

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



Faculté de Technologie
Département de Génie des Procédés – Laboratoire LPMTSR

Mémoire
EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE

MASTER

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

Présenté par
HAMDOUCHE Yasmina et LOUATI Fouzia

Thème

Caractérisation de l'huile d'olive de quelques régions de Bejaia et élaboration d'un modèle de prédiction des composés phénoliques.

Soutenue le 02/07/2023

Devant le jury composé de :

Nom et Prénom	Grade	Université	Rôle
SENHADJI OUNISSA	Pr	Université de Béjaia	Présidente
SELLAMI FERHAT	MCB	Université de Béjaia	Examineur
KACHBI ABDELMALEK	MCA	Université de Béjaia	Encadrant

Année Universitaire : 2022/2023



Remerciements

Avant tout, nous tenons à remercier le bon Dieu le tout puissant de nous avoir donné la santé, le courage et la volonté pour être ce que nous sommes aujourd'hui et pour mener à terme ce modeste travail.

*Nous tenons à exprimer notre profonde reconnaissance et nos sincères remerciements à **Monsieur KACHBI Abdelmalek**, pour son précieux encadrement tout au long de ce travail. Sa confiance, son soutien et ses conseils avisés ont été d'une valeur inestimable. On est extrêmement reconnaissantes pour son engagement et son accompagnement qui ont contribué à la réalisation de ce projet de fin d'étude. Merci sincèrement pour tout.*

Nos remerciements vont aux membres du jury qui ont bien voulu juger ce travail :

Mme SENHADJI O de nous avoir fait l'honneur de présider ce jury.

Mr SELLAMI F de nous avoir fait l'honneur d'examiner et de juger notre travail.

*Nous adressons nos remerciements aux **ingénieurs du laboratoire de chimie industrielle**, qui nous ont aidés à la réalisation de la partie pratique de notre mémoire, mention spéciale à **Mme MOKHTARI Fouzia, Mme RABHI Wahiba, Mme MERABET Kahina, Mme Benamor Kahina, Mme BRADAI Fatima.***

Nos vifs remerciements et notre profonde reconnaissance vont à tous les personnes qui ont contribué à la réalisation de ce travail.

Enfin, Nos remerciements s'adressent à nos familles et amis (es) pour leurs soutiens et encouragement, aux enseignants qui nous ont accompagnés depuis notre scolarisation jusqu'à ce jour, et à tous ceux et celles qui ont contribué de près ou de loin à l'accomplissement de ce travail.

Dédicaces

Louange à Allah tout puissant qui m'a donné la force et la volonté d'accomplir ce modeste travail que je dédie :

À mes très chers parents, Amar et Nadia, à qui je dois ce que je suis. Je leur exprime ma profonde gratitude pour tous leurs sacrifices, la bienveillance avec laquelle ils m'ont toujours entouré et le soutien qu'ils n'ont jamais cessé de m'apporter tout au long de mes études.
Que Dieu vous préserve et vous accorde la santé.

À ma chère sœur Lydia et mes chers frères Yacine, Chemseddine et Adel, Merci d'être toujours à mes côtés.

À la mémoire de mon cher grand-père maternel Abde Allah, que son âme repose en paix. Ses valeurs, sa sagesse et son amour resteront à jamais gravés dans mon cœur.

À la mémoire de ma chère grand-mère paternelle Zineb, puisse Dieu t'accueillir dans son grand paradis.

À ma chère grand-mère maternelle Louiza, merci pour ta présence aimante et ta bienveillance sans faille dans ma vie, que Dieu te comble de santé, de bonheur et de bénédictions.

À mon cher grand-père paternel Mohand.

À ma chère tante Louiza Boubekour, merci pour tes encouragements permanents, Merci d'être toujours là pour moi ainsi qu'à mon cher oncle Salah Boubekour.

À mon cher cousin Nourredine et mes chères cousines Samia, Laila, Myriem et Lydia.

À mes chers oncles Lyazid, Amar, Mouloud, Tarick et Hocine.

À mes chères tantes Samia, Lila, Sabrina, Fouzia, Nassima, Khoukha, Wrida, Houria, Hassina, hadda, Berkahoum, Hakima, Safia et Souraya.

À mes chères cousines et cousins (maternels et paternels).

À mes chers amis(es), en témoignage de l'amitié qui nous unit et de tous les moments que nous avons passés ensemble.

À ma chère copine Sabrina.

À ma chère binôme Yasmina et sa famille.

À mon petit ange Ziyad.

Fouzia



Dédicaces

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

A mes très chers parents **AISSA** et **KHEIRA** qui tiennent une place immense dans mon cœur, aucune dédicace ne serait exprimée la reconnaissance, le respect et L'estime que j'ai pour eux. Je les remercie pour leur patience et confiance. Que Dieu vous préserve et vous accorde la santé.

A ma chère sœur **HAKIMA** et son mari **FAOUZI**.

A mes chers sœurs et frères **TAOUS**, **HAKIMA**, **SALIM**, **RABEH**, **HABIB**, **SAAD** et **FATEH**. Merci d'être toujours à mes côtés, je prie Dieu pour qu'il vous donne bonheur et prospérité.

Aux petits anges de la famille : **SIDRA**, **ISRA**, **RHEM**, **TAWBA**, **FADWA**, **SANA**, **ZAKAZIA**, **KHALIL**, **YOUCEF** et **GHILAS**.

A ma binôme **FOUZIA** et sa famille.

A mon cher ami **SAMY** qui m'a soutenu durant tout mon parcours universitaire.

A toutes mes amies surtout (**KENZA**, **NEDJIMA**, **KATHINA**, **GHOZLANE**, **SAMRA**, **LINA** et **CHAHRAZIDE**) en témoignage de l'amitié qui nous unie et de tous les moments que nous avons passés ensemble.

A tous ceux qui m'ont aidé même par un petit sourire ou un mot d'encouragement.

Enfin à mes collègues de ma promotion **2ème année master génie alimentaire** qui resteront dans ma mémoire et mon cœur.

Yasmina

LISTE DES ABREVIATIONS

A : Absorbance

A% : Acidité libre

CA : Codex Alimentarius

COI : Conseil Oléicole International

CEE: Communauté Economique Européenne

EAG: Equivalent en Acide Gallique.

FAO: Food and Agriculture Organization

H : Hydrogène libre

H% : Humidité

IP : Indice de Peroxyde.

IA: Indice d'Acide.

ISO: International Standard Organisation.

K232 : Coefficient d'extinction molaire à 232 nm.

K270 : Coefficient d'extinction molaire à 270 nm.

meq : Milliéquivalent

mg EAG : Milligramme Equivalent de l'acide galique.

mg EQ: Milligramme Equivalent de la quercétine.

N : Normal

O : Acide oléique

UV: Ultraviolet.

Liste des figures

Figure 1 : L'olivier.....	1
Figure 2 : Origine et expansion de l'olivier.....	3
Figure 3 : Olives Lucques.....	4
Figure 4 : Le fruit d'olivier.....	5
Figure 5 : Composition chimique de l'huile d'olive.....	8
Figure 6 : Structure des triglycérides.....	9
Figure 7 : structures des principaux stérols de l'huile d'olive.....	12
Figure 8 : Structure des tocophérols.....	13
Figure 9 : (a) procédé d'extraction traditionnelle, (b) procédé d'extraction moderne	20
Figure 10 : Localisation des régions qui ont participé à l'étude.....	24
Figure 11 : Les échantillons d'huiles d'olive.....	25
Figure 12 : Différentes étapes de la détermination du taux d'humidité de l'huile d'olive.....	30
Figure 13 : Détermination de la densité.....	31
Figure 14 : Détermination d'extinction spécifique.....	32
Figure 15: Echantillons d'huile d'olive diluées avec l'hexane	33
Figure 16: les extraits méthanoliques	34
Figure 17 : Spectrophotomètre IR.....	35
Figure 18 : Détermination de L'acidité libre.....	36
Figure 19 : Différents étapes de détermination de l'indice de peroxyde.....	38
Figure 20 : Extraction liquide- liquide.....	39
Figure 21 : Etapes de dosage des polyphénols totaux.....	40
Figure 22 : Dosage des polyphénols totaux.....	40
Figure 23 : Etapes du dosage des flavonoïdes totaux.....	43
Figure 24 : Dosage des flavonoïdes.....	43

Figure 25 : Valeurs de la teneur en eau des échantillons d'huile d'olive	46
Figure 26 : Densité des différents échantillons d'huiles d'olive	47
Figure 27 : Coefficient d'extinction spécifique à 232 nm.....	49
Figure 28 : Coefficient d'extinction spécifique à 272 nm.....	49
Figure 29 : Spectres d'absorption UV des échantillons d'huile diluée.....	51
Figure 30 : Spectres d'absorption des extraits méthanoliques	52
Figure 31 : Spectres IR des échantillons d'huile d'olive.....	53
Figure 32 : Acidité libre des échantillons d'huile d'olive.....	54
Figure 33 : Indice de peroxyde des échantillons d'huile d'olive	55
Figure 34 : courbe d'étalonnage de l'acide gallique.....	56
Figure 35 : Teneurs en polyphénols totaux (TPT).....	57
Figure 36 : Courbe d'étalonnage de la quercétine	58
Figure 37 : Teneurs en flavonoïdes totaux.....	58
Figure 38 : Corrélation entre les valeurs prédites et mesurées de la teneur en polyphénols totaux.....	59
Figure 39 : Erreur relative de prédiction ERP (%) sur la teneur en polyphénols totaux	60

Liste des tableaux

Tableau 1 : Les classes majeures des composés phénoliques de l'huile d'olive vierge.....	13
Tableau 2 : Les teneurs en différents stérols de l'huile d'olive.....	14
Tableau 3 : Zones géographiques des olives étudiées.....	26
Tableau 4 : Les réactifs utilisés lors des expériences.....	28
Tableau 5 : Concentrations des étalons de l'acide gallique.....	41
Tableau 6 : Concentrations des étalons de la quercétine.....	44
Tableau 7 : Position et identification des bandes observées par IR.....	53

Sommaire

Sommaire

Remerciements

Dédicaces

Liste des abréviations

Liste des figures

Listes des tableaux

Introduction générale	1
Chapitre I : synthese bibliographique	3
I.1. Introduction.....	3
I.2. L'olivier.....	3
I.2.1. Définition.....	3
I.2.2. Systématique.....	4
I.2.3. Historique de l'olivier.....	4
I.2.4. L'origine de l'olivier.....	4
I.2.5. L'oléiculture.....	5
I.2.5.1. L'oléiculture dans le monde.....	5
I.2.5.2. L'oléiculture de l'olivier en Algérie.....	6
I.2.5.3. L'oléiculture de l'olivier à Béjaia.....	6
I.3. L'olive.....	7
I.3.1. Description de l'olive.....	7
I.3.2. Composition de l'olive.....	7
I.3.3. Types d'olive.....	8
I.3.3.1. Olive de table.....	8
I.3.3.2. Olive pour huile.....	8
I.3.3.3. Olive mixte.....	9
I.3.4. Principales variétés d'olive en Algérie.....	9
I.4. Huile d'olive :.....	9
I.4.1. Définition :.....	9
I.4.2. Classification des huiles d'olive.....	9
I.4.2.1. Huiles d'olive vierges.....	9
I.4.2.1.1. Huiles d'olive vierges propres à la consommation.....	10
I.4.2.1.2. Huile d'olive vierge non propre à la consommation.....	10
I.4.2.2. Huile d'olive raffinée.....	10
I.4.2.3. Huile d'olive coupée.....	10
I.4.2.4. Huiles de grignons d'olives.....	10
I.4.3. Composition de l'huile d'olive.....	11
I.4.3.1. Fraction saponifiable :.....	12
I.4.3.1.1. Triglycérides.....	12
I.4.3.1.2. Les acides gras :.....	12

I.4.3.2. Fraction insaponifiable.....	13
I.4.3.2.1. Composés phénoliques.....	13
I.4.3.2.2. Les flavonoïdes	15
I.4.3.2.3. Les stérols	15
I.4.3.2.4. Les tocophérols	16
I.4.3.2.5. Les pigments (chlorophylles et caroténoïdes).....	17
I.4.3.2.6. Hydrocarbures.....	18
I.4.4. Étapes de production de l'huile d'olive	18
I.4.4.1. Récolte des olives	18
I.4.4.2. Nettoyage, broyage et malaxage des olives	18
I.4.4.3. Séparation des phases	19
I.4.4.3.1. Séparation des phases liquides-solides	19
I.4.4.3.2. Séparation des phases liquides-liquides.....	19
I.4.4.4. Extraction de l'huile d'olive	19
I.4.4.4.1 Extraction discontinu ou système à presse (traditionnelle).....	20
I.4.4.4.2. Extraction continue ou par centrifugation (moderne).....	20
I.5. Détermination de la teneur totale en composés phénoliques dans les échantillons d'huile d'olive par la spectrométrie UV-visible et l'étalonnage multivarié PLS.....	22
I.5.1. Régression des moindres carrés partiels	22
I.5.2. Prédiction de la teneur en polyphénols totaux	22
Chapitre II: Matériels et méthodes	23
II.1. Introduction	23
II.2. Présentation de la zone d'étude	23
II.3. Matériels	24
II.3.1. Matériel végétal : huile d'olive (Échantillonnage).....	24
II.3.2. Appareillages	26
II.3.3. Matériels utilisés.....	27
II.3.4. Produits et réactifs chimiques.....	27
II.4. Préparation des solutions	28
II.5. Méthodes d'analyses physiques.....	29
II.5.1. Teneur en eau et en matières volatiles (Humidité).....	29
II.5.2. Densité.....	30
II.5.3. Coefficients d'extinction spécifique	31
II.5.4. Spectres UV	33
II.5.4.1. Échantillons d'huiles diluées avec l'hexane	33
II.5.4.2. Extraits méthanoliques	33
II.5.5. Analyses par spectroscopie Infrarouge.....	34
II.6. Méthodes d'analyses chimiques	35
II.6.1. Indice d'acide et acidité	35
II.6.2. Indice de peroxyde.....	37
II.6.3. Extraction des composés phénoliques	38
II.6.4. Dosage des polyphénols totaux	39
II.6.4.1 Principe et protocole.....	39
II.6.4.2. Courbe d'étalonnage de l'acide gallique	40

II.6.4.3. Calcul de la teneur en polyphénols totaux	41
II.6.5. Dosage des flavonoïdes totaux	42
II.6.5.1. Principe et protocole	42
II.6.5.2. Courbe d'étalonnage de la quercétine	43
II.6.5.3. Calcul de la teneur en flavonoïdes totaux	44
II.7. Détermination de la teneur totale en composés phénoliques dans les échantillons d'huile d'olive par spectrométrie UV et étalonnage PLS	45
Chapitre III : Résultats et discussions	46
III.1. Analyses physiques	46
III.1.1. Teneur en eau et en matière volatiles (Humidité).....	46
III.1.2. Densité	47
III.1.3. Extinction UV	48
III.1.4. Spectres UV	50
III.1.4.1. Echantillons d'huiles diluées avec l'hexane	50
III.1.4.2. Extraits méthanoliques	51
III.1.5. Spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier	52
III.2. Analyses chimiques	54
III.2.1. Acidité libre	54
III.2.2. Indice de peroxyde.....	55
III.2.3. Teneur en polyphénols totaux.....	56
III.2.4. Teneur en flavonoïdes totaux	57
III.3. Détermination de la teneur totale en composés phénoliques dans les échantillons d'huile d'olive par la spectrométrie UV-visible et l'étalonnage multivariée PLS	59
Conclusion générale.....	61
Références bibliographiques	

Introduction générale

Introduction générale

Depuis des siècles, l'olivier accompagne la vie des hommes, porteur d'une symbolique riche et universellement reconnue. Symbole de paix, de sagesse, d'éternité, de puissance, de fécondité, de victoire et de lumière, il représente un héritage culturel précieux (**Henry, 2003**).

