): 673-681

## L

**Lazzeri Y. 2009.** les défis de la mondialisation pour l'oléiculture méditerranéenne. L'olivier en méditerranée. Conférence centre culturel français de Tlemcen-Algérie.

**Lavee S. et Wodner M. 1995.** The effect of growing region, maturation and fruit handling on oil quality of cv. *Nabali* olives in West Bank Mountains. *Agricultural Med.*, 125: 395-403.

**Leroy I. 2011.** L'huile d'olive dans tous ses états. Thèse pour le diplôme d'état de docteur en pharmacie. 24-54.

**Lopez, S., Bermudez, B., Montserrat-de la Paz, S., Jaramillo, S., Varela, L.M., -Ortega-Gomez, A., Abia, R. et Muriana, F.J.G. 2014.** Membrane composition and dynamics: A target of bioactive virgin olive oil constituents. (Review). *Biochimica et Biophysica Acta*, 1838, 1638-1656.

## M

**Mezghache M., Henchiri C., Martine L., Berdeaux O., Aouf N. et Juaneda P. 2010.** Contribution à l'étude de la fraction insaponifiable de trois huiles d'olive issues des variétés Guasto, Rougette et Blanquette plantés dans l'est algérien. *O.C.L* 17(5).337.

**Minguez-Mosquera, I., Rejano, J.L., Gandul, B., Higinio, A. et Garrido, J. 1991.** Colour pigment correlation in virgin olive oil. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 669-671 P.

**Morello J.R., Motilva M.J., et Romero M.P. 2004.** Changes in commercial virgin olive oil (*cv Arbequina*) during storage, with special emphasis on the phenolic fraction. *Food Chemistry*, 85:357-364.

**Morgane, S. 2014.** Les effets « santé » de l'huile d'olives. *OCL*, 21, p5.

## O

**Observatoire National de l'Agriculture (ONAGRI). 2020.** Le marché de l'huile d'olive au niveau national et mondial et mécanismes de régulation, le 3 février 2020.

**Ollivier D., Boubaulte., Pinatel C., Souillol S., Guerere M., and Artaud J. 2004.** Analyse de la fraction phénolique des huiles d'olive vierges. *J. Annales des falsifications, de l'expertise chimique et toxicologique*, N.965, p: 169 - 196.

**Ouaouich .A et Chimi .H .2007.** Le guide de production de l'huile d'olive. Ed. *ONU* Vienne: 4-23.

## P

**Paz Romero M., Tovar M.J., Ramo T. et Motilva J. 2003.** Effect of crop season on the Composition of virgin olive oil with protected designation of origin "Les Garrigues". *Journal of American Oil Chemist's Society*, 8 (5): 423-430.

**Pereira J. A., Casal S., Bento A., Oliveira M.B.P. P. 2002.** Influence of olive storage period on oil quality of three portuguese cultivars of Oleaeuropea, Cabrançosa, Madural, and VerdealTransmontana. *Food Chemistry*, Vol.50, pp:6335-6340.

**Perez-Jimenez F., Ruano J., Perez-Martinez P., Lopez-Segura F. & Lopez-Miranda J. 2007.** The influence of olive oil on human health: not a question of fat alone. *Molecular Nutrition Food Research*, 51:1199-1208.

**Perona J. S., Alonso A. & Martinez-Gonzalez M. 2010.** Virgin olive oil and blood pressure in hypertensive elderly subjects. *Olives and Olive Oil in Health and Disease Prevention*, 85:807-812.

**Pinatel C, Petit C, Ollivier D, Artaud J. 2004.** Outil pour l'amélioration organoleptique des huiles d'olive vierges. *Oléagineux, corps gras, lipides*. Vol. 11, N° 3, p: 217-222.

**Pouyet, B., et Ollivier, V. 2014.** Réglementations sur l'étiquetage et la présentation des huiles d'olive .OCL. D 508.

**Psomiadou E., Tsmidou M. 2002.** Stability of virgin olive oil. Autoxidation studies. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 50:716-721.

## R

**Rahmani M. 1999.** Influence des ravageurs et des maladies de l'olivier sur la qualité des huiles d'olive vierge : 62-63.

**Ranalli A., De Mattia G., Ferrante M. L. et Giansante L. 1997.** Incidence of olive cultivation area on the analytical characteristics of the oil. Note 1. *Sost. Grasse*, LXXIII, 501-508.

