#### République Algérienne Démocratique et Populaire Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique Université A. MIRA – Béjaia

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie Département des sciences alimentaires



Filière : Science Alimentaire

Spécialité : Conservation des Aliments et Emballage

Réf	•
1101	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •

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

#### **MASTER**

### Thème

Impact du stockage de l'huile d'olive de la variété *Arbequina* en verre fumé et en terre sur sa qualité physico-chimique

#### Présenté par :

#### **AFFANE Asma & BOUFADENE Amal**

Soutenu le : 26 Juin 2023

Devant le jury composé de :

Mr KATID E.ProfesseurPrésidentMme LEHOUCHE R.MCBEncadreurMme TAFININE Z.MCAExaminateur

Année universitaire: 2022/2023

## Remerciements

Avant toute chose, nous remercions **ALLAH**, Le tout puissant, pour nous avoir orienté vers le droit chemin, pour nous avoir aidé tout au long de nos années d'étude, ainsi pour nous avoir donné la force, la volonté et la patience dans l'accomplissement de ce modeste travail.

Nous adressons nos plus sincères remerciements à notre promotrice  $M^{me}LEHOUCHE$  Rahima, qui nous a dirigées avec une grande rigueur scientifique, sa patience, ses conseils, sa grande disponibilité tout au long de la réalisation de ce mémoire surtout pour le temps qu'elle nous a consacré et sans elle ce mémoire n'aurait jamais vu le jour.

Nous remercions également**M**<sup>r</sup> **LAKHDARI M** pour nous avoir procuré l'échantillon d'huile

Nous exprimons nos profonds remerciements aux membres de jury qui vont juger notre recherche **Mr KATI D.E** qui nous fait l'honneur de présider le jury, ainsi **M**<sup>me</sup>**TAFININE Z** d'avoir accepté d'examiner notre mémoire.

Nous tenons à remercie M<sup>me</sup> IMADALOU N, la technicienne de laboratoire de physico-chimie des aliments du département des sciences alimentaires, faculté de SNV, Université de Bejaia

Nos plus vifs remerciements s'adressent aussi à tous les ingénieurs et personnels du laboratoire de raffinage de l'huile au niveau de l'unité spa **CEVITAL** 

Sans oublier tous les enseignants ayant contribué à notre formation durant le cycle d'étude.

Nous tenons à formuler notre gratitude et nos profondes reconnaissances à l'égard de nos parents pour leurs indéfectibles soutiens durant tout notre cursus.

#### **Dédicace**

Je tiens à remercier ALLAH qui a tracé le chemin de ma vie et qui m'a aidé à réaliser ce travail, que je dédie;

A mes chers parents, pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur soutien, leur aide et leurs prières tout au long de mes études ;

A mon seul petit frère adoré Imad Eddine;

A mon cher fiancé Yacine;

A ma petite tante préférée Meriem;

A toute ma famille;

A ma chère binôme Amal et sa mère ;

A toute mes amies (Sihem, Hizia, Farida, Cylia, Rahma, Melissa, Khaoula);

A la section CAE promo 2022/2023;

A tous ceux qui m'aime et que j'aime.

**ASMA** 

## dédicace

A l'aide d'ALLAH le tout puissant, qui m'a tracé le chemin de ma vie, j'ai pu réaliser ce travail, que je dédie ;

A ma mère, ta présence, ton soutien inconditionnel, tes sacrifices et ta force idéfedible ont été des piliers essentiels dans la réalisation de ce travail ;

A mon père, tu m'as inculqué les valeurs de travail acharné de persévérance et de discipline, qui ont été les fondements de ma Réussite ;

A mes sœurs Nawel et Manel, vous avez toujours cru en moi, même au lorsque j'ai douté de mes propres capacités, votre confiance en mes compétences et votre amour idéfedible m'ont poussé à aller au déla de mes limites ;

A mes chers frères, vous avez été mes compagnons de route, mes confidents et mes grands alliés ;

A ma chère binôme Asma et sa mère ;
A tous mes amis (Sandra, Lamia, Souad, Sarah, Zahia) ;

A toute la promotion CAE 2022/2023

Amal

#### Table de matières

Liste des abréviations Liste des figures Liste des tableaux Liste des annexes Synthèse bibliographique Chapitre I: L'huile d'olive I.3. Composition de l'huile d'olive......4 I.3.1.Fraction saponifiable.......4 I.3.2. Fraction insaponifiable......5 I.3.2.1. Composés phénoliques......5 I.3.2.2. Stérols......6 I.3.2.5. Composés aromatiques......8

I.4. Caractéristiques de l'huile d'olive8
I.4.1. Caractéristiques physico-chimiques
I.4.1.1. Acidité9
I.4.1.2. Indice de peroxyde9
I.4.1.3. Spectre en lumière ultra-violette9
I.4.2. Caractéristiques sensorielles
I.5. Bienfaits de l'huiled'olive
Chapitre II : Oxydation des lipides et conditionnement de l'huile d'olive
II.1. Oxydations des lipides
II.1.1. Auto-oxydation14
II.1.2. Photo-oxydation
II.1.2. Oxydation enzymatique16
II.2. Principaux facteurs influencent l'oxydation des lipides
II.2.1. pH16
II.2.2. Température
II.2.3. Métaux
II.2.4. Lumière
II.2.5. Activité de l'eau
II.2.6. Oxygène
II.2.7. Teneur en acides gras insaturé
II.3. Stockage et conditionnement de l'huile d'olive
II.4. Matériaux d'emballage adaptés à l'huile d'olive
II.4.1. Plastique
II.4.2. Verre
II.4.3. Bag- in -box
II.4.4. Fer blanc
II.4.7. Aluminium20

Partie expérimentale
Chapitre I : Matériel et méthodes
I.1. Matériel végétal
I.2. Préparation des échantillons
I.3. Les analyses effectuées sur l'huile
I.3.1. Acidité
I.3.2. Indice de peroxyde25
I.3.3. Absorbance spécifique dans l'ultraviolet26
I.3.4. Dosage des pigments
I.3.5. Dosage des polyphénols totaux28
I.3.6. Dosage des flavonoïdes
I.3.7. Dosage des ortho-diphénols
I.3.8. Indice d'amertume
I.2.9. Détermination du profil en acides gras par CPG
I.4.Etude statistique
Chapitre II : Résultats et discussion
II.1. Acidité
II.2.Indice de peroxyde
II.3. Absorbance spécifique dans l'ultra-violet
II.4. Teneuren pigments
II.4.1. Teneur en chlorophylles
II.4.2.Les caroténoïdes
II.5. Polyphénols totaux
II.6. Flavonoïdes
II.7. Ortho-diphénols

II.8.Indice d'amertume	.40
II.9.Détermination de la composition en acides gras par CPG	41
Conclusion	.44
Références bibliographiques	
Annexes	

#### Liste des abréviations

AGI: Acide gras insaturé

AGMI: Acide Gras Mono-Insaturé

AGPI: Acide gras polyinsaturé

AGS: Acide gras saturé

**ANOVA**: Analysis of variance

CEE: Communauté Economique Européenne

**COI**: Conseil Oléicole International

**CPG**: Chromatographie en phase gazeuse

**HDL**: High-density lipoprotein

HT<sub>0</sub>: Echantillon d'huile d'olive témoin

HTC<sub>30</sub>: Echantillon d'huile d'olive stockée en terre cuite pendant 30 jours

HTC<sub>60</sub>: Echantillon d'huile d'olive stockée en terre cuite pendant 60 jours

HV<sub>30</sub>: Echantillon d'huile d'olive stockée en verre fumé pendant 30 jours

HV<sub>60</sub>: Echantillon d'huile d'olive stockée en verre fumé pendant 60 jours

L'EVOO: Extra Virgin Olive Oil

**LDL**: Low-density lipoprotein

Méq: méquivalent

ppm: partie par millions

**Sens:** photosensibilisateurs

#### Liste des figures

N°	Titre	Page
01	Structures des principaux composés phénoliques de l'huile d'olive	6
02	Structure chimique del'α-tocophérol	7
03	Structure chimique du β- carotène et de la lutéine	8
04	Oxydation d'un acide gras insaturé	14
05	Photographies de la variété <i>Arbequina</i>	22
06	Photographie de l'échantillon de l'huile d'olive ( <i>Arbequina</i> )	22
07	Remplissage des flacons en verre fumée	23
08	Huile de rinçage	23
09	Remplissage des flacons en terre cuite	23
10	Fermeture des flacons par les bouchons en liège	24
11	Valeurs de l'acidité des différents échantillons	32
12	Valeurs de l'indice de peroxyde des différents échantillons	33
13	Valeurs des absorbances dans l'UV à 232 nm	34
14	Valeurs des absorbances dans l'UV à 270 nm	35
15	Teneur en chlorophylles des différents échantillons	36
16	Teneur en caroténoïdes des différents échantillons	37
17	Teneur en polyphénols totaux des différents échantillons	38
18	Teneurs en flavonoïdes des différents échantillons	39
19	Teneur en <i>ortho</i> -diphénols des différents échantillons	39
20	Indice d'amertume des différents échantillons	40

#### Figures en annexes

Figure 01 : Courbe d'étalonnage pour le dosage des composés phénoliques totaux.

Figure 02 : Courbe d'étalonnage pour le dosage des flavonoïdes.

Figure 03 : Courbe d'étalonnage pour le dosage des ortho-diphénols.

Figure  $\mathbf{04}$  : Chromatogramme des acides gras de l'huile d'olive  $(HT_0)$  de la variété

Arbequina .

#### Liste des tableaux

N°	Titre		
I	Principaux triglycérides de l'huile d'olive	4	
II	Composition moyenne en acides gras de l'huile d'olive analysée par chromatographie en phase gazeuse (% m/m d'esters méthyliques)	5	
II	Composition de l'huile d'olive en stérols	6	
IV	Critères de qualité de l'huile d'olive vierge, physico-chimique	10	
V	Caractéristiques sensorielles de l'huile d'olive	11	
VI	Rôles physiologiques et biologiques de certains composés chimiques de l'huile d'olive	12	
VII	Dénomination des échantillons d'huile d'olive	24	
VIII	Profile en acides gras des échantillons d'huile d'olive analysée (%)	41	
IX	Compositions en AGS et AGI des différents échantillons	42	

#### Liste des tableaux en annexes

Tableau I : Tableau récapitulatif des résultats obtenus pour les analyses effectuées.

# Introduction

#### Introduction

L'olivier fait partie des arbres bénis cités sept fois dans le coran, le prophète Mohamed, que la prière et la paix d'Allah soient sur lui, nous a recommandé de manger de son huile et de s'en oindre.

L'olivier «Olea europaea L.» est un arbre typiquement méditerranéen. En effet, il n'est pas étonnant que la plupart de la superficie mondiale dédiée à cette culture se trouve justement, dans le bassin méditerranéen. C'est ici que se concentrent 95% de la production et 85% de la consommation mondiale (Meftah et al., 2014). L'Algérie, pays du bassin méditerranéen a un climat propice à la culture de l'olivier, est classée au 8ème rang avec 1,7% de la production de l'huile d'olive mondiale (Marouane et al., 2014).

L'huile d'olive est l'une des huiles végétales les plus anciennes et la seule qui peut être consommée sous sa forme brute sans traitement préalable (Benabid, 2009). C'est un produit très contemporain dont la consommation se développe dans le monde où elle est appréciée pour ses propriétés nutritionnelles, son goût doux et son arôme en raison de sa teneur en composés volatils et non volatils essentiels (Peñalvo et al., 2016).

L'huile d'olive représente une source principale de lipide dans l'alimentation, elle est réputée pour sa composition équilibrée en acide gras surtout en AGMI et en antioxydants naturels tels que les polyphénols, les tocophérols et les pigments qui permettent la conservation des propriétés de l'huile d'olive. Un régime alimentaire à base de l'huile d'olive protège contre plusieurs maladies (Barsacq, 2014; Benlemlih et Ghanam, 2016).

La qualité de l'huile d'olive dépend de ses caractéristiques physico-chimiques, organoleptiques et de la teneur en composants naturels existants dans l'huile comme les polyphénols, les pigments, les acides gras et de nombreux composés bioactifs (les composés phénoliques et les tocophérols) (Bakhouche et al., 2015). Cette qualité est influencée par divers facteurs comme la variété, la nature du sol, les conditions climatiques, le processus d'extraction, les conditions et la durée de stockage (Ouedrhiri et al., 2017).

L'huile d'olive s'altère essentiellement par oxydation, qui est un phénomène complexe induit par l'oxygène en présence d'initiateurs tels que la chaleur, les radicaux libres, la lumière, les pigments photo sensibilisants et les ions métalliques. En général, le processus d'oxydation entraine une réduction de la qualité marchande de l'huile par le développement d'une flaveur de rance (Rahmani, 2007).

Le stockage de l'huile d'olive augmente le risque d'oxydation, ce qui exige des conditions particulières pour préserver sa qualité le plus longtemps possible. De même l'emballage peut influencer directement la qualité de l'huile d'olive en protégeant le produit à la fois de l'oxygène et de la lumière. Parmi les matériaux d'emballage le verre est le plus utilisé, le polytéréphtalate d'éthylène (PET) et le polychlorure de vinyle (PVC) (Cecchi et al., 2010; Dabbou et al., 2011).

Plusieurs études ont été effectuées sur l'influence des conditions de stockage et de matériau d'emballage sur les caractéristiques de l'huile d'olive (**Pristour** *et al.*, 2010; Kontominas, 2017; Lolis *et al.*, 2019).

Notre étude consiste à évaluer l'impact du stockage de l'huile d'olive extra vierge de la variété *Arbequina* sur les caractéristiques physico-chimiques l'huile d'olive conservée dans deux matériaux d'emballage ; le verre fumé et la terre cuite pendant 60 jours.

Pour développer cet aspect nous avons subdivisé notre travail en deux parties :

- La première partie est réservée à une synthèse bibliographique relative en premier lieu à l'étude de l'huile d'olive et de sa composition. En deuxième lieu, nous allons aborder le phénomène d'oxydation des lipides et les différents matériaux d'emballage de l'huile d'olive.
- La partie expérimentale traite l'ensemble des méthodes analytiques utilisées pour la détermination des indices de qualité et la composition des différents échantillons de l'huile, les résultats obtenus et leurs interprétations.

# Synthèse bibliographique

# Chapitre I: L'huile d'olive

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

#### I.1. Définition

Les huiles d'olive vierges sont les huiles obtenues du fruit de l'olivier (*Olea europaea*L.) uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions, thermiques notamment, qui n'entraînent pas d'altération de l'huile, et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration (**COI**, 2019).

#### I.2. Catégories de l'huile d'olive

#### I.2.1. Huile d'olive vierge extra :

C'est une huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,8 g/100 g et dont les autres caractéristiques sont conformes à celles indiquées pour cette catégorie (COI, 2019).

#### I.2.2. Huile d'olive vierge :

C'est une huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 2 g/100 g et dont les autres caractéristiques sont conformes à celles indiquées pour cette catégorie (COI, 2019).

#### I.2.3. Huile d'olive vierge courante :

C'est une huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 3,3 g/100 g et dont les autres caractéristiques sont conformes à celles indiquées pour cette catégorie (COI, 2019).

#### I.2.4. Huile d'olive raffinée:

C'est une huile d'olive obtenue à partir des huiles d'olive vierges par des techniques de raffinage qui n'entraînent pas de modifications de la structure glycéridique initiale. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,3 g/100 g et ses autres caractéristiques sont conformes à celles prescrites pour cette catégorie (COI, 2019).

#### I.2.5. Huile d'olive vierge lampante :

C'est une huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 3,3 g/ 100 g et dont autres caractéristiques sont conformes à celles fixées pour cette catégorie (COI, 2019).