L'huile d'olive, ingrédient essentiel du régime alimentaire méditerranéen, se distingue par sa composition unique en acides gras et en composés mineurs, tels que les phénols, les tocophérols, les stérols, les pigments et les composés aromatiques. Grâce à ces composants, l'huile d'olive joue un rôle crucial dans la lutte contre le stress oxydatif, impliqué dans diverses pathologies telles que l'athérosclérose, les maladies cardiovasculaires, certains cancers, les affections cérébrales et les dégénérescences liées au vieillissement accéléré. Son importance est donc indéniable dans le maintien d'une bonne santé (**Covas, 2007**).

Cependant, plusieurs facteurs peuvent influencer sur la qualité et la composition de l'huile d'olive comme, la variété, le degré de maturité des fruits, la méthode d'extraction, la durée de conservation de l'huile ainsi que les conditions climatiques et agronomiques (**El Antari et al., 2000**).

Le premier objectif de ce travail est de caractériser des huiles d'olive de quelques régions de la wilaya de Bejaia, et de comparer leurs paramètres physico-chimiques : l'indice d'acide, l'indice de peroxyde, la teneur en polyphénols totaux, la teneur en flavonoïdes totaux, la teneur en eau, la densité et l'absorbance UV à 232 nm et 270 nm.

Le deuxième objectif est de construire un modèle mathématique utilisant la méthode de la régression des moindres carrés partiels PLS permettant de prédire la teneur en polyphénols totaux dans une huile d'olive à partir de son spectre UV.

Ce manuscrit comprend trois chapitres :

- Dans le premier chapitre intitulé « Etude bibliographique », nous avons présenté des généralités sur l'huile d'olive.
- Le deuxième chapitre est consacré aux matériels et méthodes utilisés dans ce projet de fin d'étude. Nous avons décrit les échantillons d'huiles d'olives étudiés, les réactifs et produits chimiques utilisés dans les analyses chimiques effectuées, la verrerie et les appareils utilisés, les méthodes de dosages chimiques et les méthodes

spectroscopiques UV-visible et IR, et enfin la méthode d'étalonnage PLS (régression des moindres carrés partiels).

- Le troisième chapitre est réservé à la présentation des résultats obtenus, et aux interprétations et discussions de ces résultats.
- Nous terminons ce manuscrit par une conclusion générale et des perspectives.

Chapitre I
Synthèse bibliographique

Chapitre I

Synthèse bibliographique

I.1. Introduction

Depuis l'Antiquité, l'olivier est source de paix, de prospérité, Sagesse et abondance. En tant qu'arbre sacré, l'abattage est interdit. Les oliviers anciens associés à diverses civilisations font le trait d'union d'aujourd'hui parmi les pays méditerranéens (**Benrachou et al., 2017**).

L'huile d'olive est une source typique de matières grasses dans le régime méditerranéen. Elle est l'une des plus anciennes huiles végétales et la seule huile comestible dans son état forme brute sans prétraitement. Ces bienfaits sont associés à ses ingrédients, tels que les acides gras, dont l'acide oléique est le constituant principal présent Biomolécules secondaires comme les vitamines et les antioxydants naturels (**Bedjaoui et Bensalem, 2012**).

I.2. L'olivier

I.2.1. Définition

L'olivier est un arbre typique des régions sèches et chaudes (Figure 1). Il constitue une composante familière des pays du bassin méditerranéen et représente pour beaucoup d'entre eux une des principales cultures traditionnelles. L'olivier est un arbre de hauteur moyenne, à bois dur et à écorces crevassées avec une couleur grise (**Bruneton, 2009**). L'olive est le fruit de l'olivier. Cet arbre est classé dans la famille des Oléacées. Il comporte plusieurs variétés qui donnent des olives de formes et de goûts divers.



Figure 1 : L'olivier

I.2.2. Systématique

L'olivier appartient à la famille des Oléacées genre *Olea* qui comprend 35 espèces. Elle présente la classification suivante (**Himour et Yahia, 2018**) :

- Règne : Plantae
- Sous-règne : Tracheobionta
- Embranchement : Spermaphytes (Phanérogames)
- Sous Embranchement : Angiospermes
- Classe : Dicotylédones (ou Thérébinthales)
- Sous-classe : Astéridées (ou Gomopétales)
- Ordre : Gentianales (ou Lingustrales) - Famille : Oléacées
- Genre : *Olea*. Espèce : *Olea europaea* L

I.2.3. Historique de l'olivier

La culture de l'olivier est très ancienne. Son histoire se confond avec celle du bassin méditerranéen, elle est apparue progressivement 10 000 ans avant notre ère (**Chevalier, 1948**). L'olivier béni est l'un des arbres qui produit l'huile depuis 14^{ème} siècle et par lesquels Dieu, béni et exalté soit-il, a juré dans son livre saint, et il est inutile de prêter serment à ses serviteurs, lorsqu'il a dit :

"والتين والزيتون {1} وطور سينين {2} وهذا البلد الأمين {3} "

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

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

En Algérie, l'oliverie n'a pas retrouvé son deuxième souffle d'adaptation aux nouvelles techniques de production, à l'instar de ses deux pays voisins (Tunisie et Maroc) qui ne cessent de renouveler les techniques de plantation sur de nouvelles bases de l'oléiculture ou la rentabilité est prise en considération (**Slam et Gaoura, 2004**).

I.2.4. L'origine de l'olivier

Les olives sont le fruit de l'olivier. Cet arbre appartient à la famille des Oléacées. Les pays méditerranéens ont été les premiers foyers d'oliviers sauvages (**Olea europea**). Il se décline en plusieurs variétés et propose des olives aux formes et saveurs variées. L'origine de l'olivier a été le sujet de plusieurs débats (**Loukas et Krimbas, 1983**).

D'après (Besnard, 2001), l'origine de l'olivier reste incertaine, mais l'hypothèse la plus fréquemment retenue désigne la Syrie et l'Iran comme lieux d'origine. Des peintures rupestres réalisées au II^{ème} millénaire avant J.C avec des hommes couronnés de branches d'olivier témoignant ainsi de la connaissance de cet arbre au cours de ces époques anciennes. Sa culture a connu une expansion à travers la méditerranée, depuis 1200 à 500 ans avant J.C au gré des civilisations et des conquêtes (Figure 2).



Figure 2 : Origine et expansion de l'olivier (Tabti, 2010)

De nos jours, l'olivier devient la culture la plus répandue dans le bassin méditerranéen ; on la trouve aussi en Amérique, Australie et Japon.

I.2.5. L'oléiculture

I.2.5.1. L'oléiculture dans le monde

Selon les prévisions du Conseil International Oléicole, la production mondiale d'huile d'olive 2022/2023 devrait chuter à 2,6 Mt, soit une baisse de 23 % par rapport à la campagne précédente. Dans un contexte où la demande demeure soutenue, malgré une légère diminution estimée à 7 %, et où les exportations faiblissent (- 11 %), les stocks de clôture se resserrent sur un très bas niveau (- 86 %). Les prix devraient ainsi afficher de nouvelles hausses en 2023.

À l'échelle européenne, les prévisions de récolte ne sont guère plus encourageantes et devraient s'établir à 1,7 Mt. Confrontés à de fortes vagues de chaleur et à de faibles précipitations durant la période estivale, les principaux pays producteurs, à l'exception de la Grèce et de la Turquie, prévoient une récolte et des rendements en forte baisse.

Côté français, après une campagne 2021/2022 qui a dépassé la moyenne de production évaluée à 5 000 t, les opérateurs de la filière estiment la prochaine récolte en forte baisse. Ces prévisions concernent toutes les zones de production.

I.2.5.2. L'oléiculture de l'olivier en Algérie

L'Algérie se positionne après l'Espagne, l'Italie, la Grèce et la Tunisie qui sont par ordre d'importance les plus grands producteurs d'huile d'olive au monde (**Benrachou, 2012**).

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

I.2.5.3. L'oléiculture de l'olivier à Béjaia

La campagne oléicole 2022-2023 se poursuit à travers les localités rurales de Bejaïa, particulièrement dans la vallée de la Soummam et la région du sahel à l'Est de la wilaya. Les zones montagneuses et les plaines longeant l'oued Soummam connaissent, ces derniers jours, une animation particulière en cette période de l'année rythmée par la cueillette des olives qui renouvelle le lien intime des hommes avec un arbre aux précieuses vertus. A Akbou, Seddouk, Tazmalt, Ouzellaguen, Ighil-Ali, Boudjellil, Béni M'likèche et Bouhamza, la cueillette a débuté le mois de novembre et s'est intensifiée durant les vacances scolaires d'hiver. Béjaïa demeure une région à vocation agricole avec une dominance de l'oléiculture.

La production couvre actuellement une superficie de 56.000 hectares avec une densité prédominante dans la vallée de la Soummam. La production annuelle est de dix millions de litres. Cette année, les oléiculteurs tablent sur une production de 17 à 18 litres par quintal. Selon la chambre d'agriculture de Bejaia, environ 8 millions de litres d'huile ont été produits jusque-là. Il faut noter que près de 10500 ha d'oliviers ont été parcourus sur les 54131 ha représentant la superficie en production de la wilaya de Bejaia, ce qui a donné lieu à quelque 254990 hectolitres d'huile avec un rendement moyen de 18 litres le quintal. Les prévisions de production cette année (2022-2023) est estimées à 19 millions de litres et le prix d'un litre d'huile au détail varie entre 700 et 800 DA.

I.3. L'olive

I.3.1. Description de l'olive

L'olive est une drupe à peau lisse, avec une enveloppe charnue entourant un noyau osseux, très dur qui contient une graine quelques fois deux. Sa forme ovale est typique.

Il est initialement de couleur verte, vire au violet et au noir lorsqu'il est complètement mûr dans l'hémisphère nord vers octobre novembre (**Gigon et Jeune, 2010**).

Elle se compose de trois parties : l'épicarpe ou peau (partie externe), le mésocarpe ou pulpe et l'endocarpe (partie interne) (**Benlemlih et Ghanama, 2016**).



Figure 3 : Olives Lucques

I.3.2. Composition de l'olive

Les olives sont principalement composées des composants suivants :

- **L'épicarpe ou peau** : C'est la peau externe de l'olive, fermement attachée à la pulpe. À maturité, L'épicarpe passe du vert tendre (vert olive) au violet ou rouge (olive rotation) puis deviennent noires (olive noire) (**Bianchi, 2003**).
- **Mésocarpe** Une pulpe charnue riche en matière grasse, à la véraison. Initialement verte, elle devient noire à la maturation (**Loussert et Brousse., 1978**).
- **Endocarpe** : noyau fusiforme, très dur, de forme et de taille variables. Il se compose de deux types de cellules, une enveloppe et une graine appelée "noyau" à l'intérieur du noyau. L'endosperme des graines est riche en huile (**Bianchi, 2003**).

Les principaux constituants de l'olive sont l'eau, les polysaccharides et les Triglycérides en plus d'autres constituants présents en petites quantités qui confèrent à l'huile d'une part, une

partie de ses qualités gustatives et nutritionnelles et d'autre part sa stabilité oxydative (Gomez-Rico et al., 2008).

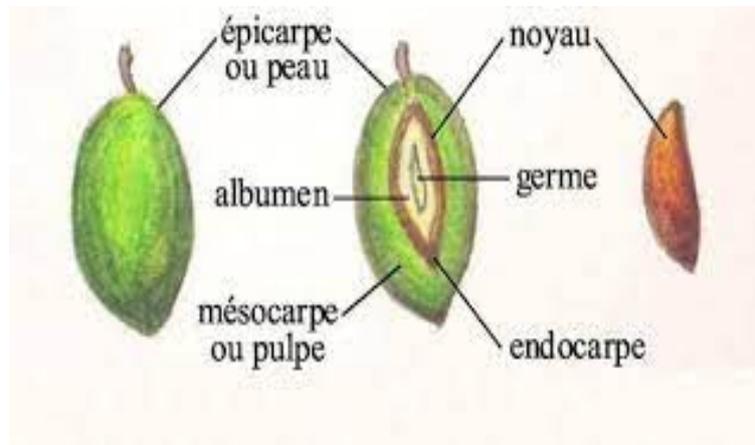


Figure 4 : Le fruit d'olivier (Amourettim et Comet, 2000)

I.3.3. Types d'olive

L'olivier s'identifie en plusieurs variétés. En fait, cette situation reflète une variabilité morphologique importante qui a conduit à une multitude de noms pour une même variété se trouvant dans des milieux différents. On distingue 3 typologies de variétés d'olives en fonction de la destination finale du fruit (Villa, 2003).