**Ranalli A., Modesti G., Patumi M. et Fontanazza G. 2000.** The compositional quality and sensory properties of virgin olive oil from a new olive cultivar- I-77. *Food chemistry*. 69:3.

**Ran J. 2014.** Comparison of chemical quality standards for New Zealand extra virgin olive oil: a thesis submitted in partial fulfilment of the requirements for the degree of Master of Food Technology at Massey University, New Zealand (Doctoral dissertation, Massey University).

**Roca M. and Minguéz-Mosquera M.I. 2001.** Changes in Chloroplast Pigments of Olive Varieties during Fruit Ripening. *J. Agri. Food Chemistry*, 49: 832-939.

**Rodríguez-Morató, J., Xicota, L., Fitó, M., Farré, M., Dierssen, M., & de la Torre, R. 2015.** Potential role of olive oil phenolic compound in the prevention of neuro degenerative diseases. *Molecules*, 20(3), 4655-4680.

**Rovellini P. and Cortesi N. 2003.** Détermination des composants phénoliques de différents cultivars au cours de la maturation des olives par chromatographie liquide couplée à la spectrométrie de masse. *Olivae*, 95 : 32-38.

**Ryan, D., Robardas, K. et Lavee, S. 1998.** Evaluation de la qualité de l'huile d'olive. *Olivae*, 72: 26-38.

**Ryan, D., and Robards, K. 1998.** Phenolic compounds in olives. *Journal Homepage*, (123): 31-44.

## S

**Salvador M.D., Aranda F., Gomez-Alonso S. et Fregapane G. 2003.** Influence of extraction system, production year and area on Cornicabra virgin oil: a study of five erop seasons. *Food Chemistry*, 80:359-366.

**Segura-Carretero A., Menéndez J. et Fernández-Gutiérrez A.2010.** Polyphenols in Olive Oil: The Importance of Phenolic Compounds in the Chemical Composition of Olive Oil In "Olives and Olive Oil in Health and Disease Prevention. Editions Elsevier. Preedy V. R. and Ross Watson R. pp. 169-170.

**Selaimia, R. 2018.** Etude de l'huile d'olive d'Algérie. Th. Doct. Chimie Industrielle. Université 8 Mai 1945 .Guelma.17P.

**Servili M., Selvaggini R., Esposito S., Taticchi A., Montedoro G. et Morozzi, G. 2004.** Health and sensory properties of virgin olive oil hydrophilic phenols: agronomic and technological aspects of production that affect their occurrence in the oil. *Journal of Chromatography A*, 1054:113-127.

**Singleton, V. I., Othofer, R. et Lamuela-Raventos R.M. 1999.** Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of Folin-Ciocalteu reagent. *Methods in enzymology*, 152-178 p.

**Shklar G. & Oh S. K. 2000.** Experimental basis for cancer prevention by vitamin E. *Cancer Invest*, 18: 214-22.

## T

**Tanouti K., Elamrani A., Serghini-Caid H., khalid A., Bahetta Y., Benali A., Harkous M. et Khiar M.2010.** Caractérisation d'huiles d'olive produites dans des coopératives pilotes (lakrama et kenine) au niveau du Maroc oriental. *Les technologies de laboratoire*. 5(18) : 18 26.

**Tanouti, K., Serghini-Caid, H., Chaieb, E., Benali, A., Harkous, M., & Elamrani, A. 2011.** Amélioration qualitative d'huiles d'olive produites dans le Maroc oriental. Les technologies de laboratoire, 6(22).

**Tanouti, K et al. 2011.** Isly Huile d'olive vierge ;Analyse des Triglycérides et Composition en Acides Gras , les technologies de laboratoire -2011, Volume,N°23,pp58-63.

**Tekaya, I. B., &Hassouna, M. 2005.** Étude de la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge extra tunisienne au cours de son stockage. Oléagineux, Corps gras, Lipides, 12(5-6), 447-454.

**Tsimidou M Z, Georgiou A, Koidis A and Boskou D. 2005.** Loss of stability of “veiled” (cloudy) virgin olive oils in storage. J.Food Chemistry. Vol.93- Issue 3, p: 377 - 383.