#### I.3. Composition de l'huile d'olive

#### I.3.1. Fraction saponifiable

Elle représente environ 98% de l'huile. La plupart des caractéristiques chimiques, physiques et métaboliques de l'huile dépendent principalement de la composition de cette fraction (Ghalmi, 2012).

#### I.3.1.1. Triglycérides

Ce sont les constituants majoritaires de l'huile d'olive (environ 98%) (Olivier et al., 2004). Ils représentent des esters d'acide gras et de glycérol. Le triglycéride principal de l'huile d'olive est nommé la trioléine (OOO) (Ruiz et al., 1998). Les autres triglycérides essentiels retrouvés avec des proportions significatives dans l'huile d'olive sont cités dans le tableau I.

Tableau I: Principaux triglycérides de l'huile d'olive (Ryan et al., 1998).

Nom	Nature	% Triglycérides
La trioléine	000	40-60
La dioléopalmitine	POO	10-20
La dioléolinoléine	OOL	10-20
La palmitooléolinoleine	POL	5-7
La dioléostéarine	SOO	3-7

O : Acide oléique. L : Acide linoléique. P : Acide palmitique. S : Acide stéarique

#### I.3.1.2. 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 linolénique (polyinsaturé) (Alais et al., 2003). La composition en acide gras est très variable et dépend de la variété d'olives, de la région de production et de l'année de la récolte (Douadi et al., 1981). La composition moyenne en acide gras de l'huile d'olive est présentée dans le tableau II.

**Tableau II:** Composition moyenne en acides gras de l'huile d'olive analysée par chromatographie en phase gazeuse (% m/m d'esters méthyliques) (COI, 2018).

Acide gras	Symbole	Limite de variabilité (%)
Acide myristique	C14:0	≤ 0,03
Acide palmitique	C16:0	7,50 – 20,00
Acide palmitoléïque	C16:1	0,30 – 3,50
Acide heptadécanoïque	C17:0	≤ 0,40
Acide heptadécénoïque	C17:1	≤ 0,60
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 linolénique	C18:3	≤ 1,00
Acide arachidique	C20 :0	≤ 0,60
Acide gadoléique	C20 :1	≤ 0,50
Acide béhénique	C22 :0	≤ 0,20
Acide lignocérique	C24:0	≤ 0,20

#### **I.3.2.** Fraction insaponifiable

#### I.3.2.1. Composés phénoliques

L'huile d'olive est spécialement la seule huile contenant des quantités considérables de composés phénoliques naturels (Baccouri et al., 2006). La teneur de ces composés présente dans l'huiles d'olive dépend du stade de maturité des olives (Rovellini et Cortesi, 2003), des conditions climatiques et de la saison (Salvador et al., 2003), de l'état sanitaire des olives (Tamendjari et al., 2004), de la variété et du processus d'extraction de l'huile d'olive (Gimeno et al., 2002). Les composés phénoliques accordent à l'huile son goût amer et fruité à la fois (Sesvilli et al., 2003) et ils contribuent pour une grande part sa stabilité en augmentant sa résistance à l'auto-oxydation (Sifi et al., 2001). Les structures des principaux composés phénoliques de l'huile d'olive sont indiquées dans la figure 01.

Figure 01 : Structures des principaux composés phénoliques de l'huile d'olive (Servili et al., 2004).

#### I.3.2.2. Stérols

Ce sont des lipides nutritionnellement importants, associés à la qualité de l'huile ; ils représentent les constituants majeurs de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive (20%). Ils sont présents sous forme libre ou estérifiée avec les acides gras. Dans une huile d'olive vierge, les stérols les plus trouvés sont le β-Sitostérol, 5-Avenastérol et Campestérol (Giuffrè *et al.*, 2012). Le tableau suivant indique les pourcentages de la composition de l'huile d'olive en stérols.

Tableau III: Composition de l'huile d'olive en stérols (Uzzan, 1992).

Stérols	% des stérols totaux
β-Sitosérol	75-90
5-avénastérol	3-14
Campestérol	2-4
Sigma-stérol	1-2
Cholestérol	<0,3

#### I.3.2.3. Tocophérols

Ce sont des composés importants de l'huile d'olive en raison de leurs contributions à la stabilité oxydative et nutritionnelle de l'huile. Dans l'huile d'olive, les tocophérols se trouvent sous forme libres non estérifiés. Leur concentration oscille entre 5 et 300 ppm dont l' $\alpha$ -tocophérols (figure 02) représente environ 95% du total. Les autres tocophérols ( $\beta$ ,  $\gamma$ ,  $\delta$ ) ne sont présents qu'a l'état de trace (**Rayn** *et al.*, **1998**).

Figure 02 : Structure chimique de l'α-tocophérol (Špika et al., 2016).

#### I.3.2.4. Pigments

La couleur allant du vert-jaunâtre à l'or de l'huile d'olive est due essentiellement aux chlorophylles et caroténoïdes présents dans l'olive (**Psomiadou et Tsimidou, 2002**).

- ➤ Chlorophylle: Les pigments chlorophylliens sont dans l'huile d'olive à une teneur de 1 à 20 ppm (Ryan et al., 1998). Ils ont un pouvoir photo sensibilisateurs et peuvent être par conséquent à l'origine de l'oxydation des huiles (Rahmani., 1989).
- Caroténoïdes: Les carotènes sont des substances naturelles impliquées dans les mécanismes d'oxydation de l'huile, leur présence en quantités suffisantes dans ce produit retarde le phénomène de la photo oxydation et préserve les paramètres de sa qualité au cours du stockage (Lazzez et al., 2006). La teneur de l'huile d'olive vierge en carotènes est de 0,3-4 ppm (Perrin, 1992). Les principaux caroténoïdes présents dans l'huile d'olive sont la lutéine 3à 60%et le β-carotène 5 à 15% (figure 03) (Karleskind, 1992).

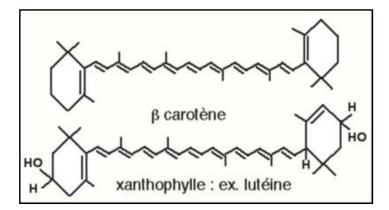


Figure 03 : Structure chimique du β-carotène et de la lutéine (Allain, 2016).

#### I.3.2.5. Composés aromatiques

Ce sont des molécules de faible poids moléculaire, possédant une volatilité à température ambiante. L'odeur de l'huile est due à la capacité de certaines de ces molécules volatiles à atteindre les récepteurs olfactifs du nez. Ces composés volatiles sont majoritairement des produits de l'oxydation des acides gras d'une manière générale; les enzymes endogènes présentes dans l'olive vont dégrader les acides gras par des voies de lipoxygénases et les produits de dégradation vont être associés aux perceptions positives des arômes de l'huile d'olives (**Drira** et al., 2021). Il existe plus de 120 composés volatils qui contribuent aux propriétés sensorielles positives ou négatives de l'huile d'olive et qui ont été identifiés. Les principaux composés volatiles de l'huile d'olive sont l'hexanal, le trans 2-hexenal et le 3-methylbutan-1-ol (**Angerosa** et al., 2004). Environ de 70 composés contribuent au parfum et au goût particulier de l'huile d'olive. Ils sont répartis enaldéhydes, alcools, esters, hydrocarbures, cétones et furanes (**Aparicio** et al., 2006).

#### I.4. Caractéristiques de l'huile d'olive

Selon la norme du Conseil Oléicole International, la qualité des huiles d'olive est un ensemble de caractéristiques physico-chimiques et organoleptiques permettant le classement des huiles en catégories différentes (**Boulfane** *et al.*, 2015).

#### I.4.1. Caractéristiques physico-chimiques

Les paramètres physico-chimiques les plus courants qui définissent la qualité des huiles d'olive sont l'acidité libre, l'indice de peroxyde et l'absorbance dans l'ultraviolet (à 232 et 270 nm) (Gracia Martin, 2022).

#### I.4.1.1. Acidité

L'acidité de l'huile d'olive s'apprécie par la quantité d'acides gras libres exprimée en grammes d'acide oléique pour 100 grammes d'huile d'olive. Elle apparaît comme une méthode simple et efficace d'évaluation qualitative et de classement des huiles d'olive par catégorie commerciale. Fraîchement extraite d'olives saines et suivant de bonnes méthodes de pressage, l'huile d'olive a une acidité très faible. Sinon, pendant le stockage, l'huile d'olive peut s'augmenter en acidité après l'hydrolyse des triglycérides pour libérer les acides gras. L'huile d'olive dont l'acidité est supérieure à 3,3% n'est pas comestible et doit être raffinée (Tanouti et al., 2012).

#### I.4.1.2. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est généralement exprimé en milliéquivalents d'oxygène par kilogramme d'huile. Cet indice permet d'apprécier l'état de conservation des graisses lors du stockage. Toutes les catégories d'huile d'olive ne doivent pas dépasser 20 méq O<sub>2</sub>/Kg. Il indique l'état de rancissement de l'huile d'olive, qui peut être lié à l'état de maturation avancé des olives, à l'exposition des olives et/ou de l'huile d'olive à l'oxydation lors des différentes étapes de pressurage et de stockage. L'indice de peroxyde est utilisé pour évaluer la quantité des peroxydes présents dans l'huile (Tanouti et al., 2012).

#### I.4.1.3. Spectre en lumière ultra-violette

L'absorbance dans l'UV peut fournir des déterminations sur la qualité d'une matière grasse, sur son état de conservation et sur les modifications dues aux processus technologiques (Tanouti et al., 2010).

L'oxydation d'une huile provoque une dégradation en chaîne des acides gras insaturés par l'oxygène de l'air sous l'effet de différents facteurs exogènes et endogènes initiateurs, accélérateurs ou retardateurs, conduisant à la formation de produits oxydés volatils ou non, citons les hydroperoxydes linoléiques qui absorbent la lumière vers 232 nm. Si l'oxydation se prolonge, il se forme des produits secondaires d'oxydation qui sont les composés carbonylés, en particulier des dicétones et des cétones insaturées qui absorbent la lumière au voisinage de 270 nm.

L'examen de la bande de 230 à 300 nm présente également un intérêt particulier pour déterminer le degré d'oxydation de l'huile. En pratique, l'absorbance spécifique dans le domaine UV est calculée pour une solution à 1% d'épaisseur 1cm à une longueur d'onde

de 232 nm et 270 nm (**Henry**, **2003**). Les critères physicochimiques de qualité de l'huile d'olive sont représentés dans le tableau IV.

Tableau IV : Les critères physicochimiques de qualité de l'huile d'olive vierge (COI, 2019).

	peroxyde (méq	Extinction spécifique dans l'UV		
	O <sub>2</sub> /kg)	270nm	Δk	232nm
≤ 0,8	≤20	≤0,22	≤0,01	≤ 2,5
≤ 2,0	≤20	≤0,25	≤0,01	≤2,6
≤3,3	≤20	≤0,30	≤0,01	_
>3,3	Non limité	_	_	_
<	≤ 2,0 ≤3,3	$O_2/kg$ ) $\le 0.8$ $\le 2.0$ $\le 2.0$ $\le 3.3$ $\le 20$	$O_2/kg)$ 270nm $\leq 0.8$ $\leq 20$ $\leq 0.22$ $\leq 2.0$ $\leq 0.25$ $\leq 3.3$ $\leq 20$ $\leq 0.30$	$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$

#### I.4.2. Caractéristiques sensorielles

Veillet (2010) déclare dans sa thèse de doctorat qu'une simple analyse physicochimique ne suffit pas pour déterminer la qualité de l'huile. En effet, les composés volatils qui se développent lors de la production d'huile puis lors du stockage ont le potentiel de modifier l'odeur et le goût de l'huile. Pour cela, le COI et la Communauté Economique Européenne (CEE) ont développé une analyse sensorielle détaillée et systématique.

Un jury d'expert évalue les caractéristiques organoleptiques d'une huile d'olive en fonction des attributs positifs et négatifs de l'huile (Harwood et Apacio, 2000). Ces caractéristiques organoleptiques à évaluer peuvent concerner l'aspect, l'arôme, la saveur... (Ouaouich et Chimi, 2007).

Selon la méthodologie du COI (2018) et Ben Tekaya et al. (2005), les membres de jury dégustent chaque huile et notent sur la fiche l'intensité à laquelle ils ont perçu chacun des attributs négatifs et positifs, puis le responsable du jury rassemble toutes les fiches qui ont été remplies par les dégustateurs et calcule les médianes des différents attributs. Le tableau ci-dessous représente les caractéristiques sensorielles de l'huile d'olive.

Tableau V : Caractéristiques sensorielles de l'huile d'olive (COI, 2018).

Attributs		Caractéristiques		
	Fruité	Sensations olfactives caractéristiques de l'huile, émanant de fruits sains et frais, verts ou mûrs, selon la variété d'olive.		
Positifs	Amer	Saveur élémentaire caractéristique de l'huile obtenue à partir d'olives vertes ou au stade de la véraison.		
	Piquant	Sensation tactile de picotement, caractéristiques des huiles produites au début de la compagne, essentiellement issu d'olives encore vertes.		
Chômé		Saveur caractéristique d'une huile obtenue à partir d'olives récoltées ou stockées dans des conditions où elles subissent une fermentation anaérobie.		
Négatifs	Moisi- Humide	Flaveur caractéristiques de l'huile obtenue d'olives attaquées par des moisissures suite à un stockage des fruits pendant plusieurs jours dans l'humidité.		
	Rance	Flaveur des huiles ayant subi un processus d'oxydation intense.		
	Flaveur caractéristiques de certaines huiles rappelant le vin ou le			
	Vinaigré	ré vinaigre.		

#### I.5. Bienfaits de l'huile d'olive

Le régime méditerranéen a été reconnu en 2010 par L'UNESCO comme patrimoine culturel immatériel de l'humanité, où l'EVOO est l'aliment le plus caractéristique (Josman, 2023). Il a été prouvé que la consommation de l'huile procure des avantages pour la santé en réduisant les risques des maladies cardio-vasculaires, les allergies et les cancers (Ebrahimi, 2022; Gupta, 2022; Ma, 2023). Ces effets positifs sont souvent attribués à ses composés phénoliques et sa teneur élevée en acides gras mono-insaturés (AGMI) (Jiménez-Sánchez, 2022; Riolo, 2022; Vrdoljak, 2022). Le tableau VI résume les rôles physiologiques et biologiques de certains composés chimiques de l'huile d'olive.

**Tableau VI :** Rôles physiologiques et biologiques de certains composés chimiques de l'huile d'olive.

Composés	Rôles	Auteurs
	- Réguler directement à la fois la synthèse et les	(Santa-María <i>et al.</i> ,
	activités des enzymes antioxydantes.	2023).
	- Protéger du dysfonctionnement des cellules $\beta$ , le	(Graille, 2003;
	déséquilibre hormonal, le diabète de type 2, et la	Rehman <i>et al.</i> , 2020).
Acide	dérégulation enzymatique.	
oléique	-Abaisser le cholestérol LDL et augmenter le	
	cholestérol HDL.	
	-Améliorer la cinétique d'incorporation des lipides	
	dans le plasma au cours de la digestion, et la	
	résistance à l'insuline (IR).	
	- Réduire la pression artérielle systolique et	(Covas, 2007).
	diastolique et l'agrégation plaquettaire.	
	- Abaisser les taux sérique de cholestérol LDL et	(Lukić <i>et al.</i> , 2021).
	réduire le risque des maladies cardio-vasculaires.	
	-Exercer une propriété protectrice contre l'ulcère	
Stérols	gastrique, l'artériosclérose, l'obésité, la formation	
	et la croissance des cellules tumorales et les	
	tumeurs du poumon, de l'estomac, des ovaires et	
	du foie.	
	- Agir comme des antioxydants, anti-	(Rodríguez-López et
	inflammatoires, antidépresseurs, antimutagènes,	al., 2020 ; Farhan et
	anticancéreux, anti-thermogéniques, et chimio	al., 2023).
	préventifs	
Polyphénols	-Améliorer le fonctionnement des endothéliales et	(Covas et al., 2015).
	la réduction de la dégradation oxydative des	
	lipides.	