I.3.3.1. Olive de table

Elles impliquent une certaine grosseur du fruit et un contenu riche en pulpe et en noyau mais en huile (Villa, 2003).

La classification des olives de table pourrait être faite sur la base du stade de maturation à la récolte (verte, virant à la couleur noire), des préparations commerciales (traitées, naturelles, noircies par oxydation, déshydratées spécialités) et des styles (entières, dénoyautées, farcies, salades et autres). Il existe plusieurs variétés de l'olive comme les variétés ségoise, Ascolana, Sevillane et Azerad en Algérie ; Conservolea et Kalamata en Grèce ; Gemlik, Memecik et Donat en Turquie ; Meski en Tunisie (Paola et al., 2020).

I.3.3.2. Olive pour huile

Leur production doit être constante et garantir une bonne rentabilité en termes de quantité et de qualité d'huile (Villa, 2003).

I.3.3.3. Olive mixte

Elles présentent des propriétés à cheval entre les deux groupes ; en fonction du moment de sa récolte et de son adaptation à la zone de culture, on destine le fruit soit à la table (une fois la taille adéquate atteinte) soit à l'extraction de l'huile (Villa, 2003).

I.3.4. Principales variétés d'olive en Algérie

- a) **Chemlal de Kabylie** : C'est l'une des plus estimées pour la fabrication d'huile. Le fruit est moyen de masse 2.5g. Elle occupe environ 55% de la superficie oléicole du pays (Argenson, 2008).
- b) **Azeradj ou Adjera** : Cette olive à deux fins pèse environ 5g. Elle est très estimée pour la conservation en vert ; mais moins recommandable pour l'huilerie (Argenson, 2008).
- c) **Aberkane** : C'est une autre olive de conserve qui s'emploie à pleine maturité ; mais peut également procurer des résultats satisfaisant en l'huilerie (Argenson, 2008).
- d) **Limli** : C'est un fruit qui pèse 2g pour la fabrication de l'huile (Cifferie, 1941).
- e) **Rougette de Mitidja** : variété rustique, le fruit est moyen et allongé. Utilisé pour la production d'huile (Mendil et Sebai, 2006).

I.4. Huile d'olive :

I.4.1. Définition :

Selon le Conseil Oléicole International (COI, 2015), « l'huile d'olive est l'huile provenant uniquement du fruit de l'olivier (*Olea europaea* L.) à l'exclusion des huiles obtenues par solvant ou par des procédés de ré-estérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature ».

I.4.2. Classification des huiles d'olive

L'huile d'olive est le seul produit alimentaire pour lequel l'évaluation organoleptique est prise en compte pour déterminer sa classification (De Alzaa, 2018).

I.4.2.1. Huiles d'olive vierges

L'huile d'olive extra vierge est l'huile obtenue à partir du fruit de l'olivier uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques, dans des conditions qui n'entraînent aucune modification de l'huile, et qui n'a subi aucune transformation autre que le lavage, la décantation, centrifugation et filtration (COI, 2015) ; à l'exclusion des huiles obtenues par solvant, par adjuvant à action chimique ou biochimique, ou par des procédés de

réestérification et tous mélanges avec des huiles de nature différente (**Muzzalupo et al., 2012**). Ces huiles font l'objet du classement exhaustif et des dénominations suivantes :

I.4.2.1.1. Huiles d'olive vierges propres à la consommation

- **Huile d'olive vierge extra** : dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,8 gramme pour 100 grammes ;
- **Huile d'olive vierge** : dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 2 grammes pour 100 grammes ;
- **Huile d'olive vierge courante** : dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 3,3 grammes pour 100 grammes (**COI, 2015**).

I.4.2.1.2. Huile d'olive vierge non propre à la consommation

Dénommée également huile d'olive vierge lampante est l'huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est supérieure à 3,3 grammes pour 100 grammes. Elle est destinée aux industries du raffinage ou à des usages techniques (**COI, 2015**).

I.4.2.2. Huile d'olive raffinée

C'est une huile d'olive obtenue des huiles d'olive vierges par des techniques de raffinage qui n'entraînent pas de modifications de la structure glycérique initiale. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,3 gramme pour 100 grammes (**COI, 2015**).

I.4.2.3. Huile d'olive coupée

Huile constituée par le coupage d'huile d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges propres à la consommation en l'état. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 1 gramme pour 100 grammes (**COI, 2015**).

I.4.2.4. Huiles de grignons d'olives

Il existe un autre type d'huile d'olive qui peut être mis en évidence, ce sont les huiles de grignons d'olive. Ces huiles sont extraites du grignon d'olive par divers procédés tels que le traitement au solvant ou d'autres méthodes physiques. Il est commercialisé sous les noms et définitions ci-après :

- **L'huile de grignon d'olive brute** : Est l'huile obtenue par traitement au solvant du grignon d'olive. Elle est destinée au raffinage en vue de son utilisation pour la consommation humaine ou destinée à des usages techniques.
- **L'huile de grignon d'olive raffinée** : Est l'huile obtenue à partir de l'huile de grignon d'olive brute par des techniques de raffinage n'entraînant pas de modifications

de structure glycérique initiale. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,3 gramme pour 100 grammes, et ses autres caractéristiques correspondent à celle prescrites pour cette catégorie (**Codex, 2003**).

- **L'huile de grignon d'olive** : Est l'huile constituée par le coupage d'huile de grignon d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges propres à la consommation en l'état. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 1 gramme pour 100 grammes. Ce coupage ne peut, en aucun cas, être dénommé « huile d'olive » (**Hammadi, 2006**).

I.4.3. Composition de l'huile d'olive

Plusieurs facteurs influencent la composition biochimique d'une huile d'olive, tels que la variété d'olive utilisée, le degré de maturité des fruits, les conditions environnementales, la région d'origine, les méthodes d'extraction ainsi que les conditions de stockage (**Cichelli et Pertesana, 2004**).

L'huile d'olive peut être séparée en deux catégories : la fraction saponifiable et la fraction insaponifiable (Figure 5). Environ 98 à 99 % du poids total de l'huile d'olive est constitué de la partie saponifiable, principalement composée de triacylglycérols. Par ailleurs, la partie insaponifiable comprend des stérols, des cires, des antioxydants, des vitamines liposolubles, des alcools aliphatiques et des composés aromatiques. Ces composés mineurs jouent un rôle important en tant qu'indicateurs d'authenticité et de stabilité de l'huile d'olive (**Dib, 2021**).

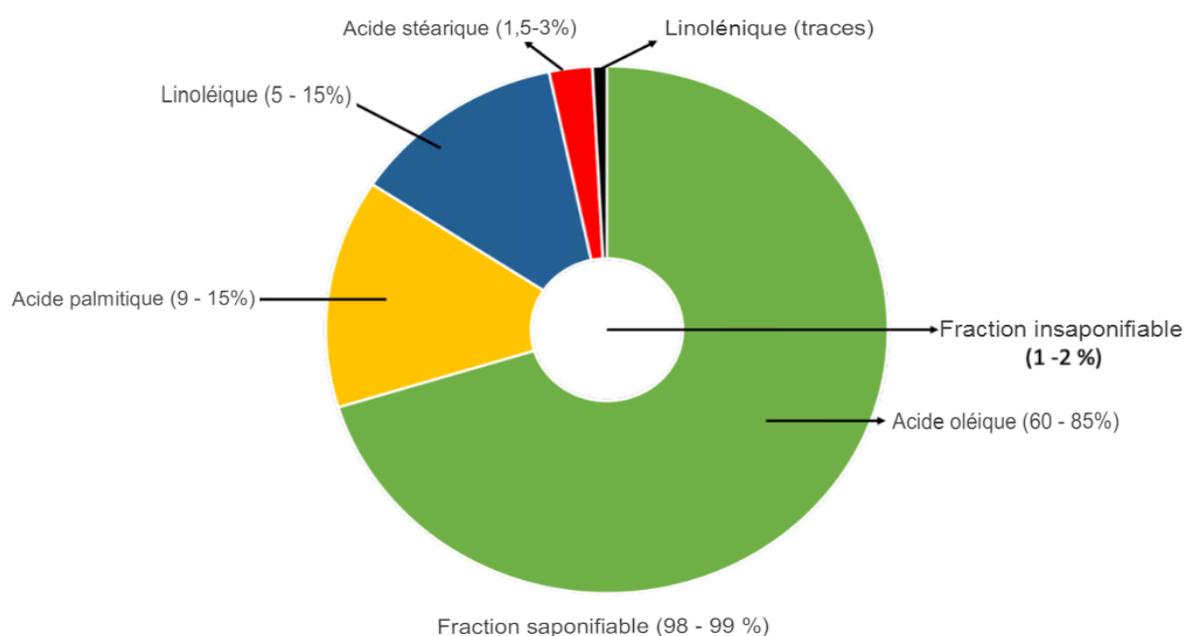


Figure 5 : Composition chimique de l'huile d'olive (**Dib, 2021**).

I.4.3.1. Fraction saponifiable :

Cette fraction représente 99 % de l'huile d'olive (Giuffre et al., 2017). Elle est principalement composée de triglycérides, qui sont des esters de glycérol et d'acides gras.

I.4.3.1.1. Triglycérides

Ce sont des triesters d'acides carboxyliques avec le glycérol (Murry, 1998), constituent le principal composant de l'huile d'olive (89-99%) (Doveri et Baldoni, 2007). Les propriétés physicochimiques de l'huile sont principalement déterminées par les triglycérides (Talantikite, 1988), présenté selon la structure suivante (Figure 6) :

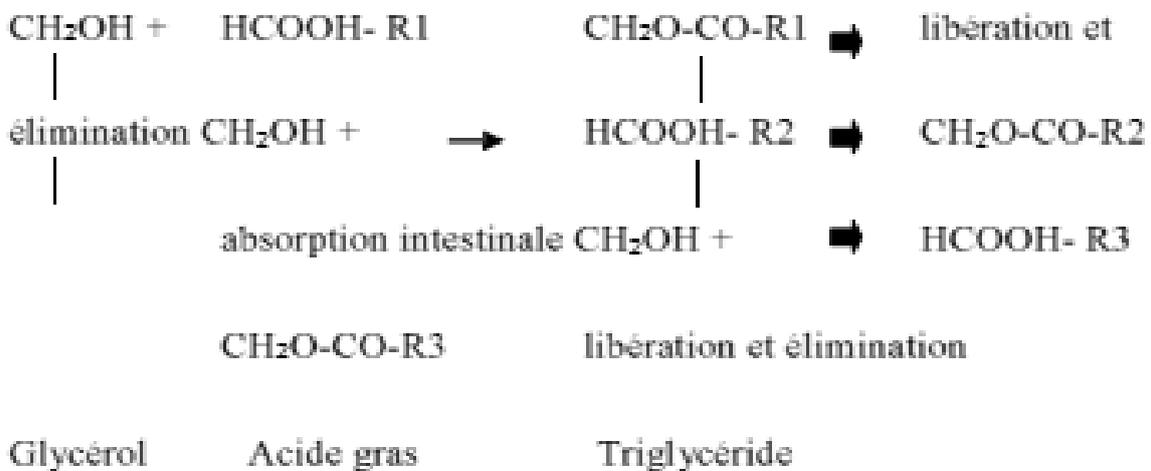


Figure 6 : Structure des triglycérides (Viola, 1997)

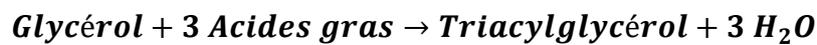
I.4.3.1.2. Les acides gras :

Il existe deux grandes familles d'AGPI : la série en n-6 (ou oméga 6) et la série n-3 (ou oméga 3). Dans l'huile d'olive on trouve de l'acide linoléique (oméga 6) et de l'acide alpha-linolénique (oméga 3).

Les acides gras peuvent se présenter sous deux formes : estérifiés pour former des triacylglycérides ou sous forme libre résultant de l'hydrolyse des triglycérides. Ils peuvent être classés en acides gras saturés, dépourvus de double liaison (tels que l'acide palmitique et l'acide stéarique), en acides gras mono insaturés avec une seule double liaison (comme l'acide oléique) ou en acides gras polyinsaturés (tels que l'acide linoléique et l'acide linolénique) s'ils possèdent deux doubles liaisons ou plus (Gutiérrez et al., 1999). La composition en acides gras de l'huile d'olive est influencée par plusieurs facteurs, tels que l'altitude, la zone de production, le climat, la variété d'olive et le degré de maturation des fruits.

Le profil en acides gras de l'huile d'olive est influencé par la zone de culture, comme l'huile des pays proches de l'équateur qui peuvent présenter des concentrations plus élevées d'acides gras palmitiques, palmitoléiques, linoléiques et linoléiques. En revanche, dans les régions au climat froid, on observe généralement une plus grande proportion d'acide oléique (**Aparicio et al., 1994**). En outre, les régions situées à des altitudes plus élevées présentent des niveaux plus élevés d'acides gras mono insaturés, tandis que les régions de basse altitude ont tendance à avoir des niveaux accrus d'acides gras polyinsaturés et saturés (**Di Bella et al., 2007**).

Dans la nature, ils se trouvent sous la forme de triesters entre des acides gras et du glycérol encore appelés triacylglycérols (TAG) (**Cuvelier et Maillard, 2012**) Selon la réaction :



L'huile d'olive présente une composition très variable en acide gras. Cette composition change selon la variété, les conditions climatiques, et l'origine géographique (**Veillet, 2010**).

I.4.3.2. Fraction insaponifiable

Les insaponifiables de l'huile d'olive sont des constituants présents en quantités réduites, représentant environ 2 % du poids total de l'huile. Ils comprennent une variété de plus de 230 composés chimiques, tels que des polyphénols, des tocophérols, des hydrocarbures, du bêta-carotène, des esters, des aldéhydes, des cétones, des alcools, des stérols, et bien d'autres (**José et al., 2006**). Ces composés jouent un rôle très important dans la caractérisation des huiles et pour leur intérêt nutritionnel (**Brenes et al., 1999**).