## V

**Van Den Berg H., Faulks R., Granado HF., HirschbergI J., Olmedilla B., Sandmann G., Southon S., and Stahl W. 2000.** The potential for improvement of carotenoid levels in foods and likely systemic effects. Journal of science of Food and Agriculture. 2000. 80: 880-912.

**Veillet Sébastien, 2010.** Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : Entre Tradition et Innovation, thèse de doctorat en Science de l'Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse, 1-153.

**Viola P. et Viola, M. 2009.**Virgin olive oil as a fundamental nutritional component and skin protector. Clinics in dermatology, 27(2), 159-165.

## Y

**Yangui T., Dhouib A., Rhouma A. & Sayadi S. 2009.** Potential of hydroxytyrosol-rich composition from olive mill wastewater as a natural disinfectant and its effect on seeds vigour response. Food Chemistry, 117:1-8.

**Ye-Ji L., Muthu., III-min C.et Praveen N., 2013.** Polyphenol composition and antioxidant activity from the vegetable plant Artemisia absinthium L. AJCS.vol. 7(12), p. 1921-1926.

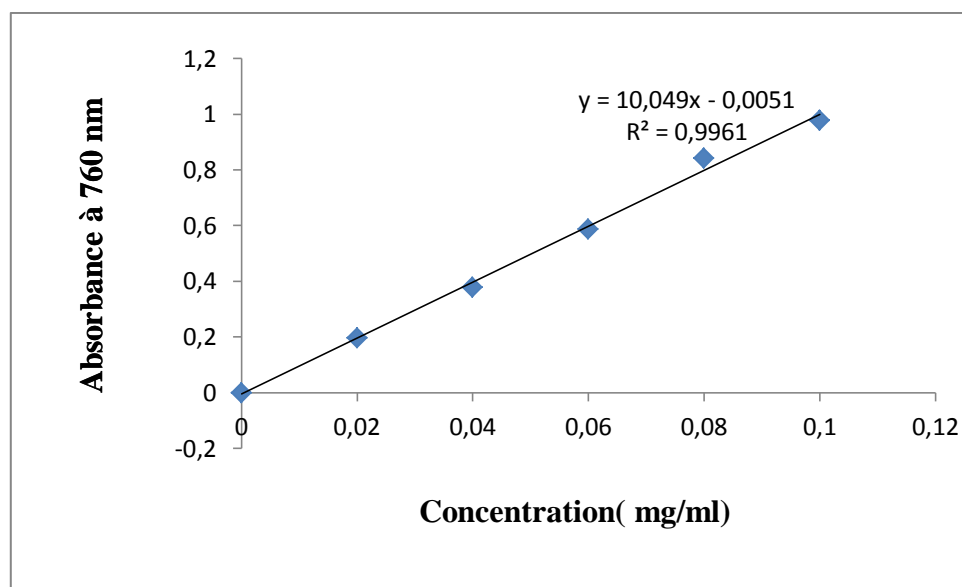
## Z

**Zampounis., V. 2006.** Olive oil in the world market. In : Boskou, D. Olive oil : chemistry and technology. *Second edition. AOCS Press*, pp21-39.

**Zanoni B., Bertuccioli M., Rovellini P. et Marotta F. 2005.**aproliminary approach topredictive modelling of extra virgin olive oilstability. *Journal of the Science of food and Agriculture*, 85: 1492-1498.

# **Annexes**





**Figure 1 :** Courbe d'étalonnage du dosage des composés phénolique totaux.

**Tableau I :** Données récapitulatives des résultats obtenus.

Echantillons	Numidia	Idurar	Gula
Analyse			
Acidité (%)	0,39 ± 0,05 c	1,24 ± 0,00 b	2,03 ± 0,05 a
Indice de peroxyde (Meq O <sub>2</sub> / kg)	25,66 ± 1,04 a	20,33 ± 0,57 b	16,66 ± 1,04 c
K <sub>232</sub>	0,78 ± 0,00 c	0,80 ± 0,00 b	0,81 ± 0,00 a
K <sub>270</sub>	0,12 ± 0,00 c	0,19 ± 0,00 a	0,17 ± 0,00 b
Chlorophylle (mg/Kg)	3,50 ± 0,05 a	2,20 ± 0,01b	2,22 ± 0,00 b
Caroténoïde (mg/Kg)	1,44 ± 0,04 b	2,19 ± 0,01 a	1,13 ± 0,01c
Polyphénols (mg/Kg)	366,28 ± 11,94 a	199,63 ± 9,56 b	137,27 ± 6,38 c
Indice d'amertume	0,81 ± 0,00 b	1,16 ± 0,00 a	0,54 ± 0,00 c