•••
)21;
,
al.,
,
al.,
ıman,
•
dine.,
ng <i>et</i>

# Chapitre II:

Oxydation des lipides et conditionnement de l'huile d'olive

## Chapitre II : Oxydation des lipides et conditionnement de l'huile d'olive II.1. Oxydations des lipides

L'oxydation des lipides est un ensemble de réactions très complexes (Domínguez et al., 2019). L'oxydation à l'air et l'oxydation thermique sont les principales voies d'oxydation des lipides (Dąbrowska et al., 2015). À haute température, les lipides subiront une oxydation, une décomposition pour générer des produits de dégradation primaires (peroxydes, diènes conjugués) et des produits secondaires (aldéhydes, volatils et cétones...) entraînant une baisse de la qualité des aliments. La réaction d'oxydation à l'air des lipides est multiple et les mécanismes les plus fréquentes sont l'auto-oxydation, la photo-oxydation et l'oxydation enzymatique. Ces mécanismes d'oxydation impliquant la participation d'air ont un impact important sur la qualité des aliments contenant des lipides pendant le stockage et la transformation (Ghnimi et al., 2017; Markovic et al., 2020).

#### II.1.1. Auto-oxydation

L'auto-oxydation des lipides est un ensemble de réactions radicalaires en chaine autocatalytique. Par laquelle les acides gras insaturés (RH) et l'oxygène interagissent, ce qui induit la dégradation oxydative des lipides par la rupture des chaines carbonées avec le développement de produits pour la plupart volatils à structure carboxylée qui provoque l'altération des propriétés organoleptiques, c'est le rancissement (Escuder, 2007).

Le processus d'auto-oxydation moléculaires des lipides (figure 04) est généralement triphasé (initiation, propagation et terminaison) (Marc, 2004).

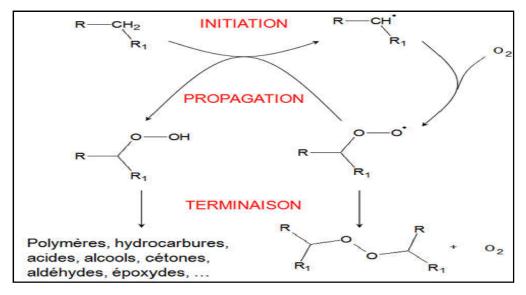


Figure 04: Oxydation d'un acide gras insaturé (Moll et Moll, 1998).

• Initiation : Cette étape est initiée par la chaleur, la lumière ou les ions métalliques et aboutit à la formation des espèces très réactives : ROO° et R°.

$$RH \longrightarrow R^{\circ} + H$$

 Propagation : Les espèces réactives formées s'attaquent aux molécules lipidiques d'où la formation des hydroperoxydes (ROOH) et la destruction de ces derniers donnent naissance à des composés responsables des goûts et odeur de rance.

$$R^{\circ}+ O_2 \longrightarrow ROO^{\circ}$$
  
 $ROO^{\circ}+ RH \longrightarrow ROOH + R^{\circ}$ 

• Terminaison : Apparition de nouvelles espèces moléculaires non radicalaires (Rolland, 2004).

$$R^{\circ}+R^{\circ}\longrightarrow R-R$$
 $ROO^{\circ}+ROO^{\circ}\longrightarrow ROOR+R_{2}$ 
 $R^{\circ}+ROO^{\circ}\longrightarrow ROOR$ 

#### II.1.2. Photo-oxydation

La photooxydation est une réaction initiée par la lumière en présence de photosensibilateurs. Les photosensibilateurs les plus répandus dans la nature sont les chlorophylles, les riboflavines, la myoglobine et les métaux lourds (**Ito** *et al.*, **2017**). Les photosensibilisateurs (Sens) absorbent l'énergie lumineuse et passent à l'état triplet excité (Sens<sup>3</sup>). Ils interviennent dans l'oxydation des lipides selon deux types de mécanismes :

• Les photosensibilisateurs de type I (les riboflavines) agissent comme des radicaux libres initiateurs. Dans leur état triplet, elles arrachent un atome d'hydrogène aux molécules lipidiques pour former un radical capable de réagir avec l'oxygène.

Sens<sup>3</sup> + RH 
$$\longrightarrow$$
 Sens H + R°

• Les photosensibilisateurs de type II (les chlorophylles et les érythorosynes) qui réagissent dans leur état excité (Sens<sup>3</sup>) avec l'oxygène triplet (<sup>3</sup>O<sub>2</sub>) auquel elles transfèrent leur énergie pour donner de l'oxygène singulet (<sup>1</sup>O<sub>2</sub>)

Sens<sup>3</sup> + 
$${}^{3}O_{2} \longrightarrow {}^{1}O_{2}$$
 + Sens

L'oxygène singulet qui est formée est très électrophile et peut réagir directement sur un acide gras insaturé (RH) formant ainsi un hydroperoxyde (ROOH) (Frankel, 1998).

$${}^{1}O_{2} + RH \longrightarrow ROOH$$

#### II.1.2. Oxydation enzymatique

L'oxydation enzymatique est une réaction déclenchée par les enzymes d'oxydation, il existe deux types d'enzymes impliquée dans l'oxydation des lipides ; la lipoxygénase (LOX) et l'hydroperoxygénase (Lampi *et al.*, 2020).

La lipoxygénase est une protéine polypeptidique dont la structure contient un atome de fer non hémique à spin élevé, souvent en état inactive (Fe<sup>2+</sup>) ou en état active (Fe<sup>3+</sup>). Elle agit spécifiquement sur les acides gras polyinsaturés (l'acide linoléique et l'acide linolénique) et forme des hydroperoxydes. La lipoxygénase n'a aucun effet d'oxydation sur les acides gras saturés (l'acide stéarique), les acides gras monoinsaturés (l'acide oléique) et les acides gras conjugués (Ito et al., 2015).

#### II.2. Principaux facteurs influencent l'oxydation des lipides

Plusieurs facteurs interviennent dans l'oxydation des lipides lors de la transformation et de la conservation des aliments. Ceux-ci incluent la température, les métaux, la lumière, le pH, l'activité de l'eau (a<sub>w</sub>) et la pression partielle d'oxygène (Coulibaly, 2011 ; Xie *et al.*, 2019).

#### II.2.1. pH

Le pH affecte le mécanisme d'oxydation des lipides, principalement en modifiant l'activité des catalyseurs et des inhibiteurs d'oxydation. Certaines des lipoxygénases (Catalyseurs d'oxydation) sont plus actives à pH acides et d'autres à pH alcalines, mais la plupart d'entre elles montrent leur activité maximale à la neutralité (pH 6,0 à 8,0). Pour les antioxydants, l'affaiblissement énergétique des fonctions hydroxyles avec l'augmentation du pH favorise le transfert d'un atome d'hydrogène vers les radicaux lipidiques (Jeantet et al., 2008).

#### II.2.2. Température

Une augmentation de température favorise l'oxydation des lipides. L'oxydation des lipides s'accélère d'une manière proportionnelle avec l'augmentation de la température, ainsi que les opérations de cuisson ont un effet pro-oxydant marqué. La chaleur favorise l'oxydation en cassant les liaisons O-O des hydroperoxydes lipidiques, cela conduit à la formation des radicaux alcoxydes et hydroxyles (Ghelichi et al., 2023).

#### II.2.3. Métaux

Les métaux peuvent être les initiateurs les plus importants de l'oxydation des lipides, car ils sont omniprésents et actifs dans nombreuses formes et des traces micromolaires sont suffisantes pour catalyser efficacement le phénomène d'oxydation. Seuls les métaux qui subissent un transfert d'électron peuvent être des catalyseurs actifs. Ceux-ci comprennent le cobalt, le fer, le cuivre, le manganèse et le magnésium (Schaich, 2005).

#### II.2.4. Lumière

La lumière stimule la photo-oxydation. Il est connu que les composés mineurs (tel que la chlorophylle dans l'huile d'olive) peuvent être stimulées électroniquement l'absorption de la lumière. Les molécules excitées peuvent transfèrer l'énergie excédentaire à la molécule d'oxygène et libérer de l'oxygène singulet qui réagit avec la double liaison oléfinique par un mécanisme coopératif. Il a été remarqué que l'oxygène singulet réagit environ 1 000 à 10 000 fois plus vite que l'oxygène ordinaire dans l'état fondamental (Velasco et al., 2002).

#### II.2.5. Activité de l'eau

L'activité de l'eau affecte les réactions d'oxydation des lipides. L'eau peut mobiliser des pro-oxydants ou des antioxydants. Une  $a_w$  de 0,2 à 0,3 correspond généralement au taux d'oxydation le plus faible. Ces valeurs correspondent à la formation d'une couche d'eau monomoléculaire autour du composant. Une  $a_w$  de 0,6 à 0,8 correspond au taux d'oxydation le plus élevé. Une très faible activité de l'eau accélère également l'oxydation. En revanche, lorsque l'activité de l'eau est inférieure à 0,7-0,8, l'oxydation enzymatique des lipides est considérablement ralentie (Alais et Linden, 1997).

#### II.2.6. Oxygène

La vitesse de l'oxydation en présence de l'oxygène singulet  $^{1}O_{2}$  est beaucoup plus rapide qu'en présence de l'oxygène triplet  $^{3}O_{2}$  car l'oxygène singulet peut directement réagir avec les acides gras insaturés sans formation d'un radical libre à base de carbone, alors que l'oxygène triplet réagit avec les radicaux d'acides gras. La teneur en oxygène dissous couramment trouvé dans les huiles peuvent produire des hydro-peroxydes à une valeur d'environ 10 méq/kg, et cette valeur est suffisante pour oxyder l'huile (Johnson *et al.*, 2015).

L'augmentation du rapport de la surface disponible à l'oxygène/volume d'huile augmente la concentration de l'oxygène à l'intérieur de la masse d'huile, ce qui entraîne une augmentation du taux d'oxydation (Kanavouras et al., 2005; Damerau et al., 2023).

#### II.2.7. Teneur en acides gras insaturés

La stabilité oxydative des huiles dépend notamment de la teneur et de la composition en acides gras insaturés (AGI). Par conséquent, les huiles les plus insaturées sont les moins stables à l'oxydation, surtout si le nombre de doubles liaisons dans les acides gras est élevé (Cuvelier et Maillard, 2012).

#### II.3. Stockage et conditionnement de l'huile d'olive

Le stockage et le conditionnement de l'huile d'olive sont les dernières étapes du processus de production et aussi important que les autres car au cours de ces étapes, l'huile d'olive est soumis à l'oxydation, à l'hydrolyse et à la polymérisation, ce qui entraine une altération de sa stabilité oxydative, une détérioration de ses composants, une diminution de sa valeur nutritionnelle et de ses bienfaits pour la santé (Piscopo et al., 2012; Zullo et al., 2020). Elle peut aussi subir des modifications organoleptiques, lors de stockage, caractérisées par une augmentation de l'acidité et le développement des réactions de rancissement (Benmlih, 2016).

Pour éviter les altérations de la qualité de l'huile d'olive et prolonger sa durée de conservation jusqu'à sa consommation, il convient donc de vérifier certaines factures pendant le stockage, tels que l'exposition à la lumière, la température, la présence d'oxygène et les matériaux d'emballage qui doivent être adaptés à l'huile d'olive (Jimenez *et al.*, 2020). Il est donc recommandé d'effectuer au moins un filtrage avant de conditionner l'huile d'olive, et de saturer l'espace de tête avec des gaz inertes lors de la mise en bouteilles, puis les stocker à l'abri de l'air, de la lumière, et de la fluctuation de la température (COI, 2018).

La température de stockage de l'huile doit être comprise entre 12 et 18 °C. Les triglycérides et les acides gras saturés cristallisent en hiver à des températures inférieures à 10°C ce qui forme un précipité. Les températures supérieures à 22-25°C sont également à éviter, car elles accélèrent les changements biochimiques et les phénomènes d'oxydation pouvant entraîner le rancissement de l'huile d'olive (Sacchi, 2007).

Plusieurs études suggèrent que les conditions de stockage non seulement empêchent les processus d'oxydation de se produire, mais peuvent même être utilisées pour les ralentir et

voir les bloquer mêmes au moment où des processus radicaux sont déjà installés (Sanmartin et al., 2018).

#### II.4. Matériaux d'emballage adaptés à l'huile d'olive

L'emballage protège le produit de l'oxygène et de la lumière qui peuvent affecter directement la qualité de l'huile d'olive (**Pristour** *et al.*, 2010; Kontominas, 2017). Les matériaux utilisés pour l'emballage de l'huile d'olive comprennent le verre, le plastique (PET), le fer blanc, l'aluminium, le carton plastifié (emballages de type tétra brik) et les sachets multicouches (emballages de type bag-in-box) (**Lolis** *et al.*, 2019; **Di Giacomo et** Ciano, 2022).

#### II.4.1. Plastique

Les matériaux d'emballage en plastique sont de plus en plus utilisés dans le monde entier comme matériaux d'emballage pour l'huile d'olive, remplaçant le verre et les matériaux métalliques. Par ailleurs, l'utilisation des emballages polymères est portée par les nouveaux développements des bioplastiques destinés à constituer dans le futur une alternative aux plastiques pétro sources (Kassouf *et al.*, 2014).

Parmi les plastiques, le PET à conquis la majeure partie du marché de vente au détail de l'huile d'olive en raison de ses nombreux avantages, notamment la clarté, la faible perméabilité à l'eau et à l'oxygène, ainsi que la dureté et la rigidité élevée (**Pristour** *et al.*, **2010**). Le PET est également plus résistant aux huiles et aux graisses que les autres matières plastiques, ce qui le rend idéal pour les emballages d'huile d'olive (**Piscopo et Poiana, 2012**).

#### II.4.2. Verre

Le verre est un produit minérale obtenu par fusion, et qui se solidifié sans cristalliser (Jeantet et al., 2006). Généralement, l'huile d'olive extra vierge est conditionnée dans des bouteilles en verre (Méndez et Falqué, 2007). Il présente de nombreuses qualités : imperméable aux gaz et aux vapeurs et une bonne inertie chimique (Farris et al., 2021).

Les matériaux en verre fournissent non seulement une bonne barrière contre les gaz et l'humidité, mais aussi une faible transmission de la lumière dans la gamme ultraviolette, le verre est un matériau adapté au contact alimentaire pour l'emballage des huiles et offre une protection pendant le stockage (Rukundo et al., 2020; Paulus et al., 2021).

Les récipients en verre opaque et foncé sont les meilleurs pour améliorer la protection contre la détérioration de l'huile par la lumière du soleil (Kishimoto, 2021). Il est

recommandé d'en choisir les très sombres car très peu de la lumière peut la traverser. Étant donné que le consommateur apprécie aussi le verre clair car il est transparent et laisse donc apparaître la couleur de l'huile, il est conseillé de fournir le flacon avec un étui en papier qui puisse protéger le produit de la lumière (Guil-Guerrero, 2009).

#### II.4.3. Bag- in -box

Pour permettre aux consommateurs la possibilité d'acheter des petites quantités d'huile d'olive et de découvrir les différents types de ce produit de haute qualité, les détaillants ont développé des stratégies de marketing innovantes telles que la méthode "bag-in-box" (Capelli, 2007).