I.4.3.2.1. Composés phénoliques

L'huile d'olive se distingue notamment par sa richesse en composés phénoliques avec des variations dans la teneur de ces composés d'un type d'huile à un autre.

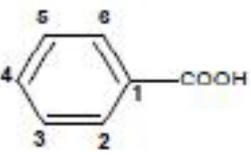
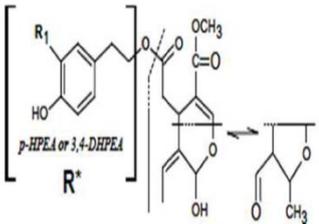
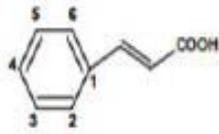
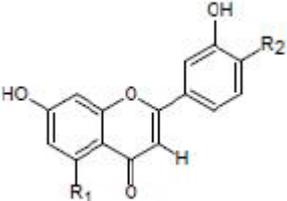
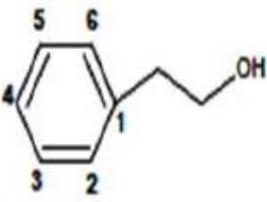
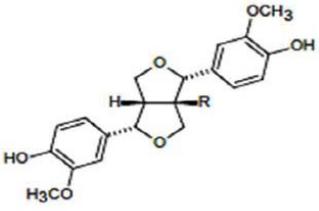
Les composés phénoliques présentent un grand intérêt organoleptique et nutritionnel. Il renferme une variété de composés phénoliques simples et complexes qui améliorent sa stabilité, lui confèrent des propriétés antioxydantes et influencent sa saveur (**Fedeli, 1977**).

Parmi toutes les huiles végétales, l'huile d'olive vierge est pratiquement la seule huile qui contient des substances phénoliques naturelles en quantités très importantes. Les polyphénols ont un impact significatif sur les propriétés sensorielles de l'huile d'olive vierge, notamment en ce qui concerne son goût distinctement amer et piquant, tout en contribuant à sa stabilité en luttant contre l'auto-oxydation (**Alu et al., 2017**). La présence de phénols dans l'huile d'olive

vierge est principalement influencée par la maturité des olives, les conditions climatiques et les propriétés du sol.

En outre, on trouve plusieurs composés phénoliques dans l'huile d'olive, ils lui donnent un goût si particulier (Saitta et al., 2009) dont les principaux sont le tyrosol, l'hydroxytyrosol, l'oleuropéine, les aglycones ligstroside, les formes dialdéhydiques de décarboxyméthyl oleuropéine et les aglycones ligstroside et en fin les acides : gallique, caféique, vanillique, p-coumarique, syringique, férulique, homovanillique, hydroxybenzoïque et protocateurique (Kachouri et Hamdi, 2006). Une teneur réduite en polyphénols dans l'huile d'olive accélère son processus de détérioration.

Tableau 1 : Les classes majeures des composés phénoliques de l'huile d'olive vierge (Bendini et al., 2007).

composé	structure générale	composé	structure générale
<p>Acides benzoïques acides vanillique acides syringique acides galliques Acide Hydroxybenzoïque</p>		<p>Secoiridoïdes Oleupéine aglycone Ligstroside aglycone Oleuropéine Forme dialdéhydique d'oleuropeine aglycone</p>	
<p>Acides cinnamiques Acide p coumarique Acide O. coumarique acide caféique acide férulique</p>		<p>Flavonoïdes Apigénine Lutéoline</p>	
<p>Alcools phénoliques Hydroxytyrosol Tyrosol (3,4 Dihydroxyphenyl) Éthanolglucoside</p>		<p>Lignanes (+)-1-Acétoxypinoresinol (+)-Pinoresinol</p>	

I.4.3.2.2. Les flavonoïdes

Les flavonoides, les lignanes, les hydroxy-isocromanes et les sécoiridoïdes sont également rencontrés dans l'huile d'olive extra vierge. Ils constituent des pigments responsables de la coloration de différents organes végétaux (**Garcia Villalba et al., 2010**).

I.4.3.2.3. Les stérols

Les stérols sont des molécules complexes comportant une fonction alcool (**Dilmi-Bouras, 2004**). L'analyse de la fraction stérolique dans l'huile d'olive illustre la présence de 12 composés, le β -sitostérol est le composé le plus abondant suivi du delta-5 avénostérol et de campestérol (**Lazzez et al., 2006**). La teneur en stérols dans l'huile d'olive peut varier de 1000 à 2000 mg/kg, en fonction de la variété des olives, de leur degré de maturité et d'autres facteurs agronomiques et pédoclimatiques (**Boarelli, 2020**).

Tableau 2 : Les teneurs en différents stérols de l'huile d'olive (**Ouaouich et Chimi, 2007**)

Desméthylstérols	Teneurs
Cholestérol	< 0,5%
Brassicastérol	< 0,1%
Stigmastérol	< 4,0%
Delta-7-stigmastérol	< copestérol pour l'huile commerciale
Bêtasistérol, Δ -5-avénostérol, Avénostérol, cléistérol, Δ -5-23-stigmastiérol, Δ -5-24-stigmastiérol.	< 0,5%
Stérols totaux	> 1000 mg/ kg
Erythrol et uvaol (% des stérols totaux)	< 4,5%

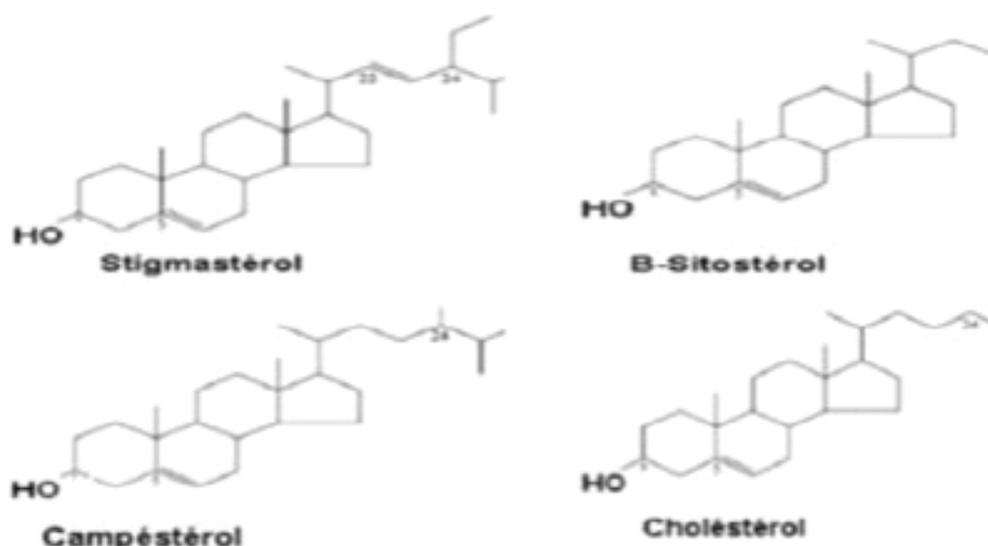


Figure 7 : Structures des principaux stérols de l'huile d'olive (Spanova et Daum, 2011)

I.4.3.2.4. Les tocophérols

Les tocophérols sont des éléments essentiels de l'huile d'olive en raison de leur double action bénéfique. En effet, ils possèdent à la fois des propriétés antioxydantes puissantes et sont une source précieuse de vitamine E (Ollivier *et al.*, 2014). Les tocophérols, présents en grande quantité dans l'huile d'olive, agissent comme des antioxydants naturels. Leur présence contribue à préserver la qualité nutritionnelle de l'huile d'olive en lui assurant une stabilité (Graille, 2003).

Les tocophérols qui se trouvent dans l'huile d'olive sont regroupés en quatre types : α , β , γ et δ tocophérols (Beltrán *et al.*, 2005). Le tocophérol α est la forme prédominante des tocophérols dans l'huile d'olive. Cependant, la teneur des tocophérols varie en fonction de plusieurs facteurs, tels que les conditions climatiques et de récolte, la variété des olives utilisées, le degré de maturité des fruits et le procédé d'extraction de l'huile.

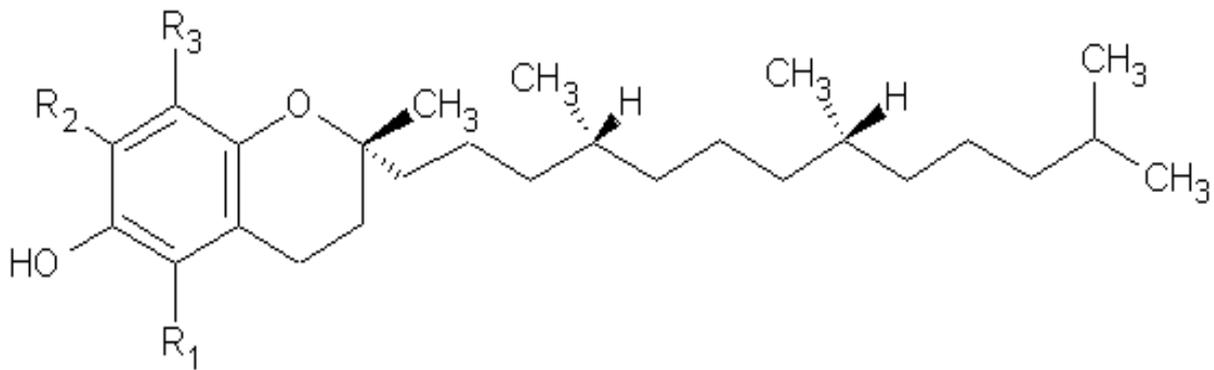


Figure 8 : Structure des tocophérols (Chanforan, 2010)

I.4.3.2.5. Les pigments (chlorophylles et caroténoïdes)

Les principaux pigments présents dans l'huile d'olive sont les chlorophylles et les caroténoïdes et leur concentration varie en fonction des caractéristiques physico-chimiques des fruits, de l'origine géographique, du climat, des conditions d'irrigation et du processus mécanique d'extraction utilisé. Les chlorophylles se trouvent principalement sous forme de pheophytines, en particulier la phéophytine a, où le magnésium est remplacé par deux ions d'hydrogène, il confère à l'huile d'olive sa couleur verte caractéristique (Lazzerini et al., 2016).

Une faible concentration de chlorophylle dans l'huile d'olive contribue à réduire les risques d'oxydation. Les chlorophylles a et b, ainsi que leurs produits de dégradation (les pheophytines a et b) présents dans l'huile d'olive, ont la capacité de réagir à la lumière, ce qui entraîne la conversion de l'oxygène atmosphérique en oxygène singulet hautement réactif. Ce dernier interagit directement avec les acides gras insaturés, créant des hydroperoxydes très instables. Ces hydroperoxydes peuvent ensuite se décomposer en composés volatils de faible poids moléculaire, qui sont les principaux responsables du rancissement de l'huile d'olive vierge (Ben Tekaya et Hassouna, 2007).

Les caroténoïdes sont des pigments naturellement répandus, se caractérisent par leur capacité à absorber efficacement la lumière visible. Lorsqu'ils sont présents en quantités adéquates dans l'huile d'olive, ils contribuent significativement à retarder le phénomène de photooxydation et à maintenir la qualité de l'huile tout au long de sa période de stockage (Lazzez et al., 2006).

Un nombre substantiel d'études épidémiologiques a mis en évidence les capacités des caroténoïdes à agir efficacement en tant que pièges des radicaux libres et de l'oxygène. De

plus, une consommation régulière de certains caroténoïdes a été associée à une réduction significative du risque de développer diverses formes de cancer (**Choi et al., 2004**).

I.4.3.2.6. Hydrocarbures

Le squalène est le principal hydrocarbure de l'huile d'olive, un triterpène qui apparaît dans la voie de la biosynthèse du cholestérol, il représente 30 à 50% de la fraction insaponifiable (**El Antari et al., 2000**). C'est un hydrocarbure polyénique, est présent en plus grande quantité dans l'huile d'olive que dans toute autre huile végétale ou animale. Il joue un rôle essentiel en tant que précurseur métabolique du cholestérol et d'autres stérols.

L'huile d'olive possède plus de 77 composés d'hydrocarbures aromatiques qui contribuent à son arôme distinctif et à sa saveur caractéristique (**Mendoza et al., 2013**). Il est primordial de ne pas sous-estimer ces composés car ils ont une incidence positive sur la digestion.

I.4.4. Étapes de production de l'huile d'olive

La fabrication de l'huile d'olive est un processus qui a été évolué au fil du temps, combinant des méthodes traditionnelles et des avancées technologiques modernes. Ce procédé vise à extraire l'huile des olives de manière efficace tout en préservant la qualité et les caractéristiques aromatiques uniques de cette précieuse huile, voici les étapes générales de fabrication de l'huile d'olive :

I.4.4.1. Récolte des olives

La récolte des olives se déroule généralement à l'automne, lorsque les fruits sont à leur maturité optimale. Différentes méthodes de récolte sont utilisées, et elles varient selon les régions. La récolte peut être effectuée par cueillette à la main, par gaulage (ramassage des fruits tombés au sol), ou par des moyens mécaniques tels que l'utilisation de peignes pneumatiques ou de secoueurs. La cueillette s'étend de septembre pour les variétés précoces à février pour les variétés tardives. Cependant, de nos jours, des méthodes mécaniques, telles que l'utilisation de machines vibrantes ou de peignes spéciaux, sont couramment employées pour faciliter la récolte.