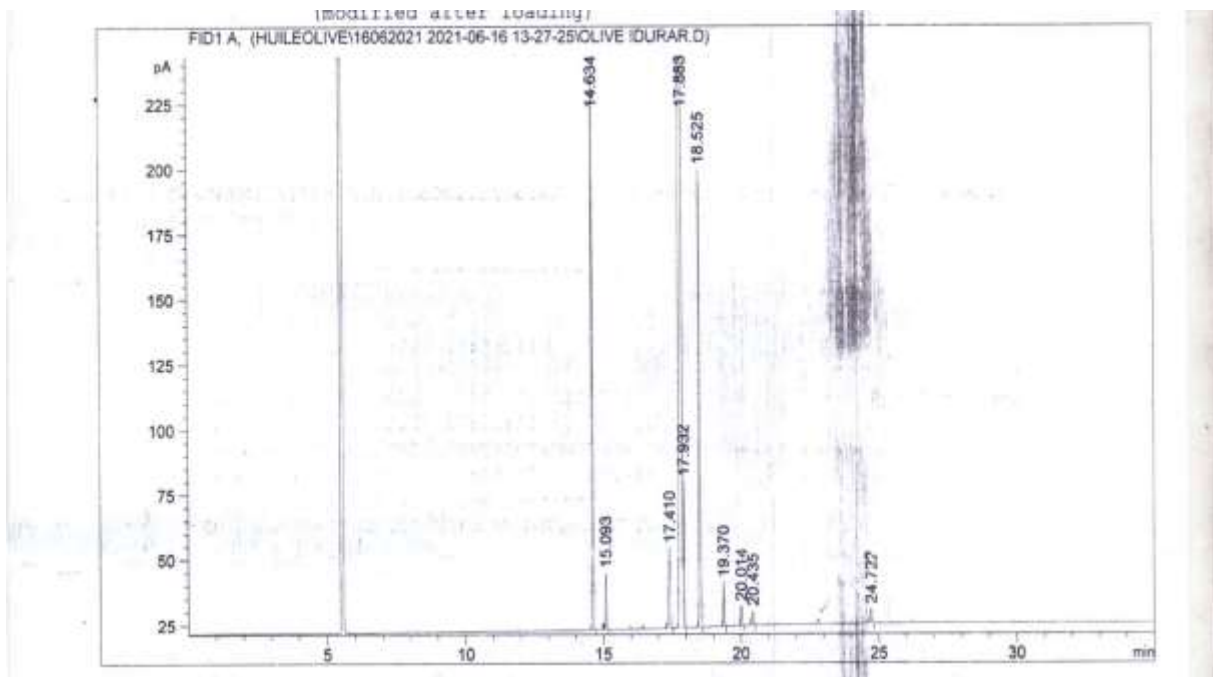
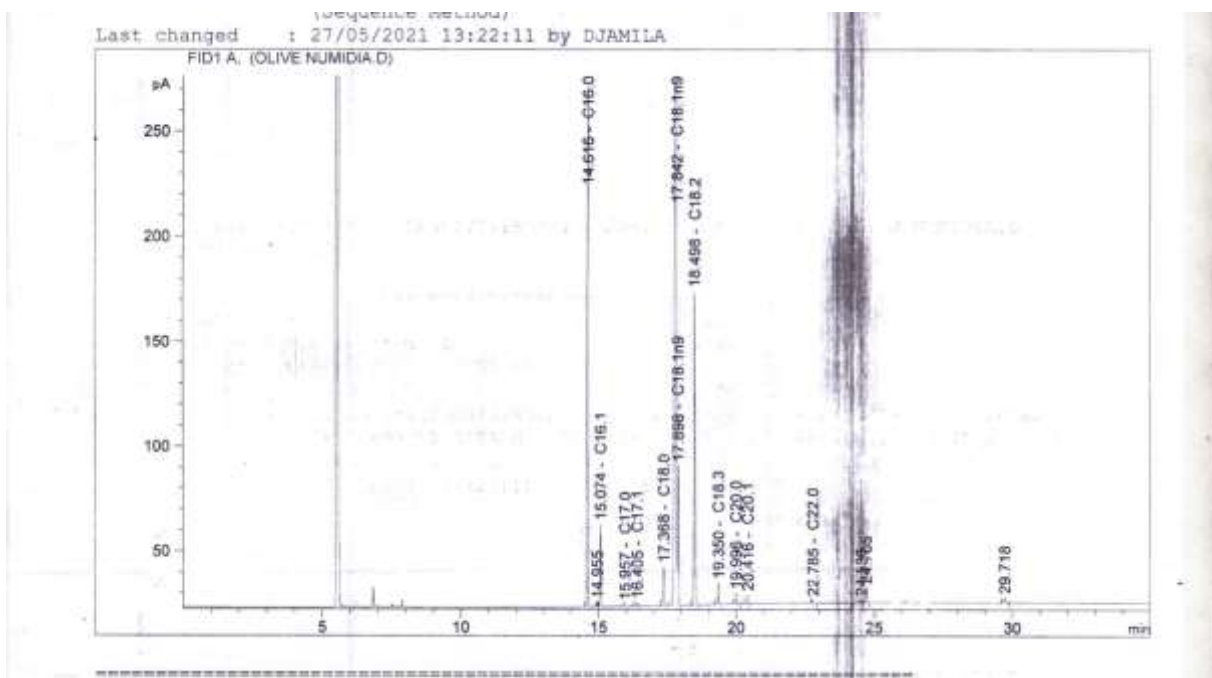