L'emballage bag-in-box se compose d'un sac en plastique solide (avec des couches de film métallisé ou d'autres doublures) à l'intérieur d'une boîte en fibre ondulé (Wang, 2014).

Plusieurs études ont montré que l'utilisation d'emballages bag-in-box a des effets positifs pour la conservation de l'huile assurant, même après des prélèvements répétés d'huile, une durée de conservation potentielle de l'EVOO jusqu'à 24 mois. En effet, leurs indicateurs de qualité restent considérablement dans les limites de EVOO ", comme, par exemple, les valeurs de l'indice de peroxyde qui étaient bien inférieures à la limite légale en raison de leur effet protecteur contre la lumière et l'oxygène (Roselli et al., 2020 ; Lopez et al., 2021).

#### II.4.4. Fer blanc

Le fer blanc est utilisé depuis longtemps pour conditionner les huiles telle que l'huile d'olive (Gonçalves et al., 2020). Ils offrent l'avantage d'une protection totale contre la lumière, l'oxygène et la vapeur d'eau (Piochi et al., 2021). L'intérieur d'emballage en fer blanc est également recouvert de résines qui protègent la surface du métal contre la corrosion et la migration au contact du produit alimentaire (Jeantet et al., 2006; Silva et al., 2015).

#### II.4.5. Aluminium

L'aluminium offre une protection contre la lumière et l'oxygène, mais le coût élevé peut être un inconvénient. Il est préférable de recouvrir l'intérieur des emballages en aluminium d'un revêtement en émail de qualité alimentaire pour empêcher les ions d'aluminium toxiques de migrer dans l'huile et de diminuer la qualité de l'huile (Wang, 2014).

#### II.4.6. Carton plastifié

C'est un emballage multicouche de type tétra brik (Lolis et al., 2019). Il est très efficace pour protéger la qualité de l'huile d'olive en bloquant l'oxygène et la lumière. L'acceptation de l'emballage par les consommateurs est mitigée, bien que l'emballage soit utilisé par certaines marques à grand volume (Wang, 2014).

# Partie expérimentale

# Chapitre I : Matériel et méthodes

#### Chapitre I: Matériel et méthodes

#### I.1. Matériel végétal

Le matériel végétal utilisé dans le cadre de cette étude est une huile d'olive vierge de la variété espagnole *Arbequina* (figure 05). C'est une variété introduite et qui est implantée dans une ferme oléicole privée de Mr Lekhdari, située dans village d'Ain El Bir, commune de Boudjlil, wilaya de Bejaia. L'huile (figure 06) a été extraite par le procédé de centrifugation pendant la compagne oléicole 2022/2023.



Figure 05 : Photographies de la variété Arbequina.



Figure 06 : Photographie de l'échantillon de l'huile d'olive (*Arbequina*).

#### I.2. Préparation des échantillons

L'échantillon d'huile *Arbequina* a servi pour la préparation des différents échantillons qui seront stockées dans des flacons en verre fumé et dans des jarres en terre cuite pendant 60 jours à une température ambiante.

Cinq échantillons ont été préparés :

- > Un échantillon témoin ;
- ➤ Deux échantillons de l'huile d'olive mis dans des flacons en verre fumé, bien remplis (figure 07) ;



Figure 07: Remplissage des flacons en verre fumé.

➤ Deux échantillons de l'huile d'olive mis dans des petites jarres en terre cuite (fabriqués de façon artisanale) bien remplis. Une petite quantité d'huile a servi pour le rinçage des jarres avant remplissage. La fermeture des jarres a été effectuée avec des bouchons en liège (figure 08,09 et 10).



Figure 08 : Huile de rinçage.



Figure 09: Remplissage des jarres en terre cuite.



Figure 10 : Fermeture des jarres par les bouchons en liège.

Le prélèvement a été effectué rapidement pour réduire au maximum le contact de l'huile avec la lumière et l'air. Les échantillons ont été mis dans un carton en attendant d'être analysés. Des prélèvements d'échantillons pour analyse ont été réalisés après 1 mois et après 2 mois. La dénomination des différents échantillons d'huile d'olive est présentée dans le tableau VII :

Tableau VII: Dénomination des échantillons d'huile d'olive.

Echantillon	Signification
$HT_0$	Echantillon d'huile témoin
$HV_{30}$	Echantillon d'huile stocké en verre fumé pendant 30 jours
HTC <sub>30</sub>	Echantillon d'huile stocké en terre cuite pendant 30 jours
$HV_{60}$	Echantillon d'huile stocké en verre fumé pendant 60 jours
HTC <sub>60</sub>	Echantillon d'huile stocké en terre cuite pendant 60 jours

#### I.3. Analyses effectuées sur l'huile

#### I.3.1. Acidité

#### Principe

L'acidité d'un corps gras mesure le pourcentage d'acides gras libres qu'il contient. Elle est déterminée selon la méthode décrite dans **le règlement CEE/2568/91**. Le principe de la méthode consiste à titrer les acides gras libres présents avec une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium sans hydrolyser les liaisons esters des glycérides, selon la réaction ci-après :

$$R-COOH + KOH \longrightarrow R-COOK + H2O$$

Acide gras Hydroxyde de potassium

Savon Eau

#### **Protocole expérimental**

Dissoudre 5 g de l'échantillon de test d'huile dans 20 ml du mélange d'oxyde diéthéthanol à 95% (V/V). Après avoir ajouté l'indicateur coloré (la phénolphtaléine), le mélange est titré en agitant à l'aide d'une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium (KOH) à 0,1 N jusqu'à coloration rose persistant une dizaine de secondes. Un essai témoin a été réalisé dans les mêmes conditions. L'acidité est exprimée en pourcentage d'acide oléique selon la formule ci après :

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

A: Acidité libre en % d'acide oléique.

V : Volume en millilitre de KOH nécessaire à la neutralisation de l'échantillon.

 $V_0$ : Volume en millilitre de KOH nécessaire à la neutralisation du blanc.

N : Normalité de la solution de KOH (0,1N).

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

**M** : Masse en gramme de la prise d'essai.

#### I.3.2. 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 milliéquivalent d'oxygène actif dans un 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 est dissous 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 était alors boucher immédiatement et agiter vigoureusement pendant 1 minute, puis laisser dans l'obscurité pendant cinq minutes à température ambiante. Après avoir ajouté 75 ml d'eau distillée et quelques gouttes d'empois d'amidon au mélange. L'iode libéré a été titré par une solution de thiosulfate de sodium (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3)</sub> à 0,01 N. Un essai témoin a été réalisé dans les mêmes conditions. L'indice de peroxyde (IP) est calculé comme suit :

$$IP = N (V - V_0) *1000 / m (méq)d'O_2/Kg)$$

**IP**: Indice de peroxyde (méq d'O<sub>2</sub>/Kg).

V : Volume en millilitre de thiosulfate de sodium nécessaire pour titrer l'échantillon.

 $V_0$ : Volume en millilitre de thiosulfate de sodium nécessaire pour titrer le blanc.

N: Normalité de la solution de thiosulfate de sodium 0,01N.

**M**: Masse en gramme de la prise d'essai.

#### I.3.3. Absorbance spécifique dans l'ultraviolet

#### Principe

Cette méthode 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 hydro-peroxydes et des produits secondaires d'oxydation, respectivement (Alais *et al.*, 1999).

#### **Protocole expérimental**

Les coefficients d'extinction spécifiques sont déterminés selon la méthode officielle décrite par COI (1996). Après filtration de l'échantillon d'huile avec du sulfate de sodium anhydre, une solution d'huile à 1% dans du cyclohexane a été préparée. Les mesures ont été prises dans des cuves en quartz de parcours optique de 1 cm aux longueurs d'onde 232 et 270 nm. L'extinction spécifique est calculée comme suit :

 $E=A\lambda/C*1$ 

**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 ml.

I : Epaisseur de la cuve en centimètre (1cm).

#### I.3.4. Dosage des pigments

#### **Principe**

Les caroténoïdes et les chlorophylles ont été dosés selon la méthode décrite par **Minguez-Mosquera** *et al.* (1991). Les valeurs des coefficients d'extinction spécifique appliquée sont  $E_0 = 613$  pour la phéophytine, une composante majeure des pigments chlorophylliens et  $E_0 = 2000$  pour la lutéine, un élément majeur des caroténoïdes.

#### Protocole expérimental

7g d'huile d'olive ont été pesé dans des fioles de 25 ml puis le volume est ajusté au trait de jauge avec le cyclohexane. Les teneurs des caroténoïdes et chlorophylles ont été déterminées respectivement, par la mesure de l'absorbance à 470 et 670 nm.

#### > Dosages des chlorophylles :

Les teneurs en chlorophylles sont déterminées par la formule suivante :

Chlorophylles 
$$(mg/Kg) = (A670 * 106) / (613 * 100 * 1)$$

**A670**: l'absorbance de l'échantillon à 670 nm.

613 : Coefficient spécifique de la phéophytine comme standard.

I : épaisseur de la cuve (1cm).

#### > Dosage des caroténoïdes :

Les teneurs en caroténoïdes sont données par la formule suivante :

Caroténoïdes 
$$(mg/Kg) = (A470 * 106) / (2000 * 100 * l)$$

**A470**: l'absorbance de l'échantillon à 470 nm.

**2000** : Coefficient spécifique de la lutéine comme standard.

I : épaisseur de la cuve (1cm).

#### I.3.5. Dosage des polyphénols totaux

#### Principe

Les polyphénols totaux sont déterminés par leur capacité à réduire les acides phosphotungstique et phosphomolybdique, présents dans le réactif de Folin-Ciocalteu dans l'oxyde de tungstène et molybdène (W<sub>8</sub>O<sub>23</sub> et Mo<sub>8</sub>O<sub>23</sub>). Ces derniers présentent une coloration bleutée mesurée à 760 nm proportionnelle à la quantité des polyphénols présents dans les échantillons (Singleton *et al.*, 1999).

#### **Protocole expérimental**

#### > Extraction

Les polyphénols sont extraits selon le protocole de **Favati** *et al.* (1994). 1g d'huile filtrée a été dissout dans 10 ml d'hexane. La solution a été injectée dans la colonne octadecyl C18, puis lavée avec 2×5 ml d'hexane. La fraction polaire a été éluée avec 2×4 ml de solution de méthanol.

#### > Dosage

La teneur en polyphénols totaux a été déterminée selon la méthode de **Favati** *et al.* (1994), qui consiste à ajouter 5 ml d'eau distillée à 2 ml d'extrait méthanolique, puis ajouter 0,5 ml de réactif Folin-Ciocalteu. Après 3 min d'incubation à température ambiante, le mélange est additionné de 4 ml de carbonate de sodium à 10 % (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>). Le mélange atteint le volume final de 20 ml avec l'eau distillée. Après 90 min d'incubation à l'obscurité, la préparation est filtrée puis analysée à 760 nm contre un blanc dont l'extrait 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 d'équivalents d'acide gallique par Kg d'huile d'olive (Annexe I).

#### I.3.6. Dosage des flavonoïdes

#### **Principe**

Le dosage des flavonoïdes est basé sur les propriétés chélatrices des flavonoïdes essentiellement les flavones et les flavols qui possèdent la fonction 4-céto-5-hydroxyle qui interagit avec les ions Al<sup>+3</sup>, ces derniers forment un complexe jaune très stable avec les groupements hydroxydes (OH) des phénols et qui sont quantifiés à une longueur d'onde de 430 nm (Apak *et al.*, 2007).

#### **Protocole expérimental**

Le contenu en flavonoïdes des extraits est estimé par la méthode au trichlorure d'aluminium (AlCl<sub>3</sub>) décrite par **Branz** (2012). Un volume de 2 ml de l'extrait est mélangé à 1ml de la solution de trichlorure d'aluminium AlCl<sub>3</sub> à 2%. Après incubation à l'obscurité pendant 15 min et à température ambiante, l'absorbance est mesurée à 430 nm.

La concentration des flavonoïdes dans les extraits a été calculée à partir de la courbe d'étalonnage établie avec la quercétine. Les résultats sont exprimés en mg équivalent de quercétine dans un Kg d'huile (mg E.Q/Kg) (Annexe I).

#### I.3.6. Dosage des *ortho*-diphénols

#### Principe

Les *ortho*-diphénols réagissent avec le molybdate pour former un complexe jaune. La concentration en *ortho*-diphénols des extraits méthanoliques a été déterminée selon la méthode décrite par **Bendini** *et al.* (2003) par dosage spectrophotométrique à 370 nm.

#### **Protocole expérimental**

0,5 ml de l'extrait méthanolique a été ajoute à 5 ml du mélange méthanol /eau (V/V). Après agitation vigoureuse, 4ml de molybdate d'ammonium tetrahydraté à 5% dans l'éthanol/eau ont été ajoutés (le molybdate de sodium a été remplacé par molybdate d'ammonium tetrahydraté). Après 15 min d'incubation a l'obscurité, la préparation est filtrée. L'absorbance est mesurée à 370 nm contre un blanc dont l'extrait a été remplacé par le même volume du méthanol.

La concentration en *ortho*-diphénols est calculée grâce à une courbe d'étalonnage réalisée avec une gamme étalon avec de l'acide caféique et les résultats sont exprimés en mg d'équivalents d'acide caféique par Kg d'huile d'olive (Annexe I).

#### I.3.8. Indice d'amertume

L'indice d'amertume ( $K_{225}$ ) a été déterminé par spectrophotométrie à 225 nm selon la méthode décrite par **Morello** *et al.* (2004). 1g d'huile a été solubilisé dans 4 ml d'hexane. La solution a été introduite dans une colonne d'octadecyle C18 préalablement activée (6 ml de méthanol et 10 ml d'hexane), celle-ci est lavée avec 10 ml d'hexane afin d'éliminer tout résidu apolaire. L'élution des composés amers a été réalisée par 25 ml d'un

mélange méthanol-eau (1/1 : V/V). L'absorbance est mesurée à 225 nm. Les résultats sont exprimés en termes d'absorbance.

#### I.2.9. Détermination du profil en acides gras par CPG

#### **Principe**

Les acides gras sont analysés après transformation en esters méthyliques obtenus par trans estérification 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

#### > Préparation des esters méthyliques

Une aliquote de 0,5g d'huile est dissoute dans 5ml d'hexane pour chromatographie, à laquelle sont ajoutés 0,5ml d'une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium (2N).

Le mélange est homogénéisé pendant 30 secondes, puis centrifugé à 3000 tours/min pendant 5 minutes. On prélève 2 gouttes du surnageant, et on les mélange avec 1 ml d'hexane (CE, 2002).

#### > Analyse des esters méthyliques par CPG

1μl des esters méthyliques est injecté dans un chromatographe en phase gazeuse de type Chrompack C 9002, dont les paramètres de et les conditions opératoires de la méthode d'analyse sont résumés comme suit :

- Injecteur : SPLIT 1/100;
- Colonne capillaire DB 23 : (longueur : 60 m, diamètre intérieur : 0,25 mm et épaisseur : 0,25μm) ;
- Gaz vecteur : hydrogène ;
- Détecteur : FID ;
- Températures : (injecteur : 270°C, détecteur : 250°C)
- Volume injecté : 1µl
- Programme (gradient de température) :

$$130^{\circ}C \xrightarrow{6,5^{\circ}C/\min} 170^{\circ}C \xrightarrow{2,75^{\circ}C/\min} 215^{\circ}C \xrightarrow{40^{\circ}C/\min} 230^{\circ}C$$

$$1\min \qquad 12 \min \qquad 3 \min$$

Les acides gras sont identifiés en fonction de leur temps de rétention au niveau de la colonne par comparaison à des acides gras étalons et le taux de chaque acide gras (%) est déterminé par le calcul des aires des pics correspondants.