I.4.4.2. Nettoyage, broyage et malaxage des olives

Aussitôt après la cueillette, les olives destinées à la fabrication de l'huile sont triées pour éliminer les brindilles et les feuilles, puis lavées à l'eau froide. Ensuite, les olives sont broyées immédiatement, pour éviter toute oxydation, avec les noyaux, qui contiennent un antioxydant, comme conservateur naturel. Le broyage peut être effectué avec des meules en pierre ou avec un broyeur métallique. Le broyage ne suffit pas à briser la totalité des vacuoles contenant

l'huile. Pour libérer le maximum d'huile, un malaxage est appliqué à la pâte jusqu'à l'obtention d'une pâte onctueuse pour faciliter l'extraction. Le broyage et le malaxage permettent d'obtenir une pâte qui contient de la matière solide (débris des noyaux, d'épiderme, de parois cellulaires, ...) et du fluide (huile et l'eau de végétation, c'est-à-dire l'eau contenue dans les cellules de l'olive) (**Benabid, 2009**).

Le but de malaxage est l'homogénéisation de la pâte comme il permet l'augmenter de regroupement des gouttelettes d'huile en gouttes de plus grandes dimension de façon qu'elles puissent être séparées de la pâte (**Guezlaoui, 2011**).

I.4.4.3. Séparation des phases

Une fois la pâte d'olive est homogénéisée et la coalescence est effectuée, l'étape qui suit consiste à la séparation des deux phases, solide et liquide. Deux systèmes de séparation des phases sont adaptés: un système de presse et un système de centrifugation horizontale (**Iddir, 2019**).

I.4.4.3.1. Séparation des phases liquides-solides

La pâte malaxée va être ensuite centrifugée horizontalement dans le but de séparer les deux phases. La phase solide contient les restes des noyaux ainsi que la peau et la pulpe des olives dépourvue de son huile et la phase liquide contient de l'huile. La phase solide s'appelle "grignons" et constitue l'un des deux principaux coproduits de la fabrication de l'huile d'olive (**Iddir, 2019**).

I.4.4.3.2. Séparation des phases liquides-liquides

La phase liquide est un mélange d'eau et d'huile qu'il faut séparer. Cela se fait soit par une simple décantation gravitationnelle, soit par une centrifugation. La phase séparée de l'huile constitue le second coproduit de la fabrication de l'huile d'olive. Cette phase aqueuse est appelée "margines" (**Iddir, 2019**).

I.4.4.4. Extraction de l'huile d'olive

L'extraction d'huile d'olive consiste à séparer le moût d'huile et les grignons. Cependant, le rejet des margines ou eaux de végétation est un problème écologique majeur durant la production d'huile d'olive (**Chimi, 2006**). La qualité finale de l'huile d'olive dépend de la mise en oeuvre correcte de ces phases (**Guezlaoui, 2011**).

I.4.4.4.1 Extraction discontinu ou système à presse (traditionnelle)

L'extraction est effectuée par des presses hydrauliques où la pâte est placée dans des doubles disques appelés « scourtins » puis pressée. La séparation des deux phases est faite par une simple décantation. Les sous-produits obtenus sont le grignon brut et le moût (**Bianchi, 1999**).

I.4.4.4.2. Extraction continue ou par centrifugation (moderne)

Est un processus moderne de production d'huile d'olive. Les phases liquides et solides sont séparées par centrifugation. Deux technologies sont proposées par les constructeurs : la centrifugation à trois phases, la plus utilisée en Algérie, et la centrifugation à deux phases (**COI, 2006**).

a) Extraction continue à deux phases

Consiste à séparer les composants de l'olive en deux phases distinctes. Les olives sont broyées pour former une pâte, qui est ensuite introduite dans un décanteur à deux phases. Ce décanteur utilise la centrifugation pour séparer l'huile d'olive d'une part, et une fraction liquide appelée "alpechin" ou "eaux de végétation" d'autre part. L'alpechin est constitué d'eau, de pulpe d'olive et d'autres composants indésirables. Cette méthode permet d'obtenir une huile d'olive de haute qualité tout en réduisant la quantité de déchets produits.

b) Extraction continue à trois phases

Dans l'extraction à trois phases, les olives sont broyées pour former une pâte, qui est ensuite introduite dans un décanteur à trois phases. Ce décanteur permet de séparer les trois composants principaux de l'olive : l'huile d'olive, les grignons (résidus solides) et les margines (résidus liquides). Les margines contiennent une grande quantité d'eau, de pulpe d'olive et d'autres substances indésirables. Cette méthode permet donc une séparation complète des composants, mais produit une plus grande quantité de déchets et nécessite l'ajout d'eau pour faciliter la séparation.

La figure 9 résume les deux systèmes d'extractions de l'huile d'olive.

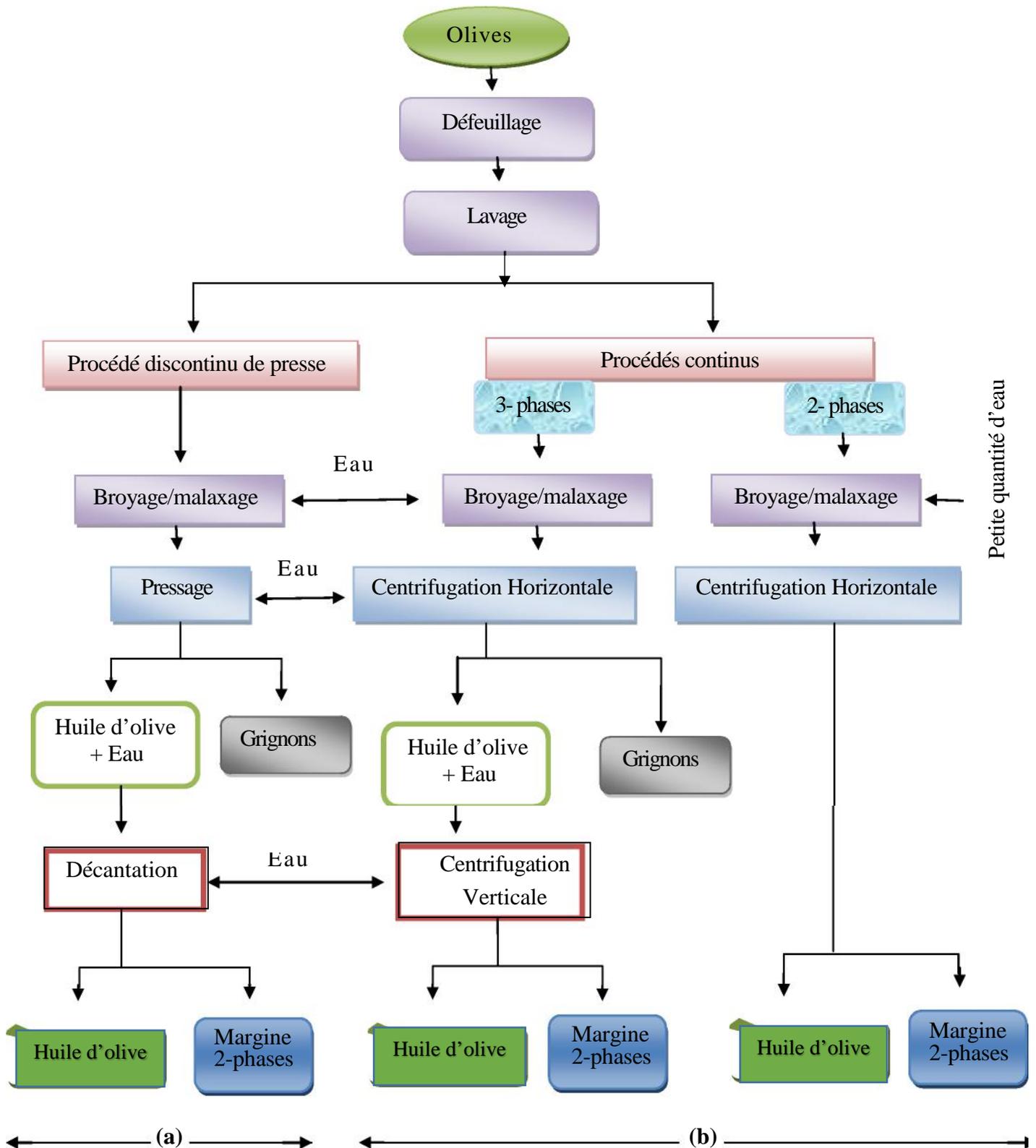


Figure 9 : (a) Procédé d'extraction traditionnelle, (b) Procédé d'extraction moderne

(Benlemlih et al., 2012)

I.5. Détermination de la teneur totale en composés phénoliques dans les échantillons d'huile d'olive par la spectrométrie UV-visible et l'étalonnage multivariée PLS

I.5.1. Méthodes prédictives

Les méthodes de régression ont pour objectif de construire un modèle d'étalonnage qui permet de prédire au mieux des valeurs d'une ou plusieurs variables quantitatives y représentant les concentrations en analytes à partir de spectres mesurés sur de nouveaux échantillons X , à l'aide des techniques statistiques multidimensionnelles comme la régression au sens des moindres carrés partiels, PLS (Partial Least Squares regression).

I.5.2. La régression PLS (Partial Least Squares regression)

La régression PLS (Partial Least Squares Regression) est une méthode de modélisation linéaire, qui consiste en une régression de la variable à prédire y sur des variables t_1, t_2, \dots, t_A qui sont des variables latentes (combinaisons linéaires de x_1, x_2, \dots, x_m) où m représente le nombre de colonnes de la matrice X des variables prédictives. Les variables latentes en PLS sont construites pour maximiser la covariance entre X et y . Elles sont déterminées en tenant compte non seulement des variables prédictives mais aussi de la variable à prédire (**Bertrand et al., 2000**).

I.5.3. Prédiction de la teneur en polyphénols totaux

Dans le présent travail, nous présentons l'application de la PLS et des spectres UV pour prédire la teneur totale en phénols dans des échantillons d'huile d'olive. Le modèle PLS a été construit en corrélant la teneur totale en phénols déterminée par le test Folin-Ciocalteu avec les données spectrales de l'huile diluée avec de l'hexane, en sélectionnant les meilleures conditions pour construire le modèle. La méthode a été appliquée à la détermination de la teneur totale en phénols dans les échantillons d'huiles étudiées. L'avantage de cette approche est qu'elle ne nécessite pas d'extraction préalable et/ou de purification des analytes de la matrice de l'échantillon.

Chapitre II
Matériels et méthodes

Chapitre II

Matériels et méthodes

II.1. Introduction

Ce chapitre est consacré à la description détaillée des matériels et des méthodes utilisés pour l'analyse des caractéristiques physico-chimiques d'un total de 15 échantillons d'huiles d'olive issus de huileries modernes de différentes régions de la wilaya de Béjaïa. Ces échantillons ont été collectés en veillant à ce qu'ils représentent une diversité géographique adéquate et couvrent une gamme de variétés d'olives cultivées dans les communes de Tamridjt (03 échantillons), Kherrata (03 échantillons), Derguina (03 échantillons), Akbou (01 échantillon), Smina (01 échantillon), El-kseur (01 échantillon), Toudja (01 échantillon), Tala yilef (01 échantillon), Amtik -n-tafath (01 échantillon).

Cette section revêt une importance primordiale car elle présente en détail les matériels, les méthodes et procédures qui ont été utilisés lors de notre étude pour détermination des propriétés physico-chimiques des échantillons d'huile d'olive étudiés.

II.2. Présentation de la zone d'étude

La wilaya de Bejaïa, située en Algérie, qui s'étend sur une superficie de 3261 km², est une région d'une grande richesse naturelle et culturelle. Elle est localisée sur la côte méditerranéenne, au nord-est du pays, et occupe une position stratégique entre les montagnes de la Kabylie et la mer, Elle est délimitée :

- à l'ouest par les wilayas de **Tizi-Ouzou** et **Bouira** ;
- au sud par les wilayas de **Bouira** et **Bordj-Bou-Argeridj** ;
- à l'est par les wilayas de **Sétif** et **Jijel** ;
- au nord par la **mer Méditerranée**.

II.3. Matériels

II.3.1. Matériel végétal : huile d'olive (Echantillonnage)

Notre étude a porté sur quinze échantillons d'huile d'olive d'origine algérienne collectés à partir des huileries localisées dans neuf régions de la wilaya de Bejaia (Figure10), durant la campagne oléicole 2022-2023, les échantillons de l'huile d'olive de cette étude sont issus des fruits récoltés manuellement avec gaulage et à la main sur le filet dans la période (novembre – janvier), Ensuite, les échantillons ont été stockés dans des sacs en plastique pendant des périodes variables, allant de 5 à 10 jours.