Figure 02: Chromatogramme des acides gras de l'huile d'olive vierge Idurar



Figure 03: Chromatogramme des acides gras de l'huile d'olive vierge Gula



**Figure 04:** Chromatogramme des acides gras de l'huile d'olive extra vierge Numidia

## **Résumé :**

Ce présent travail a été entrepris dans le but d'évaluer la qualité physico-chimique de trois échantillons d'huiles d'olive commerciales, vierges (Gula et Idurar) et extra vierge (Numidia) produites durant la récolte 2019/2020.

Nous avons étudié pour l'ensemble des échantillons les critères de qualité ainsi que la composition en pigments, en composés phénoliques totaux et la composition en acides gras. Les résultats obtenus montrent que l'acidité et l'absorbance dans l'UV sont conformes aux normes de COI (2019), alors que pour l'indice de peroxyde la valeur obtenue est hors normes pour l'échantillon Numidia (25,66 méq d'O<sub>2</sub>/Kg). La valeur en indice d'amertume a été élevée pour l'huile d'olive vierge Idurar (1,16) et faible pour l'huile d'olive extra vierge Numidia et vierge Gula (0,81 et 0,54 respectivement). Pour l'analyse des pigments et les composés phénoliques totaux, les valeurs sont différentes: Numidia présente la valeur la plus élevée en chlorophylles et en polyphénols totaux (3,5ppm et 366,28ppm respectivement) et l'échantillon Idurar présente la valeur la plus importante en caroténoïdes (2,19ppm). Les trois huiles analysées présentent une composition en acides gras conforme aux normes, avec une prédominance de l'acide oléique (>59%).

**Mots clés :** huile d'olive commerciale, analyses physico-chimiques, qualité, composition.

## **Abstract:**

This present work was undertaken with the aim of evaluating the physico-chemical quality of three samples of commercial olive oils, virgin (Gula and Idurar) and extra virgin (Numidia) produced during the 2019/2020 harvest.

For all the samples, we studied the quality criteria as well as the composition of pigments, total phenolic compounds and the composition of fatty acids. The results obtained show that the acidity and absorbance in the UV comply with the standards of COI (2019), while for the peroxide number the value obtained is out of the standards for the Numidia sample (25,66 meq of O<sub>2</sub> / Kg). The bitterness content was high for Idurar virgin olive oil (1,16) and low for Numidia extra virgin olive oil and Gula virgin olive oil (0,81 and 0,54 respectively). For the analysis of pigments and total phenolic, compounds the values are different: Numidia has the highest value in chlorophylls and total polyphenols (3,5ppm and 366,28ppm respectively) and Idurar sample has the highest value in carotenoids (2,19ppm). The three oils analyzed have a fatty acid composition that meets standards, with a predominance of oleic acid (> 59%).

**Keywords:** commercial olive oil, physico-chemical analyzes, quality, composition.