#### I.4. Etude statistique

Pour pouvoir traiter les résultats obtenus, une étude statistique a été réalisée en appliquant une analyse de la variance (ANOVA), suivie du test LSD en utilisant le logiciel STATISTICA 7.1. Le degré de signification des résultats est pris à la probabilité (p<0,05). A l'exception de l'analyse par CPG, toutes les autres analyses sont réalisées en trois essais.

### Chapitre II:

Résultats et discussion

#### Chapitre II: Résultats et discussion

#### II.1. Acidité

L'acidité permet de contrôler le niveau d'hydrolyse enzymatique ou chimique des triglycérides (**Abaza** *et al.*, **2002**). C'est un critère principal de la qualité physico-chimique et de norme commerciale de l'huile d'olive. Les résultats d'analyse d'acidité des cinq échantillons sont présentés dans la figure 11.

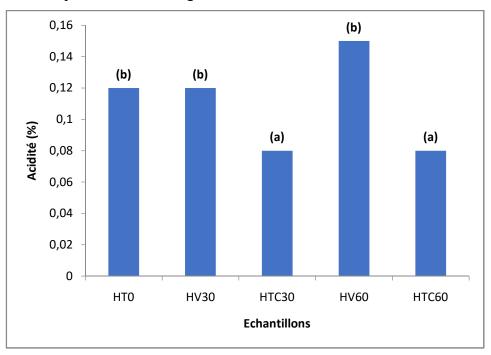


Figure 11 : Valeurs de l'acidité des différents échantillons

Les valeurs obtenues montrent que l'acidité des différents échantillons est largement inférieurs à la limite de la catégorie extra vierge ( $\leq 0.8\%$ ) qui est établie par le **COI (2019).** Les valeurs oscillent entre 0.08% (HTC<sub>30</sub> et HTC<sub>60</sub>) et 0.15% (HV<sub>60</sub>).

Les huiles stockées dans la terre cuite présentent une diminution significative (p<0,05) de l'acidité par rapport aux autres échantillons.

Le stockage de l'huile d'olive dans le verre fumé n'a pas engendré de changement significatif (p<0,05) par rapport à l'échantillon témoin. Par contre, dans l'emballage en terre cuite, nous avons notés une diminution significative (p<0,05) de l'acidité par rapport au témoin.

<sup>\*</sup> Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative (p<0,05).

<sup>\*</sup> On note que le a<b

#### II.2. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est utilisé comme un indicateur de l'état oxydation (**Barone** *et al.*, 1994). D'après la norme de **COI** (2019), l'indice de peroxyde ne doit pas dépasser 20 méq d'O<sub>2</sub>/kg pour l'huile d'olive extra vierge. Les résultats obtenus sont présentés dans la figure 12.

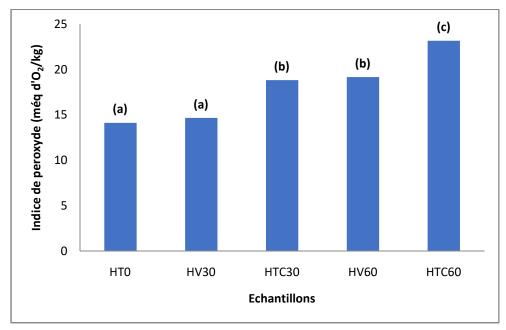


Figure 12 : Valeurs de l'indice de peroxyde des différents échantillons

Les valeurs de l'indice de peroxyde de l'ensemble des échantillons oscillent entre 13 méq d'O<sub>2</sub>/kg (HT<sub>0</sub>) et 23,16 méq d'O<sub>2</sub>/kg (HTC<sub>60</sub>). L'échantillon HTC<sub>60</sub> présente une différence significative (p<0,05) par rapport à l'ensemble des échantillons. A l'exception de ce dernier, tous les autres échantillons sont conformes à la norme.

On observe une stabilité de l'indice de peroxyde au bout de 30 jours de stockage en verre fumé, suivi d'une augmentation significative (p<0,05) au bout de 60 jours de stockage.

Au bout de 30 jours de stockage de l'huile d'olive en terre cuite, une élévation significative (p<0,05) a été observée par rapport à l'échantillon témoin (HT<sub>0</sub>) pour atteindre une valeur de 23,16 méq d'O<sub>2</sub>/kg au bout de 60 jours. Cette valeur est supérieure à la norme fixée par **le COI (2019)** pour l'EVOO. Ce résultat suggère que l'emballage en terre cuite favorise l'oxydation primaire probablement en raison de sa perméabilité à l'oxygène de l'air via l'emballage et/ou et le bouchon en liège.

<sup>\*</sup> Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative (p< 0,05).

<sup>\*</sup>On note que le a<b<c.

#### II.3. Absorbance spécifique dans l'ultra-violet

La détermination de l'absorbance à 232 nm et 270 nm nous renseigne sur la phase d'oxydation primaire et secondaire respectivement (Gertz et klostermann, 2000).

Les résultats obtenus (figure 13) montrent que les différents échantillons d'huile sont conformes à la norme relative à l'absorbance à 232 nm établie par le **COI (2019)** pour l'huile d'olive extra vierge (<2,5), avec une valeur minimale de 1,56 (HT<sub>0</sub>) et une valeur maximale de 1,92 (HTC<sub>30</sub>). Des différences significative (p<0,05) ont été observées entre les échantillons (HT<sub>0</sub>), (HV<sub>30</sub>) et (HT<sub>60</sub>), et aucune différence significative (p<0,05) n'est observée entre (HTC<sub>30</sub>) et (HV<sub>60</sub>).

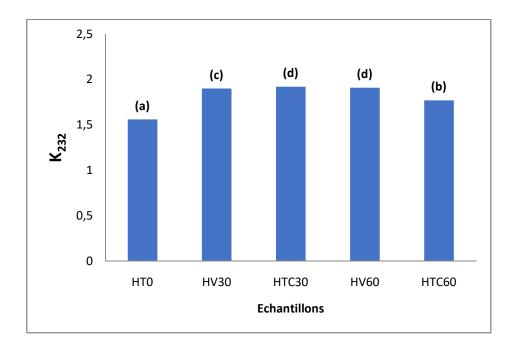


Figure 13: Valeurs des absorbances dans l'UV à 232 nm

Pour l'extinction spécifique à 270 nm, les résultats obtenus (figure 14) montrent que les différents échantillons sont conformes à la norme relative à l'absorbance à 270 nm établie par le **COI (2019)** pour l'huile d'olive extra vierge (< 0,22), avec une valeur minimale de 0,12 (HT<sub>0</sub>) et une valeur maximale de 0,17 (HTC<sub>30</sub> et HTC<sub>60</sub>). Une différence significative (p<0,05) est enregistrée entre les échantillons, sauf entre HV<sub>30</sub> et HTC<sub>60</sub> et entre HTC<sub>30</sub> et HV<sub>60</sub>.

<sup>\*</sup> Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative (p<0,05)

<sup>\*</sup>On note que le a < b < c < d.

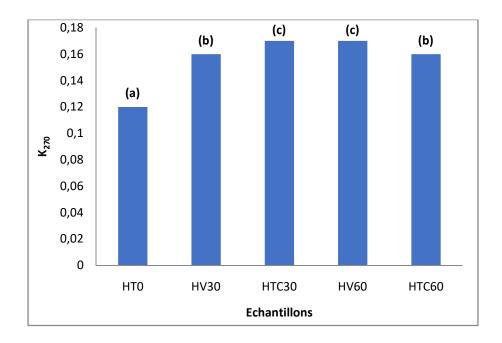


Figure 14: Valeurs des absorbances dans l'UV à 270 nm

Pour l'huile d'olive stockée dans le verre fumée, il y a élévation significative (p<0,05) et progressive de  $K_{232}$  et  $K_{270}$  au cours du temps de stockage. Par contre, pour les échantillons en terre cuite, nous avons observé une augmentation significative (p<0,05) pour les  $K_{232}$  et  $K_{270}$  au bout de 30 jours, suivi d'une diminution significative (p<0,05) au bout de 60 jours.

#### II.4. Teneur en pigments

#### II.4.1. Chlorophylles

Les chlorophylles sont des pigments verts de l'huile d'olive. Elles possèdent un effet important dans l'activité oxydante du produit, en raison de leur nature anti-oxydante dans l'obscurité et pro-oxydante dans la lumière. Même une faible teneur en chlorophylles permet d'abaisser les risques d'oxydation des différentes huiles (Criado *et al.*, 2008). Les résultats des quantités des chlorophylles des échantillons sont illustrés dans la figure 15.

<sup>\*</sup> Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative (p<0,05)

<sup>\*</sup>On note que le a<b<c.

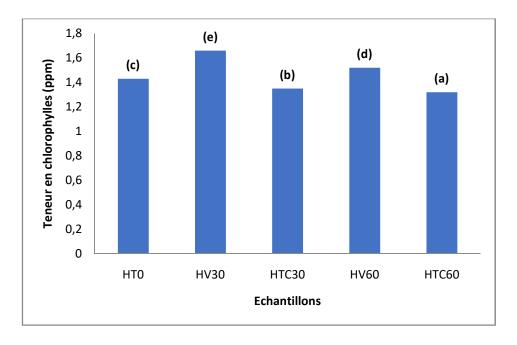


Figure 15 : Teneur en chlorophylles des différents échantillons

Les résultats de l'analyse montrent qu'il y a une différence significative (p<0,05) entre l'ensemble des échantillons. Les teneurs en chlorophylles enregistrées varient entre 1,32 ppm (HTC<sub>60</sub>) et 1,66 ppm (HV<sub>30</sub>).

On note une augmentation significative (p<0,05) de la teneur en chlorophylle au bout de 30 jours de stockage dans le verre fumée par rapport au témoin. Au bout de 60 jours de stockage, la teneur a diminué significativement (p<0,05) par rapport à 30 jours, mais elle est restée toujours supérieure à l'échantillon témoin. Le stockage de l'huile dans la terre cuite a engendré une diminution significative (p<0,05) des teneurs en chlorophylles au cours du temps de stockage. Ce phénomène pourrait être expliqué par la fixation des pigments chlorophylliens par la terre cuite.

#### II.4.2. Caroténoïdes

Les résultats des quantités en caroténoïdes des différents échantillons sont illustrés dans la figure 16 :

<sup>\*</sup>Les valeurs portant les mêmes lettres ne montrent aucune différence significative (p<0,05)

<sup>\*</sup>On note que le a<b<c<d<e.

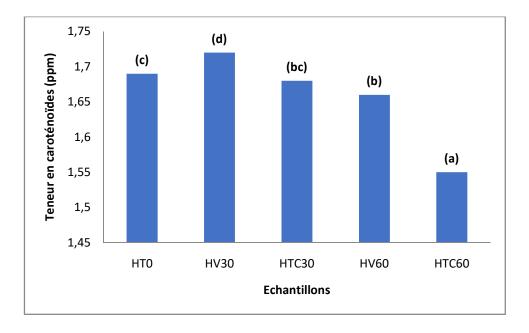


Figure 16 : Teneur en caroténoïdes des différents échantillons

Les teneurs obtenues oscillent entre 1,55 ppm (HTC<sub>60</sub>) et 1,72 ppm (HV<sub>30</sub>). Des différences significative (p<0,05) sont relevées entre HT<sub>0</sub>, HV<sub>30</sub>, HV<sub>60</sub> et HTC<sub>60</sub>.

Une élévation significative (p<0,05) de la teneur en caroténoïdes est notée après 30 jours de stockage dans le verre, par contre cette teneur a diminué significativement (p<0,05) au bout de 60 jours.

Apres 30 jours de stockage, nous avons remarqué une stabilité de la teneur en caroténoïdes dans la terre cuite par rapport à l'échantillon témoin. Au bout de 60 jours, cette teneur a diminué d'une manière significative (p<0,05).

Cette diminution pourrait être expliquée d'une part par l'implication de ces composés en tant qu'antioxydant, d'autre part par leur fixation par le matériau de terre cuite.

#### II.5. Polyphénols totaux

Les polyphénols sont naturellement présents dans les huiles d'olive et sont les composés principaux responsables de la stabilité de ces huiles au cours du stockage et du traitement thermique par la chaleur (Dimitros, 2006).

Les teneurs en polyphénols totaux des différents extraits méthanoliques exprimés en mg d'équivalent d'acide gallique/Kg sont présentées dans la figure 17.

.

<sup>\*</sup>Les valeurs portant les mêmes lettres ne montrent aucune différence significative (p<0,05).

<sup>\*</sup>On note que le a<b<c<d.

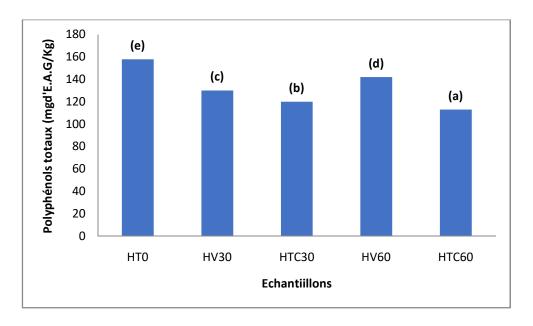


Figure 17 : Teneur en polyphénols totaux des différents échantillons

Les teneurs en polyphénols totaux varient entre 113ppm (HTC<sub>60</sub>) et 157,83 ppm (HT<sub>0</sub>). Une différence significative (p<0,05) a été observée entre les différents échantillons.

On observe une diminution significative (p<0,05) de la teneur en polyphénols totaux au bout de 30 jours de stockage en verre fumée (HV<sub>30</sub>), suivi d'une augmentation significative (p<0,05) après 60 jours de stockage.

Au bout de 30 jours et 60 jours de stockage de l'huile d'olive en terre cuite, une diminution significative (p<0,05) et progressive de la teneur en polyphénols totaux a été notée.

L'augmentation de la teneur en polyphénols totaux entre 30 et 60 jours de stockage de l'huile d'olive en verre fumée pourrait être due à la libération de certains composés phénoliques simple à partir des composés phénoliques complexe à la température ambiante.

#### II.6. Flavonoïdes

Les teneurs en flavonoïdes des différents extraits méthanoliques) sont illustrées dans la figure 18.

<sup>\*</sup>Les valeurs portant les mêmes lettres ne montrent aucune différence significative (p<0,05).

<sup>\*</sup>On note que le a<b<c<d<e.

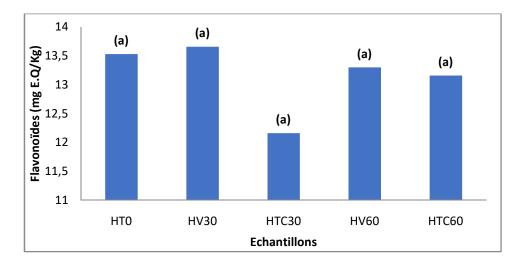


Figure 18 : Teneur en flavonoïdes des différents échantillons

D'après l'analyse statistique, on note l'absence de différence significative (p<0,05) entre l'ensemble des échantillons. Les teneurs en flavono $\ddot{\text{o}}$ des oscillent entre 12,16mg E.Q/Kg (HTC<sub>30</sub>) et 13,66 mg. E.Q/Kg (HV<sub>30</sub>).

Les résultats obtenus indiquent que la teneur en flavonoïdes n'est pas influencée par le matériau d'emballage et la durée de 60 jours de stockage.

#### II.7. Ortho-diphénols

Les teneurs en *ortho*-diphenols des différents extraits méthanoliques sont illustrés dans la figure 19.