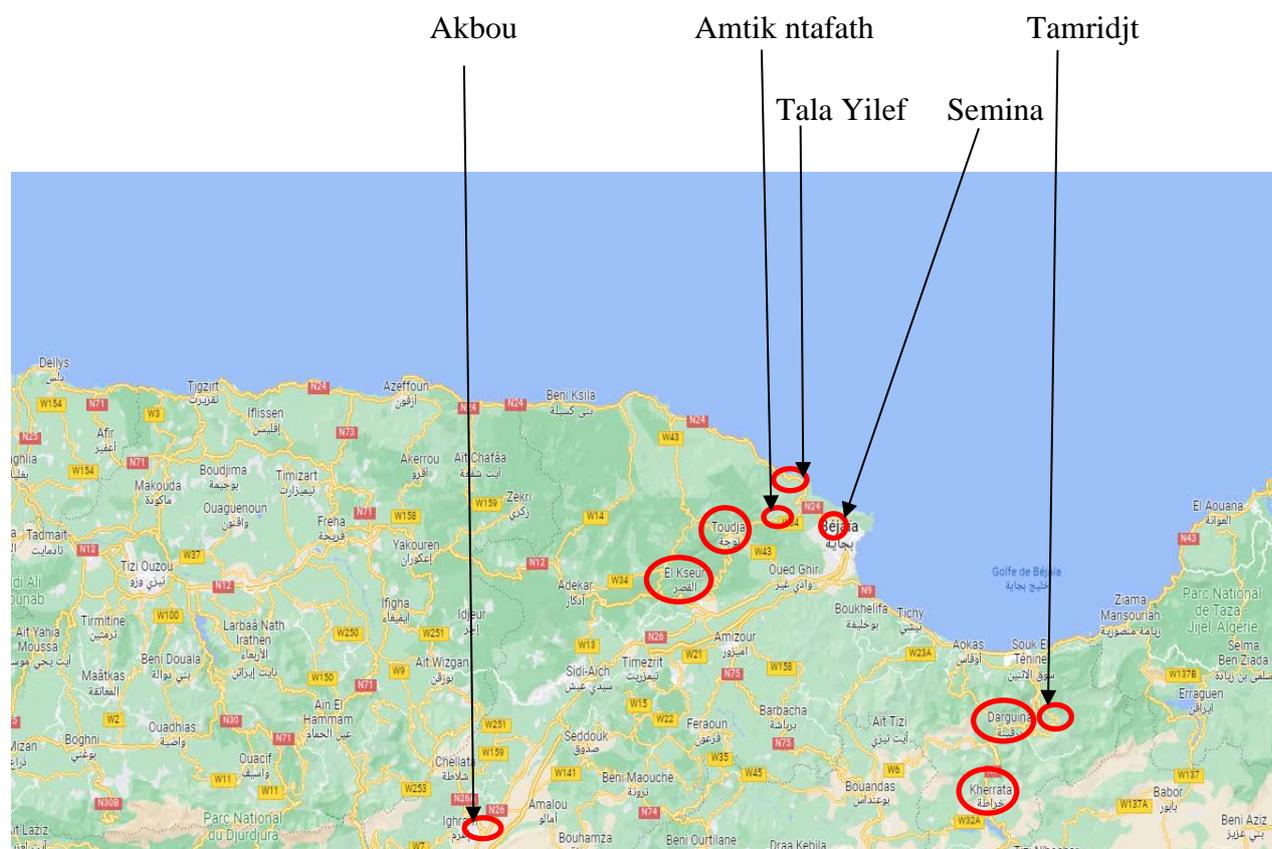


Figure 10 : Localisation des régions qui ont participé à l'étude

Les échantillons d'huile d'olive sont mis dans des flacons en verre foncé propres et sèches d'une taille minimale de 250 ml muni de bouchon, et placé à l'abri de la lumière selon la norme (AFNOR, 1987) afin d'éviter le phénomène d'auto-oxydation qui dépend de plusieurs facteurs, entre autres, le degré d'instauration de l'huile, les acides gras libres, la présence de traces métalliques et d'eau, l'emballage utilisé, la température ambiante, l'oxygène de l'atmosphère et l'exposition à la lumière du jour pour les emballages transparents. Une

étiquette est collée sur chaque flacon indiquant le numéro de chaque échantillon et le lieu oléicole (Figure11).



Figure 11 : Les échantillons d'huile d'olive

La partie expérimentale a été réalisée au niveau du laboratoire N° 08 (Laboratoire des Procédés Membranaires et des Techniques de Séparation et de Récupération LPMTSR) du Bloc N° 11 de la faculté de Technologie, université de Bejaia. Les caractéristiques des échantillons d'huile d'olive sont présentées dans le tableau 3 ci-dessous :

Tableau 3 : Zones géographiques des olives étudiées

Wilaya	Commune	code
Bejaia	Tamridjet	Tam1
Bejaia	Tamridjet	Tam2
Bejaia	Tamridjet	Tam3
Bejaia	Kherrata	Khe1
Bejaia	Kherrata	Khe2
Bejaia	Kherrata	Khe3
Bejaia	Derguina	Der1
Bejaia	Derguina	Der2
Bejaia	Derguina	Der3
Bejaia	Akbou	Akb
Bejaia	Smina	Smi
Bejaia	El-Kseur	Elk
Bejaia	Toudja	Tou
Bejaia	Tala-Yilef	Tal
Bejaia	Amtik-Ntafath	Amt

II.3.2. Appareillages

Les principaux appareils utilisés dans cette expérimentation sont :

- Rota vapeur ;
- Etuve (Heraeus) ;
- Spectrophotomètre UV-Visible (EVOLUTION 220, Thermo SCIENTIFIC), couplé avec un ordinateur, en utilisant des cuves en quartz de trajet optique de 1 cm.
- Viscosimètre (AND VIBRO VISCOMETER) ;
- Balance électronique de 1mg de précision (OHAUS) ;
- Chauffe ballon ;
- Vortex ;
- Centrifugeuse (Hettich) ;
- Dessiccateur ;
- Spectroscopie infrarouge (The Thermo Scientific Nicolet iS50 FT-IR).

II.3.3. Matériels utilisés

- Un Thermomètre pour la mesure de la température ;
- Une micropipette (10 à 1000 µg) (Accumax PRO) ;
- Une plaque chauffante avec agitation ;
- Un distillateur pour la préparation de l'eau distillée ;
- Erlenmeyers ;
- Bêchers ;
- Boîtes de pétri ;
- Fioles jugées de 25 ml, 50 ml, 100 ml et 1000 ml ;
- Papier absorbant ;
- Para-film ;
- Papier aluminium ;
- Pissette ;
- Pipette ;
- Pro-pipette ;
- Eprouvette ;
- Spatule.

II.3.4. Produits et réactifs chimiques

Les principaux réactifs utilisés dans notre étude sont présentés dans le tableau 4.

Tableau 4 : Les réactifs utilisés lors des expériences

Réactifs utilisés	Masse molaires (g/mole)	Pureté(%)	Formule chimique
• Cyclohexane	84,16	99	C ₆ H ₁₂
• n-Hexane	86,18	95	C ₆ H ₁₄
• Acide acétique	60,05	99,8	C ₂ H ₄ O ₂
• Hydroxyde de potassium	56,11	/	KOH
• Iodure de potassium	166,01	99	KI
• Carbonate de sodium	105,99	99,8	Na ₂ CO ₃
• Trichlorure d'aluminium	241,33	100	AlCl ₃
• Ethanol	46	99,9	C ₂ H ₅ OH
• Chloroforme	119,38	/	CHCl ₃
• Thiosulfate de sodium	248,17	99,5	Na ₂ S ₂ O ₃ .5H ₂ O
• Réactif de Folin-Ciocalteu	/	/	/
• Acide gallique	188,14	/	C ₇ H ₆ O ₅ .H ₂ O
• Quercétine	302,24	95	C ₁₅ H ₁₀ O ₇
• Empois d'amidon	/	/	(C ₆ H ₁₀ O ₅) _n
• Phénolphaléine	/	/	C ₂₀ H ₁₄ O ₄
• Méthanol	32,04	99,9	CH ₄ O
• Hydroxide sodium	40	98	NaOH

II.4. Préparation des solutions

- **Empois d'amidon** : Mélanger 0,5g d'amidon dans une petite quantité d'eau distillée, ensuite ajouter ce mélange à 50 ml d'eau distillée.
- **Thiosulfate de sodium** : on dilue 0,24g de thiosulfate de sodium dans 100 ml d'eau distillé.
- **Iodure de potassium** : On dilue 14g d'iodure de potassium dans 10 ml d'eau distillé (solution saturée).

- **Solution de Folin-Ciocalteu diluée** : Un volume de 1 ml de FC est additionné avec 9 ml d'eau distillée. Stocké à l'abri de la lumière dans un réfrigérateur.
- **Solution de chlorure d'Aluminium hexa hydraté ($\text{AlCl}_3, 6\text{H}_2\text{O}$)** : On introduit dans une fiole de 100 ml une masse de 3,62 g (pesée à l'aide d'une balance précise à 1 mg) de chlorure d'aluminium, sous la hotte on ajoute une quantité de méthanol et on agite jusqu'à sa dissolution totale, puis on remplit jusqu'au trait de jauge.
- **Solution de carbonate de sodium (Na_2CO_3)** : On introduit dans une fiole de 100 ml une masse de 7,5 g (pesée à l'aide d'une balance précise à 1 mg) de carbonate de sodium, on ajoute une quantité d'eau distillé et on agite jusqu'à sa dissolution totale, puis on remplit jusqu'au trait de jauge.
- **Solution méthanol-eau** : Dans une fiole de 100 ml, mettre 40 ml d'eau distillée et 60 ml de méthanol.

II.5. Méthodes d'analyses physiques

II.5.1. Teneur en eau et en matière volatiles (Humidité)

- **Définition**

La teneur en eau et en matière volatiles d'un corps gras est définie comme étant la perte de la masse subie par ce produit après son chauffage à 105 °C.

- **Principe**

Il consiste à provoquer le départ d'eau par chauffage d'une quantité connue d'huile jusqu'à l'élimination complète de l'eau.

- **Protocole expérimental**

- Nous avons séché une boîte de pétri dans une étuve à 105 °C pendant 2 heures puis nous l'avons laissé refroidir dans un dessiccateur et pesé (m_0).
- Nous avons ensuite pesée 2,5 g d'huile d'olive dans la boîte de pétri préalablement taré (ml) et nous avons mis la boîte de pétri contenant l'huile d'olive dans une étuve pendant une heure à 105 °C.
- Nous l'avons ensuite laissé refroidir dans un dessiccateur, puis pesé (m_2).
- Nous avons répété la même opération dans les mêmes conditions jusqu'à l'obtention d'un poids constant.

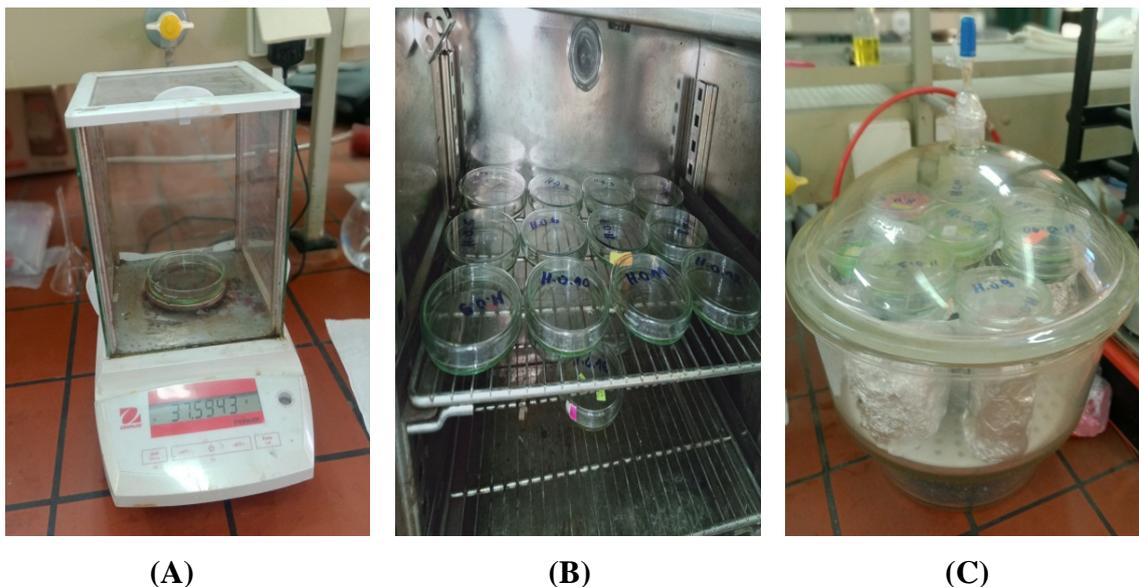


Figure 12 : Différentes étapes de la détermination du taux d'humidité de l'huile d'olive

- **Méthode de calcul**

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

Avec :

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

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

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

II.5.2. Densité

- **Définition**

C'est le rapport de la masse d'un certain volume d'huile à 20 °C, et la masse d'un volume égal d'eau distillée à la même température (**Lion, 1955**). La masse volumique dépend de la composition chimique de l'huile et de la température.

- **Protocole expérimental**

A l'aide d'un pycnomètre on mesure la masse de ce dernier vide puis remplis d'eau et aussi remplis d'huile (**AFNOR, 1984**).

- Faire peser le pycnomètre propre vide et sec (m_0) ;
- Peser le même pycnomètre remplie d'eau distillée (m_1) ;

- Vider le pycnomètre et le faire sécher ;
- Peser le pycnomètre rempli d'huile d'olive (m_2) ;
- Répéter la même opération avec tous les échantillons d'huile d'olive.



Figure 13 : Détermination de la densité

- **Méthode de calcul**

La densité est donnée par l'expression suivante :

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

Avec :

m_0 : masse de pycnomètre vide.

m_1 : masse de pycnomètre remplis d'eau.

m_2 : masse de pycnomètre remplis d'huile.

II.5.3. Coefficients d'extinction spécifique

- **Définition**

L'examen photométrique dans l'ultraviolet peut fournir des indications sur la qualité d'une matière grasse, sur son état de conservation et sur les modifications dues aux processus technologiques (CEE, 1991). En effet, l'extinction spécifique d'une huile est une image de son état d'oxydation, plus son extinction à 232 nm est élevée, plus elle est oxydée par la présence d'hydroperoxyde. De même, plus l'extinction à 270 nm est forte, plus l'huile est

riche en produits secondaires d'oxydation qui traduit ainsi sa faible aptitude à la conservation (Wolff, 1968).

- **Principe**

Cette analyse permet de calculer les coefficients d'extinction K_{232} et K_{270} 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**

L'extinction spécifique dans l'UV a été déterminée selon la méthode décrite par le (COI, 1996).

Une prise d'essai de 0,25 g d'huile d'olive a été mise dans une fiole de 25ml et le cyclohexane a été ajouté jusqu'au trait de jauge. Les absorbances à deux longueurs d'ondes 232 et 270 nm ont été mesurées.



Figure 14 : Détermination de l'extinction spécifique

- **Méthode de calcul**

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

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

Avec :

$K(\lambda)$: extinction spécifique à la longueur d'onde λ (232/270).

$A(\lambda)$: extinction mesurée à la longueur d'onde λ (232/270).

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

L : épaisseur de la cuve en quartz en cm ($L = 1$ cm).

II.5.4. Spectres UV

II.5.4.1. Echantillons d'huiles diluées avec l'hexane

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

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



Figure 15 : Echantillons d'huile d'olive diluées avec l'hexane

II.5.4.2. Extraits méthanoliques

Nous avons adopté le protocole de (Zhao et al, 2006) pour obtenir les extraits méthanoliques :

- Dissoudre 2,5 g d'huile d'olive dans 5 ml d'hexane ;
- Ajouter 3 ml du mélange méthanol-eau (60/40, vol/vol) ;
- Agitation avec un système de vortex pendant 2 min ;
- Séparer les deux phases par centrifugation (à 3500 tpm pendant 10 min) ;
- Refaire l'extraction de la même manière sur la phase d'hexane obtenue ;
- Mélanger les extraits méthanoliques obtenus.

- **Protocole expérimental**

Une goutte fine d'huile est déposée et bien étalée sur la surface centrale de la pastille. Le nettoyage des pastilles après chaque mesure est effectué avec du chloroforme. Après collections des données, les spectres IR obtenus seront traités.

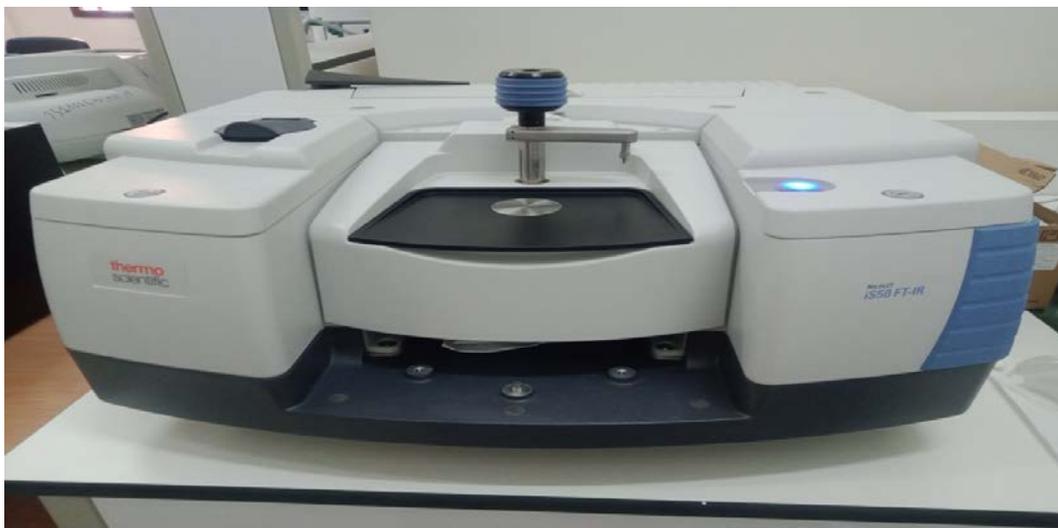


Figure 17 : Spectrophotomètre IR (ATR)

II.6. Méthodes d'analyses chimiques

II.6.1. Indice d'acide et acidité

- **Définition**

L'indice d'acide est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaires pour la neutralisation des acides libres contenus dans un gramme de corps gras (LION, 1995).

L'acidité libre est la teneur en acides gras libres résultant de l'hydrolyse des triglycérides présent dans l'huile d'olive. Elle est exprimée en pourcentage, le nombre de grammes d'acide oléique libre pour 100 grammes d'huile.

- **Principe**

Le principe consiste à neutraliser les acides libres par une solution alcoolique d'hydroxyde de Sodium titrée. Elle consiste à un dosage acido-basique d'une huile correspondant à la neutralisation selon la réaction ci-contre :



- **Protocole expérimental**

L'acidité libre de chaque huile a été déterminée selon la norme officielle de l'organisation Internationale de Normalisation (**ISO 660, 1996**) :

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



Figure 18 : Détermination de L'acidité libre

- **Méthode de calcul**

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

$$\text{Indice d'acide} = \frac{56,1 \times V \times N}{m}$$

L'acidité libre est exprimée par la relation suivante :

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

Avec :

V : est le volume en millilitres de la solution titrée de potasse KOH utilisé.

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

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

m : est la prise d'essai en grammes.

56,1 : mase molaire exprimée en gramme/mole de potasse KOH.

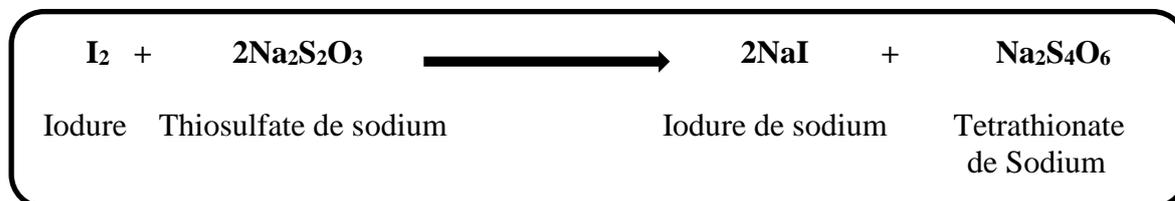
II.6.2. Indice de peroxyde

- **Définition**

L'indice de peroxyde d'un corps gras est le nombre de microgrammes de peroxyde actif contenu dans un gramme de produit, ce paramètre nous renseigne sur le degré d'oxydation de l'huile (COI, 2011). En milieu acide, les hyperoxydes réagissent avec l'ion iodure pour générer de l'iode qui est titré par une solution de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon (UICPA, 1979). Il est exprimé en milliéquivalents d'oxygène actif par Kg de matière grasse pouvant oxyder l'iodure de potassium en présence d'acide acétique et de chloroforme.

- **Principe**

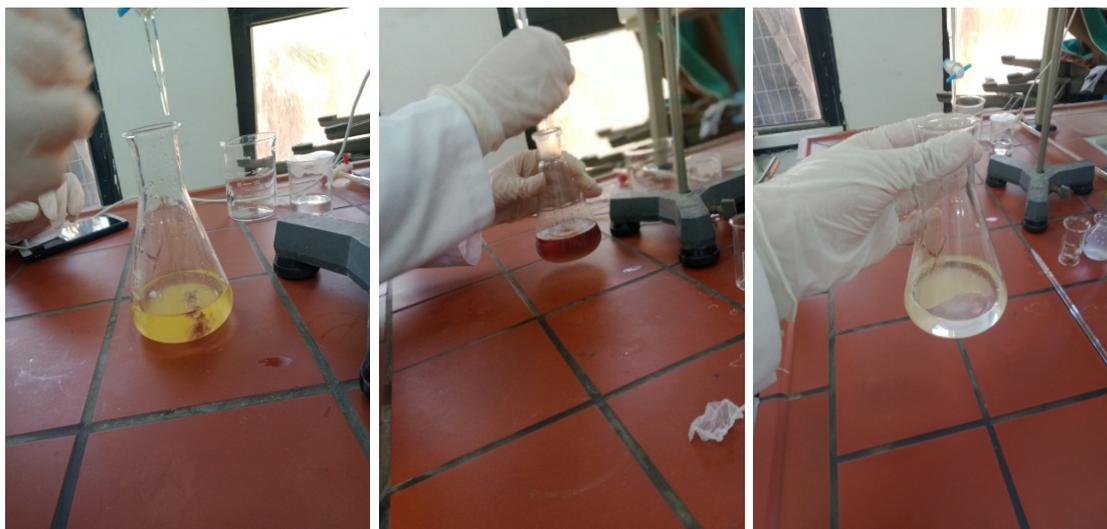
Le principe repose sur le titrage de l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ selon cette réaction :



- **Protocole expérimental**

L'indice de peroxyde est mesuré selon la norme (ISO 3960, 2001).

- Peser 2g d'huile d'olive dans un erlenmeyer.
- Ajouter 10 ml du chloroforme, 15 ml d'acide acétique puis 1 ml de la solution d'iodure de potassium fraîchement préparée.
- Boucher l'erlenmeyer l'agiter et le laisser 5 min à l'abri de la lumière.
- Ajouter 75 ml d'eau distillée.
- Ajouter 3 à 4 gouttes d'empois d'amidon.
- Titrer avec la solution de thiosulfate de sodium en agitant vigoureusement.



(A)

(B)

(C)

Figure 19 : Différents étapes de détermination de l'indice de peroxyde

- **Méthode de calcul**

L'indice de peroxyde est donné par la formule :

$$IP = \frac{(V-V_0) \times N}{m} \times 1000 \text{ (milliéquivalents O}_2\text{/kg)}$$

Avec :

V_0 : Volume (ml) de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0,01 N) nécessaire pour titrer l'essai à blanc.

V : Volume (ml) de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0,01 N) nécessaire pour titrer l'échantillon.

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

N : Normalité de la solution de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) utilisée.

II.6.3. Extraction des composés phénoliques

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

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



Figure 20 : Extraction liquide- liquide

II.6.4. Dosage des polyphénols totaux

II.6.4.1 Principe et protocole

- **Principe**

Les phénols totaux sont extraits d'une prise d'essai de l'échantillon d'huile par un mélange volumique méthanol/eau, puis dosés par spectrophotométrie UV en présence de réactif de Folin. Le dosage des phénols totaux des extraits méthanoliques est effectué selon la méthode de Folin-Ciocalteu (**Singleton et al, 1965**). Ce réactif jaune est constitué d'un mélange d'acide phosphotungstique et d'acide phosphomolybdique. Il est réduit lors de l'oxydation des phénols, en un mélange bleu d'oxydes de tungstène et de molybdène possédant une absorption maximale aux environs de 760 nm (**Boizot et al, 2006**). L'estimation de la teneur en composés phénoliques a été réalisé selon la méthode utilisée par Zhao (**Zhao et al, 2006**).

- **Protocole**

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

Le protocole du dosage est effectué comme suit :

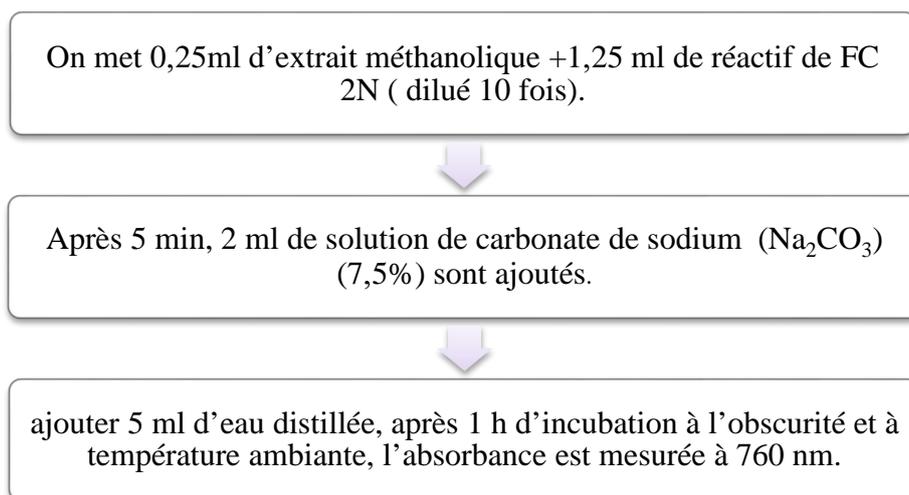


Figure 21 : Etapes de dosage des polyphénols totaux (Zhao et al, 2006)

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



Figure 22 : Dosage des polyphénols totaux

II.6.4.2. Courbe d'étalonnage de l'acide gallique

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

➤ **Préparation de la solution mère d'acide gallique mono hydraté (C₇H₆O₅H₂O)**

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

➤ **Détermination des étalons**

Nous avons préparé des étalons à différentes concentrations dans des fioles de 25 ml à partir de la solution mère d'acide gallique. 0,25 ml de l'étalon AG + 1,25 ml de réactif FC à 2N (dilué 10 fois) 5 minutes plus tard on a ajouté 2 ml de solution de carbonate de sodium (Na₂CO₃) (7,5%) + 5 ml de l'eau distillée, incubé pendant 1h à température ambiante dans l'obscurité, et on mesure l'absorbance à $\lambda = 760 \text{ nm}$.

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

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

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

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

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

Les concentrations et les volumes pour l'établissement de la courbe d'étalonnage sont résumés dans le tableau 6 :

Tableau 5 : Concentrations des étalons de l'acide gallique

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

II.6.4.3. Calcul de la teneur en polyphénols totaux

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

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

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

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

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

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

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

II.6.5. Dosage des flavonoïdes totaux

II.6.5.1. Principe et protocole

Les flavonoïdes possèdent un groupement hydroxyle (OH) libre, en position 5 qui est susceptible de donner avec le groupement CO, un complexe coloré avec le chlorure d'aluminium. Les flavonoïdes forment des complexes jaunâtres par chélation des métaux (fer et aluminium). Ceci se traduit par le fait que le métal (Al) perd deux électrons pour s'unir à deux atomes d'oxygène de la molécule phénolique agissant comme donneur d'électrons.

- **Principe**

La teneur en flavonoïdes des extraits est déterminée en utilisant la méthode du trichlorure d'aluminium (AlCl_3) (Bahorun et al, 1996). Cette méthode est basée sur les propriétés chélatrices de l'ion aluminium. Le trichlorure d'aluminium (AlCl_3) forme un complexe très stable avec les groupements hydroxyles (OH) des flavonoïdes. Ce complexe de couleur jaune absorbe dans la lumière visible à une longueur d'onde de 430 nm.

- **Protocole**

La concentration des flavonoïdes dosés est exprimée en mg équivalent de quercétine par 100 g de matière sèche en se référant à une courbe d'étalonnage obtenue avec la quercétine. Le protocole du dosage est effectué comme suit :

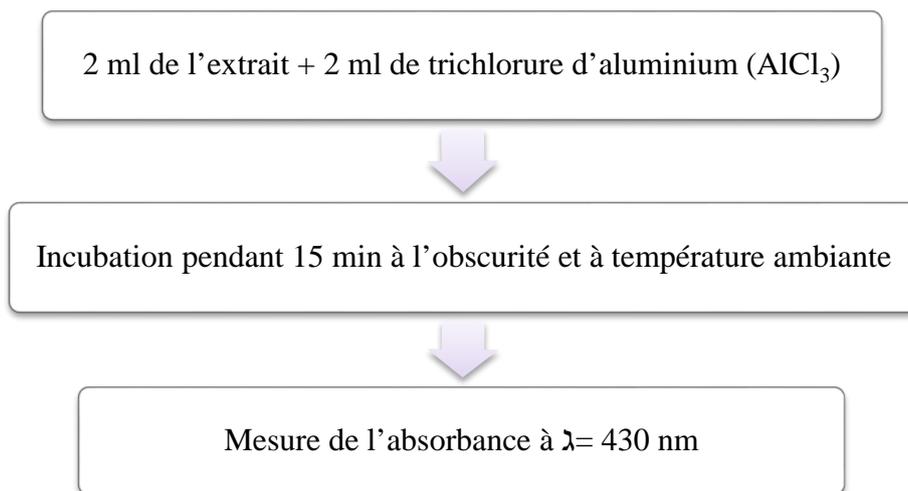


Figure 23 : Etapes du dosage des flavonoïdes totaux

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



Figure 24 : Dosage des flavonoïdes

II.6.5.2. Courbe d'étalonnage de la quercétine

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

➤ **Préparation de la solution mère de la quercétine**

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

➤ **Préparation des étalons**

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

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

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

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

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

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

Tableau 6 : concentrations des étalons de la quercétine.