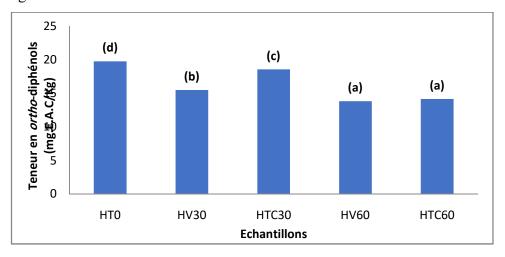


Figure 19 : Teneur en ortho-diphénols des différents échantillons

<sup>\*</sup>Les valeurs portant les mêmes lettres ne montrent aucune différence significative (p<0,05).

<sup>\*</sup>Les valeurs portant les mêmes lettres ne montrent aucune différence significative (p<0,05).

<sup>\*</sup>On note que le a<b<c<d.

Une différence significative (p<0,05) est observée entre les différents échantillons, sauf entre  $HV_{60}$  et  $HTC_{60}$ . Les teneurs en *ortho*-diphénols varient entre 13,84 ( $HV_{60}$ ) et 19,78 ( $HT_0$ ).

On note une diminution significative (p<0,05) et progressive au cours du temps de stockage dans le verre fumée et la terre cuite. En effet, les plus petites valeurs sont enregistrées au bout de 60 jours de stockage HV<sub>60</sub> (13,84) et HTC<sub>60</sub> (14,16). Cette diminution pourrait être due à l'implication des composés *ortho*-diphénols dans une activité antioxydante. Notons que ces composés ont une forte activité antioxydante.

#### II.8. Indice d'amertume

Les résultats d'indice d'amertume de nos échantillons sont illustrés dans la figure 20.

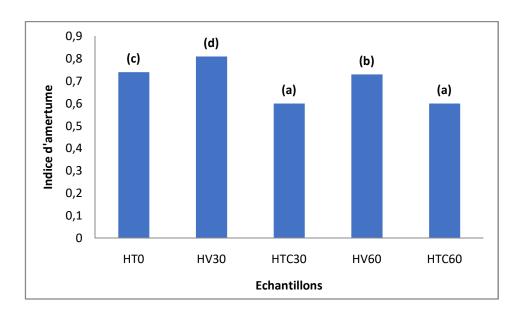


Figure 20 : Indice d'amertume des différents échantillons.

Les indices d'amertume de l'1'ensemble des échantillons d'huile varient entre 0,60 (HTC<sub>30</sub>) et (HTC<sub>60</sub>) et 0,81 (HV<sub>30</sub>).

D'après l'analyse statistique, on observe une différence significative (p<0,05) entre les différents échantillons sauf entre  $HTC_{30}$  et  $HTC_{60}$ .

On observe une augmentation significative (p<0,05) de l'indice d'amertume au bout de 30 jours de stockage en verre fumée suivi d'une diminution significative (p<0,05) au bout de 60 jours de stockage.

<sup>\*</sup>Les valeurs portant les mêmes lettres ne montrent aucune différence significative (p<0,05).

<sup>\*</sup>On note que le a<b<c<d.

Pour les échantillons d'huile en terre cuite, nous avons noté une diminution de cet indice au bout de 30 jours, suivi d'une stabilité de ce paramètre au bout de 60 jours de stockage.

La diminution significative (p<0,05) de l'indice d'amertume pourrait être expliquer par la diminution du taux en composé phénoliques pour l'huile d'olive stockée en terre cuite.

#### II.9. Détermination de la composition en acides gras par CPG

L'analyse des chromatogrammes (annexe III) a révélé l'existence de sept acides gras dans l'huile d'olive échantillonnée, les résultats sont illustrés dans le tableau VIII.

**Tableau VIII**: Profile en acides gras des échantillons d'huile d'olive analysée (%)

Acide gras	Dénomination	HT <sub>0</sub> (%)	HV <sub>60</sub> (%)	HTC <sub>60</sub> (%)	Norme de COI (2019)
C16:0	Acide palmitique	16,41	16,44	16,41	7,50 – 20,00
C16 :1	Acide palmitoléique	1,88	1,88	1,88	0,30 – 3,50
C18 :0	Acide stéarique	1,99	1,98	1,99	0,50 – 5,00
C18 :1	Acide oléique	64,29	64,33	64,26	55,00 - 83,0
C18 :2	Acide linoléique	14,41	14,35	14,43	2,50 – 21,00
C20 :0	Acide arachidique	0,36	0,36	0,36	≤ 0,60
C18 :3	Acide linolénique	0,62	0,62	0,63	≤ 1,00

La composition en acide gras a donné trois acides gras saturés (l'acide palmitique, l'acide stéarique et l'acide arachidique) ainsi que quatre acides gras insaturés dont deux

sont monoinsaturés (l'acide palmitoléique et l'acide oléique) et deux autres sont polyinsaturés (l'acide linoléique et l'acide linolénique).

D'après les résultats obtenus, nous constatons une certaine variabilité des taux en différents acides gras. Toutefois, ces taux restent conformes aux limites fixées par le COI (2019).

De très légères variations sont notées pour l'acide oléique et l'acide linoléique pour les trois échantillons. En effet, concernant l'acide gras majoritaire de l'huile d'olive, l'acide oléique, les taux varient de 64,26% (HTC<sub>60</sub>) à 64,33% (HV<sub>60</sub>) quant à l'acide linoléique, qui est un acide gras essentiel, nous avons relevé des valeurs minimale de 14,37% (HV<sub>60</sub>) et maximale de 14,43% (HTC<sub>60</sub>).

#### > Appréciation des taux d'AGS, AGMI et AGPI

Les taux d'apport en AGS, AGMS, AGPI et AGI sont illustrés dans tableau IX.

Tableau IX : Compositions en AGS et AGI des différents échantillons.

Echantillons Apports	HT <sub>0</sub>	HV <sub>60</sub>	HTC <sub>60</sub>
Acides gras saturés (AGS) (%)	18,67	18,78	18,76
Acides gras monoinsaturés (AGMI) (%)	66,17	66,21	66,14
Acides gras polyinsaturés (AGPI) (%)	15,03	14,97	15,06
Acides gras insaturés (AGI) (%)	81,2	81,18	81,2

A la lumière des résultats obtenus, on observe une légère augmentation du taux d'AGS de l'huile d'olive stockée en verre fumé et en terre cuite pendant 60 jours de stockage par rapport à l'huile témoin, avec une valeur maximal de 18,78% (HV<sub>60</sub>).

Au bout de 60 jours de stockage, nous remarquons une légère augmentation du taux en AGMI pour l'huile d'olive stockée dans le verre fumé (66,21%) par rapport à l'huile

témoin (66,17%) et une légère diminution de la teneur en AGMI pour l'huile d'olive stockée dans la terre cuite (66,14%) par rapport à l'huile d'olive témoin.

Concernant les taux d'acides gras polyinsaturés, au bout de 60 jours de stockage, une valeur minimale de 14,97% a été observée pour l'huile d'olive stockée dans l'emballage en verre fumé et une valeur maximale de 15,06% pour l'huile d'olive stockée dans l'emballage en terre cuite.

## Conclusion

#### Conclusion

L'étude portée sur l'huile d'olive vierge, de la variété *Arbequina*, conservée dans deux types d'emballage (verre fumé et terre cuite), nous a permis de déterminer les caractéristiques physico-chimiques des différents échantillons après deux mois de stockage.

Les paramètres chimiques de l'huile d'olive avant stockage sont en adéquation avec les normes des huiles d'olives extra vierge établies par le COI (2019). Ces paramètres varient en fonction de la durée de stockage et de la nature des matériaux d'emballage pour les différents échantillons.

L'analyse de l'acidité a montré une stabilité dans l'huile stockée dans l'emballage en verre fumé par rapport à l'échantillon témoin et une légère diminution significative (p<0,05) dans l'huile d'olive stockée dans l'emballage en terre cuite.

Des augmentations significatives (p<0,05) de l'indice de peroxyde ont été relevées au bout de 30 jours pour l'huile d'olive stockée dans l'emballage en terre cuite et au bout de 60 jours pour l'huile d'olive stockée en verre. L'échantillon HTC<sub>60</sub> a enregistré une valeur de 23,16 méq d'O<sub>2</sub>/kg, dépassant ainsi la norme recommandée.

Les valeurs des extinctions en Ultra-Violet  $K_{232}$  et  $K_{270}$  obtenues pour tous les échantillons d'huile d'olive vierge indiquent qu'elles n'excédent pas la limite fixée par le **COI (2019)**. Le stockage de l'huile d'olive dans le verre et la terre cuite a engendré des augmentations significatives (p<0,05) par rapport à l'échantillon témoin  $HT_0$ .

La plus grande teneur en pigments chlorophylliens et caroténoïdes a été enregistrée par l'échantillon HV<sub>30</sub>. Par contre, après 60 jours de stockage de l'huile dans la terre cuite, la teneur en pigments a observé une diminution significative (p<0,05).

Les résultats de la teneur en composés phénoliques montrent une diminution significative (p<0,05) de leurs concentrations après stockage, quel que soit le type d'emballage utilisé, mais cette diminution est plus accentuée pour l'huile d'olive stockée dans la terre cuite.

Le stockage de l'huile d'olive dans l'emballage en terre cuite a provoqué une diminution significative (p<0,05) de l'indice d'amertume.

Les chromatogrammes obtenus pour les différents échantillons révèlent une certaine variabilité des taux d'acides gras de l'huile d'olive vierge. Les différents taux sont situés dans les intervalles fixés par la norme du COI (2019). De très légères augmentations ont été relevées pour l'acide palmitique et l'acide oléique concernant l'échantillon  $HV_{60}$  et pour l'acide linoléique et l'acide linolénique concernant l'échantillon  $HT_{60}$ .

Pour une meilleure évaluation de la qualité des huiles et afin de compléter ce travail, il serait souhaitable de poursuivre notre étude par un suivi de ces caractères pour une plus longue durée de conservation et faire des analyses de migration contenant-contenu pour mieux expliquer l'origine des modifications de la qualité et de la composition de l'huile d'olive.

# Références bibliographiques

- Alais C., Linden G. Et Miclo L. 1999. Lipides. In: Biochimie alimentaire. Ed Dunod. p 51-71.
- Alais C., Linden G. et Miclo L. 2003. Biochimie alimentaire 5<sup>e</sup> édition de l'abrégé, Ed Dunod, PARIS. p 54-61
- Alais., C. et Linden, G. 1997. Abrégé de biochimie alimentaire. Elsevier Masson.
- Allain, P. 2016. Lycopène et cancer de la prostate.
- Almagro, L., Sabater-Jara, A. B., Belchí-Navarro, S., & Pedreño, M. A. 2021. Recent trends in the biotechnological production of tocopherols using in vitro cultures. Phytochemistry Reviews.
- **Amro B., Aburjai T. Et Al-Khalil S.2002.** Antioxidative and radical scavenging of olive cakeextract. Fitoterapia n° 73, p. 456-461atocopherol, BHT, and BHA. Journal of Agricural Food Chemistry. 45: 632-638
- Apak R., gucluk., Dermirata B., ozyurekm., Estin Celik S., Bektasoglu B. Berker K.,Ozyurt D.2007. Review: Compounds with the CUPRAC Assay. Molecules, 12, p. 1496-1547.
- Azzi, A. 2019. Tocopherols, tocotrienols and tocomonoenols: Many similar molecules but only one vitamin E. Redox biology. j.redox.101259

В

- Baccouri B., Baccouri O., Zarrouk W., Ben Temime S., Taamalli W., Daoud D., Zarrouk M. 2006. Evaluation de la composition des huiles de quelquesoléastres sélectionnés: les antioxydants naturels. Revue des régions arides- numéro spécial-actes du séminaire international : gestion des ressources et application biotechnologiques enaridoculture et culture oasiennes : perspectives pour la valorisation des potentialités dusahara, 224-249.
- Bakhouche A., Sanchez J.L., Gutierrez A.F., Carreteroa A.S. 2015. Détermination analytique du profil phénolique de l'huile d'olive vierge : situation actuelle et respectives. Journal officiel du conseil oléicole international. Oliva 122.
- Barsacq, J. 2014. Olive oil "huile d'olive". Oilseeds& fats Crops and Lipids, 21(5), D501.
- Ben Tekaya, I. Et Hassouna, M. 2005. Etude de la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge extra tunisienne au cours de son stockage. OCL VOL.12N°5-6.

- Benabid H., 2009. Caractérisation de l'huile d'olive algérienne apports des méthodes chimiométrique. Thèse de doctorat en Sciences Alimentaires. Université Mentouri de Constantine institut de la nutrition, de l'alimentation et des technologies agro-alimentaires (inataa). P 10-69.
- Bendini A., Bonoli M., Cerroni L., Bigguzi B., Lercker G. Et Toschi T.G. 2003. Liquidliquid and solide-phase extractions of phenols from virgin olives oil and theirseparation by chromatographic and electrophoretic methods. *Journal of Chromatography A*, 985:425-433.
- Benlemlih M., Ghanam J. And Henri J. 2016. Polyphénols d'huile d'olive, tresors sante :
   Polyphénols aux actions antioxydantes, anti-inflammatoires, anticancéreuses, anti-vieillissement et protectrices cardio-vasculaires. Edition: marco pietteur. Belgique : 61-81p
- Benlemlih, M. et Ghanam, J., 2016. Polyphénols d'huile d'olive, trésors santé!. 2éme édition. Medicatrix. 208p.
- Bisignano, G., Laganà, M. M., Trombetta, D., Arena, S., Lo Nostro, A., Uccella, N., Mazzanti, G., & Saija, A. 2000. In vitro antibacterial activity of some aliphatic aldehydes fromolea europaeal. Fems Microbiology Letters, 198(1), 9-13.
- Boulfane S., Maata N., Anouar A. And Hilali S. 2015. Caractérisation physicochimique deshuiles d'olive produites dans les huileries traditionnelles de la région de la Chaouia-Maroc, Journal of applied Biosciences, 87. 8022-8029p
- **Branz A. 2012.** Antioxidant activity and phenolic composition of brizilin hoeny and their extracts. J. Chem Sco. Revue vol num: 15-22.

 $\boldsymbol{C}$ 

- Cam M. And Hisil Y. 2010. Pressurised water extraction of polyphenols from pomegrenate peels. Food Chemistry 123 (2010) 878-885.
- Capelli, F. 2007. The Marketing of Olive Oil by the so-called "Bag in the Box" Method: Arguments for its Legality and Comments on the Judgment of the Court of 7 September 2006 in Case 489/04 (Alexander Jehle, Weinhaus Kiderlen). European Food and Feed Law Review, 2(1), 2–11.
- Casado-Díaz, A., Dorado, G., & Quesada-Gómez, J. M. 2019. Influence of olive oil and its components on mesenchymal stem cell biology. World Journal of Stem Cells.

- Cavar S., Maksimovic M., Vidic D. & Paric A. 2009. Chemical composition and antioxidant and antimicrobial activity of essential oil of Aetemisia annua L. From Bosnia. Industrial Crops and Products. 37: 479-485.
- Cecchi, T., Passamonti, P. et Cecchi, P. 2010. Study of the quality of extra virgin olive oil
- Communauté Economique Européenne. 1991. Règlement (CEE) N°2568/91 de la commission du 11 juillet 1991 .Relatif aux caractéristiques des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive ainsi qu'aux méthodes d'analyse y afférent : 27-30
- Conseil Oléicole International. 1996. Analyse spectrophotometrique dans l'ultraviolet.T20/Doc 19 6 juin 1996, Madrid. Espagne.
- 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 2018
- Conseil Oléicole International. 2018. Norme. Guide de bonnes pratiques pour le stockage des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive destinées à la consommation humaine. COI/BPS/Doc. N°1.
- Conseil Oléicole International.2019. Commercial applicable aux huiles d'olive etaux huiles de grignions d'olive/ T.20/DOC.N°25/Rév. 2 2018
- **Conseil Oléicole International.2019.** Normes internationales applicables à l'huile d'olive et à l'huile de grignon d'olive/T.15/NC N° 3/Rév. 14 Novembre 2019
- Coulibaly, I. 2011. Techniques de séchage des starters lactiques et mécanismes affectant la viabilité cellulaire suite à la lyophilisation.
- Covas, M. 2007. Olive oil and the cardiovascular system. Pharmacological Research.
- Covas, M., Fitó, M., & De La Torre, R. 2015. Minor Bioactive Olive Oil Components and Health: Key Data for Their Role in Providing Health Benefits in Humans. Elsevier ebooks, 31-52.
- Cuvelier, M., & Maillard, M. 2012. Stabilité des huiles alimentaires au cours de leur stockage. Oilseeds and fats, crops and lipids, 19(2), 125-132.

D

- Dąbrowska, M., Zieli\_Nska, A., Nowak, I., 2015. Lipid oxidation products as a potential health and analytical problem. Chem 69, 92–94.
- Damerau, A., Ahonen, E., Kortesniemi, M., Gudmundsson, H. G., Yang, B.,

- Daoudi F.D., Cherif A., 1981. Etude comparative des acides gras de quelques huiles d'olives tunisienne – Influence du procédé technologique d'extraction sur la qualité des huiles obtenues, Revue Française des Corps gras, 5, pages 236-245.
- **Di Giacomo, S., Et Ciano, S. 2022.** A Review on Life Cycle Assessment of the Olive Oil Production. Sustainability, 14(2), 654.
- **Di Giovacchino L. 1991.** L'extraction de l'huile des olives par les systèmes de la pression, de la centrifugation et de la percolation : incidence des techniques d'extraction sur les rendements en huile. Olivae, 21 (10) : 15-37
- Domínguez, R., Pateiro, M., Gagaoua, M., Barba, F.J., Zhang, W.G., Lorenzo, J.M.,
   2019. A comprehensive review on lipid oxidation in meat and meat products. Antioxidants:
   Baseline 8, 429.
- Douzane M., Nouani A., Brahimi A., Bellal M. M. 2010. Influence de la Variété, de lacampagne Oléicole et de la Région Sur la Composition en Acide Gras de Quelques huiles d'olives Vierges Algérienne. European Journal of scientificres earch, 46 (3): 339-3.
- **Drira, Malika, Et Al. 2021** Safe and Fast Fingerprint Aroma Detection in Adulterated Extra Virgin Olive Oil Using Gas Chromatography–Olfactometry-Mass Spectrometry Combined with Chemometrics. Food Analytical Methods:1-15.

E

- E.C. Regulation N°796 Of 6 May 2002. On change EC-Regulation.2568/91. Official .J.L. 128/815/05/02.2002, Bruxelles (Belgium).E.C. Regulation n°796 of 6 May 2002.
- **Ebrahimi, Y. 2022.** Common fatty acids and polyphenols in olive oil and its benefits to heart and human health. Biodiversity, 8, 189-202.

F

- Fakhreddine, L. B., & Sánchez, M. 2023. The interplay between health claims and sensory attributes in determining consumers' purchase intentions for extra virgin olive oil. Food Quality and Preference, 106, 104819.
- Farhan, N., Al-Maleki, A. R., Sarih, N. M., Yahya, R., & Shebl, M. 2023. Therapeutic importance of chemical compounds in extra virgin olive oil and their relationship to biological indicators: A narrative review and literature update. Food bioscience, 52, 102372.

- Farhoosh R. 2007. The Effect of Operational Parameters of the Rancimat Method on the Determination of the Oxidative stabilitymeasures and Shelf-Life Prediction of Soybean Oil. Journal of American Oil Chemist's Society, 84: 205-209.
- Farràs, M., Almanza-Aguilera, E., Hernáez, Á., Agustí, N., Julve, J., Fitó, M., & Castañer, O. 2021. Beneficial effects of olive oil and Mediterranean diet on cancer physiopathology and incidence. Seminars in cancer biology, 73, 178–195.
- Farris, S., Buratti, S., Benedetti, S., Rovera, C., Casiraghi, E., & Alamprese, C. 2021. Influence of Two Innovative Packaging Materials on Quality Parameters and Aromatic Fingerprint of Extra-Virgin Olive Oils. Foods, 10(5), 929.
- Favati F., Caporale G. Et Bertuccioli M. 1994. Rapid determination of phenol content in extra virgin olive oil. Grasas Y Aceites, 45:68-70.
- Frankel, E.N. 1998. Lipid oxidation. The Oily Press (vol. 10). Dundee, Scotland. 10. Ghnimi, S., Budilarto, E., Kamal-Eldin, A., 2017. The new paradigm for lipid oxidation and insights to microencapsulation of Omega-3 fatty acids. Compr. Rev. Food Sci. Food Saf. 16, 1206–1218.

 $\boldsymbol{G}$ 

- Gadaw, A. V., Joubert, and Hansmann, C. F. 1997. Comparaison of the Antioxidant Activity of Aspalathin with That of Other Plant Phenols of Rooibos Tea (Aspalathus linearis),atocopherol, BHT, and BHA. Journal of Agricural Food Chemistry. 45: 632-638.
- Galanakis, C. M., Tsatalas, P., Charalambous, Z. et Galanakis, I. M. 2018. Polyphenols recovered from olive millwastewater as natural preservatives in extra virgin olive oils.
- García Martín, J.F.2022. Potential of Near-Infrared Spectroscopy for the Determination of Olive Oil Quality. Sensors, 22, 2831.
- **Ghalmi, Rym 2012**. Effet de facteurs agronomiques et technologiques sur le rendement et la qualite de l'huile d'olive.
- Ghelichi, S., Hajfathalian, M., Yesiltas, B., Sørensen, A. M., García-Moreno, P. J., & Jacobsen, C. 2023. Oxidation and oxidative stability in emulsions. Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety.
- Gilles.G 2003.Obtention d'une huile d'olive vierge extra de hautes qualités nutritionnelles et organoleptiques. Synthés bibliographique. Université mont pallier.Gouveiaj.b
- **Giuffrè, AM, et al.2012** Composition en sterols des huiles extraites d'olives de cultivars de la province de Reggio Calabria (Sud d'Italie). Riv. Ital. Sostanze Grasse 89:177-183

- Gonçalves, T. R., Rosa, L. N., Torquato, A. S., Da Silva, L. A. F., Março, P. H., Gomes, S. T. M., Matsushita, M., & Yeretzian, C. 2020. Assessment of Brazilian Monovarietal Olive Oil in Two Different Package Systems by Using Data Fusion and Chemometrics. Food Analytical Methods, 13(1), 86-96.
- Graille, J. 2003. Lipides et corps gras alimentaires. Tec & Doc Lavoisier.
- Guil-Guerrero, J. L. 2009. Quality of extra virgin olive oil affected by several packaging variables. Grasas Y Aceites.
- Gupta, T. 2022. A comprehensive review on therapeutic properties of Mustard Oil and Olive
  Oil.

 $\boldsymbol{H}$ 

- Haraldsson, G. G., & Linderborg, K. M. 2023. Docosahexaenoic acid in regio- and enantiopure triacylglycerols: Oxidative stability and influence of chiral antioxidant. Food Chemistry, 402, 134271.
- Harwood J. L. Et Aparicio R. 2000. Handbook of olive oil: analysis and properties. Gaithersburg Maryland, USA: Aspen publications, Inc. 620.
- **Hegde, M. M., & Lakshman, K. 2023.** Role of Polyphenols and Flavonoids as Anti-Cancer Drug Candidates: A Review. Pharmacognosy Research, 15(2), 206-216.
- Henry,S. 2003. L'huile d'olive : son intérêt nutritionnel, ses utilisations en pharmacie et en cosmétique. Thèse de doctorat en Sciences pharmaceutiques . Université Henri Poincare-Nany 1. France, 20p.

I

- Ito, J., Mizuochi, S., Nakagawa, K., Kato, S., Miyazawa, T., 2015. Tandem mass spectrometry analysis of linoleic and arachidonic acid hydroperoxides via promotion of alkali metal adduct formation. Anal. Chem. 87, 4980–4987.
- Ito, J., Shimizu, N., Kobayashi, E., Hanzawa, Y., Otoki, Y., Kato, S., Hirokawa, T., Kuwahara, S., Miyazawa, T., Nakagawa, K., 2017. A novel chiral stationary phase LCMS/MS method to evaluate oxidation mechanisms of edible oils. Sci. Rep. 7, 10026.

 $\boldsymbol{J}$ 

• Jeantet R, Croguennec T, Schuck P, Brulé G. 2008. Sciences des Aliments 1- Stabilisation biologique et physico-chimique. Tec & Doc Lavoisier, 2743008334, 381 p

- **Jihad, Alaoui Sosse, et Mohamed Tahiri.2016** Modeling the urban geometry influence on outdoor thermal comfort in the case of Moroccan microclimate. Urban climate 16:25-42
- Jimenez-Lopez C, Carpena M, Lourenço-Lopes C, Gallardo-Gomez M, Lorenzo JM,
   Barba FJ, Prieto MA, Simal-Gandara J.2020. Bioactive Compounds and Quality of Extra Virgin Olive Oil. Foods9(8):1014.
- Jiménez-Sánchez, A., Martínez-Ortega, A. J., Remón Ruiz, P., Piñar-Gutiérrez, A., Pereira-Cunill, J. L., & García-Luna, P. P. 2022. Therapeutic Properties and Use of Extra Virgin Olive Oil in Clinical Nutrition: A Narrative Review and Literature Update. Nutrients, 14(7), 1440.
- Johnson, D. W., & Decker, E. A. 2015. The Role of Oxygen in Lipid Oxidation Reactions:
   A Review (Vol. 6). Annual Reviews.
- Josman, D. P. 2023. Fermentation as a Strategy to Valorize Olive Pomace, a By-Product of the Olive Oil Industry. MDPI.

K

- Kanavouras, A., Cert, A., & Hernandez, R. J. 2005. Oxidation of Olive Oil under Still Air. Food Science and Technology International.
- Kassouf, A., Rakwe, M. E., Chebib, H., Ducruet, V., Rutledge, D. N., & Maalouly, J. 2014. Independent components analysis coupled with 3D-front-face fluorescence spectroscopy to study the interaction between plastic food packaging and olive oil. Analytica Chimica Acta, 839, 14-25.
- **Kishimoto**, **N. 2021.** Light protection performance of wrapping films to prevent the photo-oxidation of extra virgin olive oil during storage in glass bottles. AIMS agriculture and food, 6(3), 786-796.
- Kontominas, M. G. 2017. Olive Oil Packaging: Recent Developments. Dans John Wiley &; Sons, Ltd ebooks (p. 279-294).
- **Kroyer**, **G.T. 2003.** Red clover extrct as antioxidant active and functional food ingredientinnovative. Food Science and Emerging Technologies, 5: 101-105.

L

 Lampi, A.M., Yang, Z., Mustonen, O., Piironen, V., 2020. Potential of faba bean lipase and lipoxygenase to promote formation of volatile lipid oxidation products in food models. Food Chem. 311, 125982.

- Lolis, A., Badeka, A., & Kontominas, M. G. 2019. Effect of bag-in-box packaging material on quality characteristics of extra virgin olive oil stored under household and abuse temperature conditions. Food Packaging and Shelf Life, 21, 100368.
- Lopez, F., Macciola, V., Spadanuda, P., & Cuomo, F. 2021. Effects of bag-in-box packaging on long-term shelf life of extra virgin olive oil. European Food Research and Technology, 247(4), 839-850.
- Lukić, M., Lukić, I., & Moslavac, T. 2021. Sterols and Triterpene Diols in Virgin Olive Oil
   : A Comprehensive Review on Their Properties and Significance, with a Special Emphasis on the Influence of Variety and Ripening Degree. Horticulturae, 7(11), 493.

### M

- M. 2011. Comparison of the Chemical Composition and the Organoleptic Profile of Virgin
- M. 2011. Comparison of the Chemical Composition and the Organoleptic Profile of Virgin
- Ma, Y., Liu, M., Li, D., Li, J., Guo, Z., Liu, Y., Wan, S., & Liu, Y. 2023. Olive oil ameliorates allergic response in murine ovalbumin-induced food allergy by promoting intestinal mucosal immunity. Food Science and Human Wellness, 12(3), 801-808.
- Mahesar, S. A., Lucarini, M., Durazzo, A., Souto, E. B., Lampe, A. I., & Kiefer, J. 2019.
   Application of Infrared Spectroscopy for Functional Compounds Evaluation in Olive Oil: A Current Snapshot. Journal of spectroscopy.
- Marc F. 2004. Méthodes d'évaluation du potentiel antioxydant dans les aliments. Médecine /Science20.
- Markhali, F. S., Teixeira, J. A., & Rocha, C. M. R. 2020. Olive Tree Leaves—A Source of Valuable Active Compounds. *Processes*, 8(9), 1177.
- Markovic, Z.S., Milenkovic, D.A., Filipovic, N., 2020. Different theoretical approaches in the study of antioxidative mechanisms. Comput. Model. Bioeng. Bioinf. 211–256.
- Marouane A., Naoui A., Medjahed H., Ali k., Saadi A. 2014. Activité antioxydantedes composés phénoliques d'huile d'olive extraite par méthode traditionnelle. International Journal Biological Chemical Science, 8 (4): 1865-1870
- Mateos R, Espartero J.L, Trujillo M, Rios J.J, Leon-Camacho M, Alcudia F, an Cert A.2001. Determination of phenols, flavones and lignans in virgin olive oils by solidphaseextractionand high performance liquid chromatography with diode array ultravioletdetection. Journal of Agricultural and Food Chemistry. 49, 2185-2192.

- Meftah H., Latrache H., Hanine H., Zahir H et El Louali M., 2014. Comparaison des caractéristiques physicochimiques des huiles d'olives issus de différentes zones de la régionTadlaAzilal (Maroc).
- Méndez, A., & Falqué, E. 2007. Effect of storage time and container type on the quality of extra-virgin olive oil. Food Control, 18(5), 521-529.
- 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, 68: 669671.
- Morello JR, Motilva MJ, Tovar MJ. and Romero MP. 2004. Changes in commercial virgin olive oil (cv Arbequina) during storage, with special emphasis on the phenolic fraction. Food. Chemistry. 85: 357-64.

0

- Ouaouich A. Et Chimi H.2007. Guide du producteur de l'huile d'olive. Projet de Développement du petit entreprenariat agro-industriel dans les zones périurbaines et rurales Des régions prioritaires avec un accent sur les femmes au Maroc, Vienne. 29.30p
- Ouedrhiri M; Bensmail C; ElMohtadi F, AchkariBegdaoui A. évaluation de la qualité d'huile de pulpe d'olive vierge de la variété picholine marocaine. Rev. Mar. Sci. Agron. Vet . 2017.5(2):142-148.

P

- Paulus, D., Ferreira, S. B., & Becker, D. 2021. Preservation and post-harvest quality of okra using low density polyethylene. AIMS Agriculture and Food, 6(1), 321 336.
- Peñalvo, G. C., Robledo, V. R., Callado, C. S. C., Santander-Ortega, M. J., Castro-Vázquez, L., Lozano, M. V., & Arroyo-Jiménez, M. M. 2016. Improving green enrichment of virgin olive oil by oregano. Effects on antioxidants. Food chemistry, 197, 509-515.
- Piochi, M., Cabrino, G., & Torri, L. 2021. Check-All-That-Apply (CATA) Test to Investigate the Consumers' Perception of Olive Oil Sensory Properties: Effect of Storage Time and Packaging Material. Foods, 10(7), 1551.
- Piscopo, A., & Poiana, M. 2012. Packaging and Storage of Olive Oil. Dans intech ebooks.
- Pouyet, B. et Ollivier, V. 2014. Réglementations sur l'étiquetage et la présentation des huiles d'olive. Oilseeds & fats Crops and Lipids, 21(5), D508.

- Pouyet, Brigitte, et Véronique Ollivier. 2014. Réglementations sur l'étiquetage et la présentation des huiles d'olive. OCL 21(5):D508.
- Pristouri, G., Badeka, A., & Kontominas, M. G. 2010. Effect of packaging material headspace, oxygen and light transmission, temperature and storage time on quality characteristics of extra virgin olive oil. Food Control, 21(4), 412-418.

R

- Rahmani, M. 2007. Méthodes d'évaluation de la stabilité oxydative des lipides. Les technologies de laboratoire, 2(2),18-21.
- Ramdan M. F. et Moersel J.T. 2006. Screening of the antiradical action of vegetable oils. Journal of Food Composition and Analysis, 19: 838-842.
- Rehman, K., Haider, K., Jabeen, K., & Akash, M. S. H. 2020. Current perspectives of oleic acid: Regulation of molecular pathways in mitochondrial and endothelial functioning against insulin resistance and diabetes. Reviews in endocrine and metabolic disorders, 21(4), 631-643.
- Riolo, R., De Rosa, R., Simonetta, I., & Tuttolomondo, A. 2022. Olive Oil in the Mediterranean Diet and Its Biochemical and Molecular Effects on Cardiovascular Health through an Analysis of Genetics and Epigenetics. International Journal of Molecular Sciences, 23(24), 16002.
- Rodrigues, R., Machado, S., & Oliveira, M. B. P. 2023. Exploring Olive Pomace for Skincare Applications: A Review. Cosmetics, 10(1), 35.
- Rodríguez-López, P., Lozano-Sánchez, J., Borrás-Linares, I., Emanuelli, T., Menendez, J. F., & Segura-Carretero, A. 2020. Structure—Biological Activity Relationships of Extra-Virgin Olive Oil Phenolic Compounds: Health Properties and Bioavailability. Antioxidants, 9(8), 685.
- Roselli, L., Cicia, G., Del Giudice, T., Cavallo, C., Vecchio, R., Carfora, V., Caso, D., Sardaro, R., Carlucci, D., & De Gennaro, B. 2020. Testing consumers' acceptance for an extra-virgin olive oil with a naturally increased content in polyphenols: The case of ultrasounds extraction. Journal of Functional Foods, 69, 103940.
- Rukundo, I. R., Danao, M. C., Mitchell, R. B., Masterson, S. D., Wehling, R. L., & Weller, C. L. 2020. Effect of scanning samples through polypropylene film on predicting nitrogen content of forage.

- Sacchi R 2007. Extraction technology In L'Extravergine, a guide to the best certified quality olive oil in the world. Oreggia, M. Ed Cucina Vini. 82-103.
- Sanmartin, C., Venturi, F., Sgherri, C., Nari, A., Macaluso, M., Flamini, G., Quartacci, M. F., Taglieri, I., Andrich, G., & Zinnai, A. 2018. The effects of packaging and storage temperature on the shelf-life of extra virgin olive oil. *Heliyon*, 4(11), e00888.
- Santa-María, C., Lopez-Enriquez, S., Guerrero, J. M., Geniz, I., Reyes-Quiroz, M. E.,
   Moreno, M., Palomares, F., Sobrino, F., & Alba, G. 2023. Update on Anti-Inflammatory
   Molecular Mechanisms Induced by Oleic Acid. Nutrients, 15(1), 224.
- Schaich, K. M. 2005. Lipid Oxidation: Theoretical Aspects. Bailey's Industrial Oil and Fat Products.
- Servili M., Selvaggini R., Espoeto S., Taticchi A., Mantedoro G.F. et Morrozi G. 2004. Health and sensory properties of virgin olive oil hydrophilic phenols: agronomic and tecnological aspects of production that affect their occurrence in the oil. Journal.Of chromatography. 154, P: 113-127.
- Sesville M, Boldioli M., Marioti F., Montero G. F.2003. Phenolic Composition of olive fruit and virgin olive oil: Distribution in the constitutive parts offruitand evolution during the oil mechanical extraction process ISHSACTO Horticulturae. 474:International Symposium on olive growing
- **Sifi., Ben Hamida J Et Amamou T. 2001.** Impact du système de trituration desolives sur la qualité de l'huile obtenue. Olivae 87 : 37 P
- Silva, S. S., Anjos, C. A. R., Cavalcanti, R. B., & Celeghini, R. M. D. S. 2015. Evaluation of extra virgin olive oil stability by artificial neural network. Food Chemistry, 179, 35–43.
- 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, 299:152-178.
- Špika, M. J., Kraljić, K., & Škevin, D. 2016. Tocopherols: Chemical Structure, Bioactivity, and Variability in Croatian Virgin Olive Oils. In intech ebooks. stored in PET bottleswith or without an oxygenscavenger, Food Chemistry, 120, 730-735.

T

• Tamendjari A., Angerosa F. et Bellal M. M. 2004. Influence of Bactrocera oleae infestation on olive oil quality during ripening of Chemlal olives. Journal Food Science, 3: 343-354.

• Tanouti, k., Elamrani, A., Bahetta, Y., Benali, A., Harkous, M., & Khiar, M. 2012. Caracterisation d'huiles d'olive produites dans des cooperative pilotes (lakrarma et kenine) au niveau du maroc oriental. Les technologies de laboratoire, 5(18).

### $\mathbf{V}$

- Van Dyck, S., 2010. The impact of singlet oxygen on lipid oxidation in foods. In: Oxidation in Foods and Beverages and Antioxidant Applications. Elsevier, Amsterdam, pp. 57–75.
- Veillet, S. 2010. Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : entre tradition et innovation. Thèse de doctorat en Chimie : Université d'Avignon et des pays de Vaucluse. Marseille, 26-27p
- Velasco, J. And Dobarganes, C. 2002. Oxidative Stability of Virgin Olive Oil. European
  Journal of Lipid Science and Technology, 104, 661-676. References Scientific Research
  Publishing. (s. D.).
- Venturini, F., Sperti, M., Michelucci, U., Gucciardi, A., Martos, V., & Deriu, M. A. 2022.
   Extraction of physicochemical properties from the fluorescence spectrum with 1D convolutional neural networks: Application to olive oil. Journal of Food Engineering, 336, 111198.
- Vilaplana-Pérez, C., Auñón, D., García-Flores, L. A., & Gil-Izquierdo, A. 2014.
   Hydroxytyrosol and Potential Uses in Cardiovascular Diseases, Cancer, and AIDS. Frontiers in Nutrition
- Vrdoljak, J., Kumric, M., Vilovic, M., Martinovic, D., Tomic, I. J., Krnic, M., Kurir, T. T., & Bozic, J. 2022. Effects of Olive Oil and Its Components on Intestinal Inflammation and Inflammatory Bowel Disease. Nutrients, 14(4), 757.

### W

- Wang, S. C. 2014. Report: Packaging influences on olive oil quality: A review of the literature.
- Winiarska-Mieczan, A., Kwiecień, M., Jachimowicz, K., Donaldson, J., Tomaszewska, E., & Baranowska-Wójcik, E. 2023. Anti-Inflammatory, Antioxidant, and Neuroprotective Effects of Polyphenols—Polyphenols as an Element of Diet Therapy in Depressive Disorders. International Journal of Molecular Sciences, 24(3), 2258.

• Xie, X., He, Z., Chen, N., Tang, Z., Wang, Q., & Cai, Y. 2019. The Roles of Environmental Factors in Regulation of Oxidative Stress in Plant. Biomed Research International, 2019, 1-11.

## Y

- Yang D., Kong D., Zhang H. 2007. Multiple pharmacological effects of oilphenols. Food Chemistry. 104 (3): 1269-1271.
- Yang, C. S., Luo, P., Zeng, Z., Wang, H., Malafa, M. P., & Suh, N. 2020. Vitamin e and cancer prevention: studies with different forms of tocopherols and tocotrienols. Molecular carcinogenesis.

 $\mathbf{Z}$ 

• **Zullo, B., & Ciafardini, G. 2020**. Virgin Olive Oil Quality Is Affected by the Microbiota that Comprise the Biotic Fraction of the Oil. Microorganisms, 8(5), 663.

# Annexes

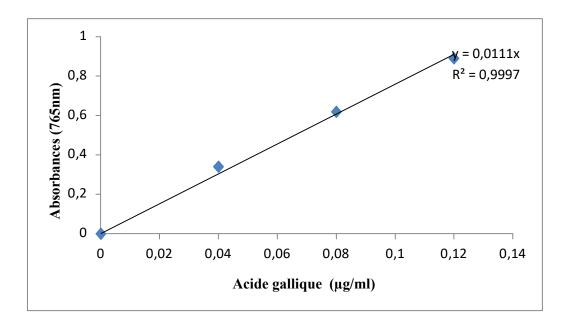


Figure 01 : Courbe d'étalonnage pour le dosage des composés phénoliques totaux.

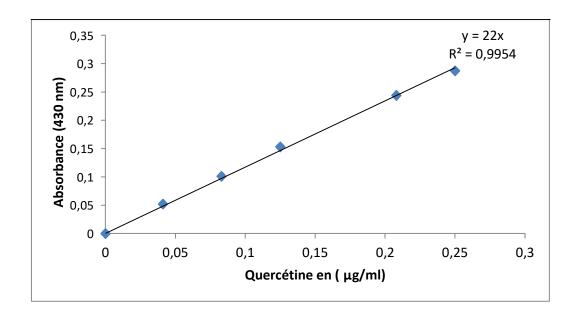


Figure 02 : Courbe d'étalonnage pour le dosage des flavonoïdes.

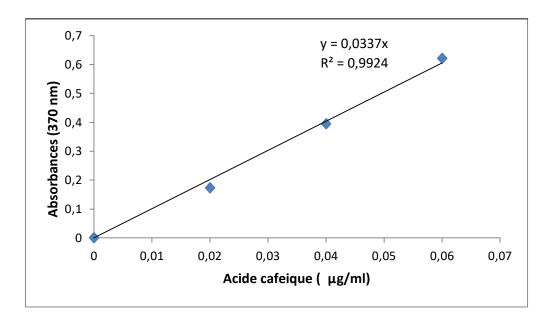


Figure 03 : Courbe d'étalonnage pour le dosage des ortho-diphénols.

Tableau I : Tableau récapitulatif des résultats obtenus pour les analyses effectuées

Echantillon	Acidité %	Peroxyde (méq d'o2/kg)	UV (232nm)	UV (270nm)	Chlorophyll e (ppm)	Caroténoïde (ppm)	Polyphénols totaux(mgE. A.G/kg)	flavonoïdes	Ortho- diphénols	Indice d'amertume
$\mathrm{HT}_0$	0,12±0,013 (b)	14,13±1,177 (a)	1,56±0,005 (a)	0,12±0,004 (a)	1,43±0,032 (c)	1,69±0,004 (c)	157,83±0 (e)	13,53±1,644 (a)	19,78±0,686 (d)	0,74±0,00 (c)
HV <sub>30</sub>	0,12±0,026	14,66±0,555	1,90±0,001	0,16±0,014	1,66±0,011	1,72±0,014	130±3,203	13,66±1,177	15,50±0,105	0,81±0,001
	(b)	(a)	(c)	(b)	(e)	(d)	(c)	(a)	(b)	(d)
HTC <sub>30</sub>	0,08±0,00	18,83±1,222	1,92±0,003	0,17±0,005	1,35±0,014	1,68±0,005	120±3,203	12,16±0,644	18,59±0,105	0,60±0,001
	(a)	(b)	(d)	(c)	(b)	(bc)	(b)	(a)	(c)	(a)
HV <sub>60</sub>	0,15±0,022	19,16±0,222	1,91±0,0008	0,17±0,003	1,52±0,007	1,66±0,003	142±1,761	13,30±0,400	13,84±0,738	0,73±0,001
	(b)	(b)	(d)	(c)	(d)	(b)	(d)	(a)	(a)	(b)
HTC <sub>60</sub>	0,08±0,00 (a)	23,16±0,888 (c)	1,77±0,0004 (b)	0,16±0,005 (b)	1,32±0,007 (a)	1,55± 0,005 (a)	113±0 (a)	13,16±1,155 (a)	14,16±0,211 (a)	0,60±0,001 (a)

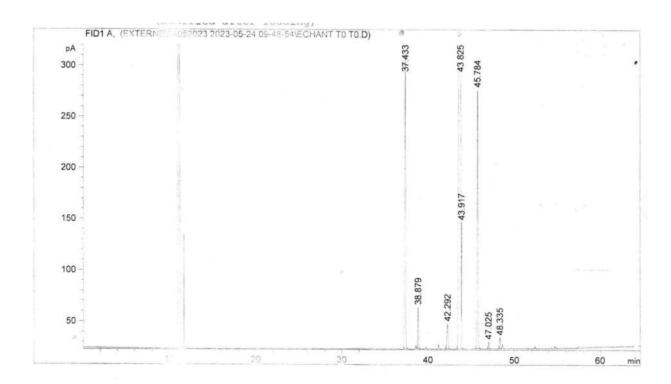


Figure 04 : Chromatogramme des acides gras de l'huile d'olive (HT<sub>0</sub>) de la variété *Arbequina* 

Résumé

Un stockage de l'huile d'olive de la variété espagnole Arbequina implantée en Algérie a

été réalisé dans le verre fumé et dans la terre cuite pendant deux mois à température

ambiante. Les analyses sont réalisées sur les caractéristiques physicochimiques (acidité,

indice de peroxyde, extinction spécifique à K<sub>232</sub> et K<sub>270</sub> et l'indice d'amertume), ainsi que

la composition (acides gras, polyphénols totaux, pigments, flavonoïdes et ortho-diphénols).

Les résultats montrent que les huiles d'olive stockées dans les deux emballages ont

conservé leur qualité physicochimique après deux mois de stockage, avec une qualité qui

est conforme à la norme de l'huile d'olive extra vierge établie par le COI (2019), exceptée

pour l'indice de peroxyde qui excède la norme pour l'huile d'olive stockée dans la terre

cuite après 60 jours. Le stockage a entrainé des diminutions significatives (p<0,05) en

polyphénols totaux et en ortho-diphénols pour tous les échantillons. Les pigments

chlorophylliens et caroténoïdes ont diminué significativement (p<0,05) dans les huiles

stockées dans la terre cuite. Par contre, les acides gras n'ont pas observé de variations

durant la période de 60 jours de stockage.

Mots clés: L'huile d'olive, stockage, emballage, qualité physicochimiques.

Abstract

Storage of olive oil from the Spanish Arbequina variety, produced in Algeria, was carried

out in smoked glass and terracotta containers for two months at room temperature.

Analyses were performed on physicochemical characteristics (acidity, peroxide value,

specific extinction at  $K_{232}$  and  $K_{270}$ , and bitterness index), as well as composition (fatty

acids, total polyphenols, pigments, flavonoids, and ortho-diphenols).

The results show that the olive oils stored in both packaging types maintained their

physicochemical quality after two months of storage, with a quality that complies with the

extra virgin olive oil standard established by IOC (2019), except for the peroxide value,

which exceeded the standard for olive oil stored in terracotta after 60 days. Storage led to

significant decreases (p<0.05) in total polyphenols and *ortho*-diphenols for all samples.

Chlorophyll pigments and carotenoids significantly decreased (p<0.05) in oils stored in

terracotta. On the other hand, fatty acids did not show any variations during the 60-day

storage period.

**Keywords**: olive oil, storage, packaging, physicochemical quality.