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

➤ **Dosage des étalons**

Nous avons procédé au dosage de ces étalons en suivant le même protocole de dosage des flavonoïdes totaux et nous avons établi la courbe d'étalonnage pour le dosage des flavonoïdes en mesurant les absorbances des différents étalons dosés à la longueur d'onde 430 nm.

II.6.5.3. Calcul de la teneur en flavonoïdes totaux

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

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

[TFT]: La teneur en flavonoïdes totaux (mg EQ / kg huile)

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

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

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

II.7. Détermination de la teneur totale en composés phénoliques dans les échantillons d'huile d'olive par spectrométrie UV et étalonnage PLS

Nous avons relié la matrice de variables prédictives X (les spectres UV des 15 échantillons d'huile) avec le vecteur de la variable à prédire y (les teneurs en polyphénols totaux correspondants obtenues par le dosage FC). L'objectif de ce travail est de construire un modèle mathématique permettant de prédire la teneur en polyphénols totaux d'une huile d'olive à partir de son spectre UV.

Les variables (données spectrales et teneurs en polyphénols totaux) ont été centrées sur la moyenne avant les procédures de modélisation. Le nombre de variables latentes a été déterminé par validation croisée classique leave-one-out, qui consiste à retirer systématiquement un des échantillons d'entraînement, à tour de rôle, et à n'utiliser que les autres pour la construction des facteurs latents et/ou des coefficients de régression. Les concentrations prédites ont ensuite été comparées à celles obtenues par la méthode F-C, considérées comme les concentrations réelles (mesurées) pour chacun des échantillons d'huile d'olive de l'étalonnage.

Pour évaluer la qualité de prédiction du modèle multivarié, l'erreur relative de prédiction ERP (%) a été obtenue selon l'équation :

$$\text{ERP (\%)} = \frac{C_{\text{prédite}} - C_{\text{mesurée}}}{C_{\text{mesurée}}} \times 100$$

Chapitre III
Résultats et discussions

Chapitre III

Résultats et discussions

III.1. Analyses physiques

III.1.1. Teneur en eau et en matière volatiles (Humidité)

La présence d'eau dans l'huile peut affecter sa qualité, elle favorise le développement microbien et d'autres activités enzymatiques (hydrolyse et oxydation).

L'eau et les substances volatiles sont déterminées par les pertes de poids de l'échantillon chauffé à 105°C pendant un temps suffisant pour permettre l'élimination totale de l'eau et des produits volatiles (COI, 2011).

Les résultats de la teneur en eau (humidité) des échantillons étudiés sont représentés dans la figure 25 :

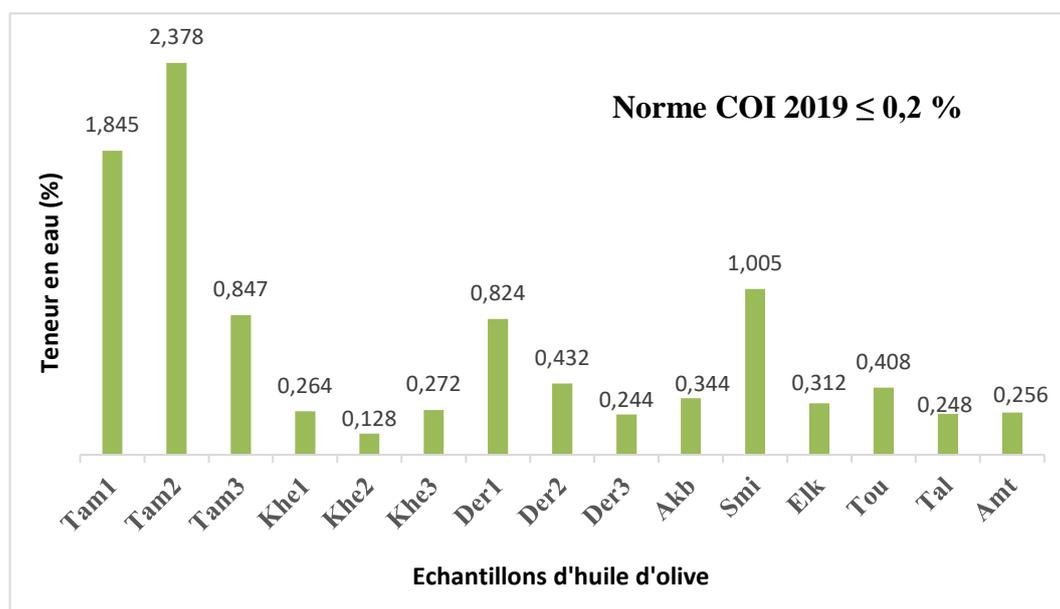


Figure 25 : Valeurs de la teneur en eau des échantillons d'huile d'olive

Les résultats obtenus montrent que la teneur en eau et en matières volatiles de la région (Khe2) a une valeur de 0,13 % conforme à la norme du (COI, 2019) ce qui permet de la

classer dans la catégorie d'huile d'olive vierge extra ($\leq 0,2\%$), tandis que les 14 autres échantillons présentent un pourcentage d'humidité plus élevé.

Ces différences peuvent être expliquées par des problèmes techniques lors de l'extraction plus exactement la quantité d'eau ajoutée au cours de malaxage, ou bien à un problème dans la culture elle-même et qui peut être liées à la fréquence d'irrigation (**Benbekhma et Guessoum, 2019**), ou bien par l'effet de stade de maturation des fruits, car la teneur en eau des olives diminue avec leur maturation (**Cimato, 1990**). Les valeurs moyennes par région de la teneur en eau des échantillons d'huile d'olive sont données par ordre décroissant comme suit :

Tam (1,69) > Smi (1,005) > Der (0,500) > Tou (0,408) > Akb (0,344) > Elk (0,312) > Amt (0,256) > Tal (0,248) > Khe (0,221).

III.1.2. Densité

La densité est considérée comme un critère physique qui permet de contrôler la pureté d'une huile. Selon Sekour (**Sekour, 2012**) la densité de l'huile est fonction de l'instauration et l'oxydation, plus elle augmente plus l'huile est oxydée.

La figure 26 montre les résultats de la densité des différents échantillons étudiés :

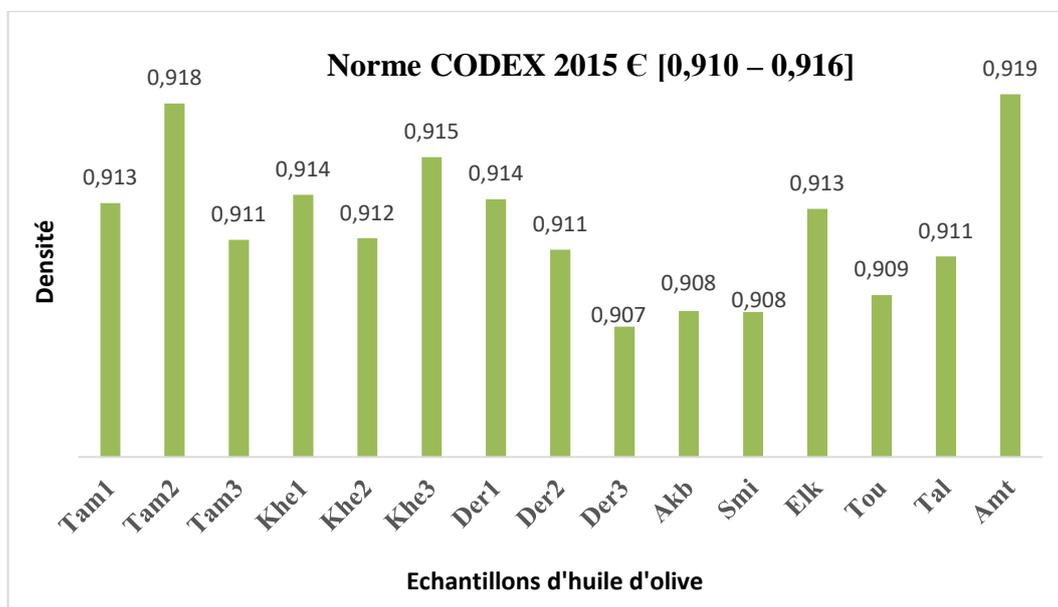


Figure 26 : Densité des différents échantillons d'huile d'olive.

D'après les résultats obtenus dans notre étude, on remarque que la densité des huiles d'olives de Tam2 (0,918) et Amt (0,919) présentent des valeurs plus élevées par rapport à la norme (**CODEX, 2015**) qui est de (0,910 - 0,916).

Pour ce qui est les valeurs du commun (Der3, Akb, Smi, Tou), sont inférieures à la norme établie. Cette différence pourrait être liée à la technologie d'extraction, ou à la maturité et nature des olives utilisées. Quant aux valeurs des huiles d'olive (Tam1, Tam3, Khe1, Khe2, Khe3, Der1, Der2, Elk, Tal), elles sont dans l'intervalle des normes établies (0,910-0,916), on peut dire que ses huiles sont pures. Les valeurs moyennes par région de la densité des échantillons d'huile d'olive sont données par ordre décroissant comme suit :

Amt (0,919) > Tam (1,914) > Khe (0,913) > Elk (0,913) > Tal (0,911) > Der (0,910) > Tou (0,909) > Smi (0,908) > Akb (0,908).

III.1.3. Extinction UV

L'absorbance dans (UV) est l'une des méthodes d'évaluation de l'état d'oxydation de l'huile d'olive. Les méthodes UV reposent sur la détermination des coefficients d'extinction à 232 et à 270 nm, qui correspondent aux maximums des diènes et des triènes conjugués résultant de la décomposition de l'huile (**Boskou, 1996**). Le recours à la détermination des coefficients (K_{232} et K_{270}) d'absorbance dans l'ultraviolet, renseigne sur la présence ou l'absence de produits d'oxydation secondaire dans l'huile. Les hydro peroxydes des premiers stades de l'oxydation absorbent à 232 nm, alors que les produits d'oxydation secondaires tels que les cétones insaturées – dicétones absorbent au voisinage de 270 nm (**Tanouti et al, 2011**). Plus l'extinction à $\lambda = 232$ nm est forte, plus elle est peroxydée. De même plus l'extinction à $\lambda = 270$ nm est forte, plus elle est riche en produits d'oxydation secondaires et traduit une faible aptitude à la conservation (**Wolff, 1968**).

Les résultats trouvés concernant K_{232} , K_{270} des différentes huiles étudiées sont donnés par les figures (27 et 28) respectivement :

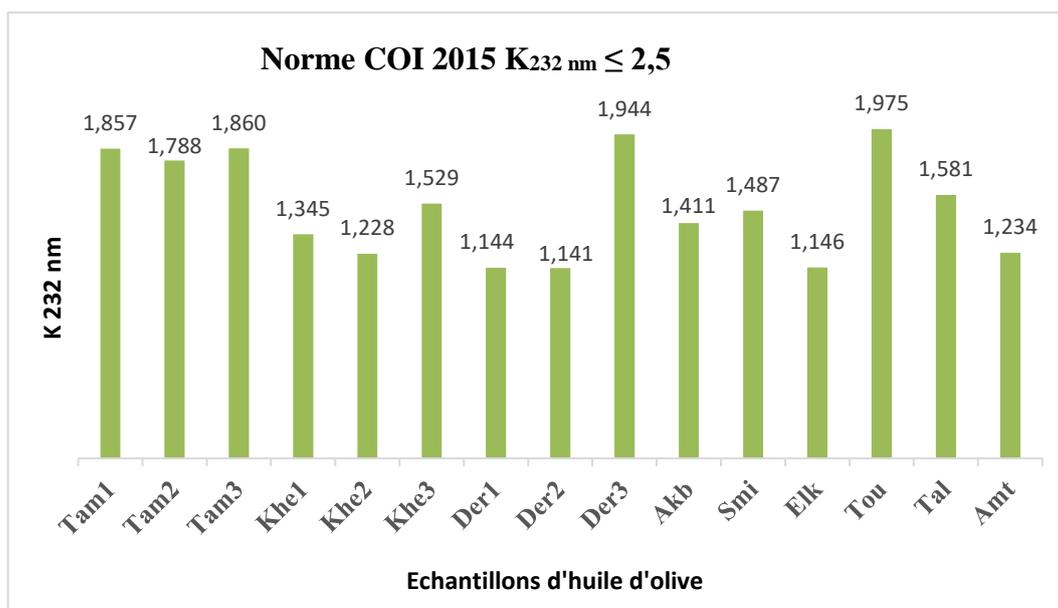


Figure 27 : Coefficient d'extinction molaire à 232 nm

D'après la figure 27, les valeurs de K à 232 nm sont comprises entre 1,23 et 1,98. Tous les échantillons d'huile d'olive étudiés sont conformes aux normes établies par le conseil oléiculture international (COI, 2015), c'est à dire $K_{232} \leq 2,5$: ce qui indique que ces huiles n'ont pas subi une oxydation primaire. Les valeurs moyennes par région du coefficient d'extinction molaire à 232 nm des échantillons d'huile d'olive sont données par ordre décroissant comme suit :

Tou (1,975) > Tam (1,835) > Tal (1,581) > Smi (1,487) > Akb (1,411) > Der (1,409) >

Khe (1,367) > Amt (1,234) > Elk (1,146).

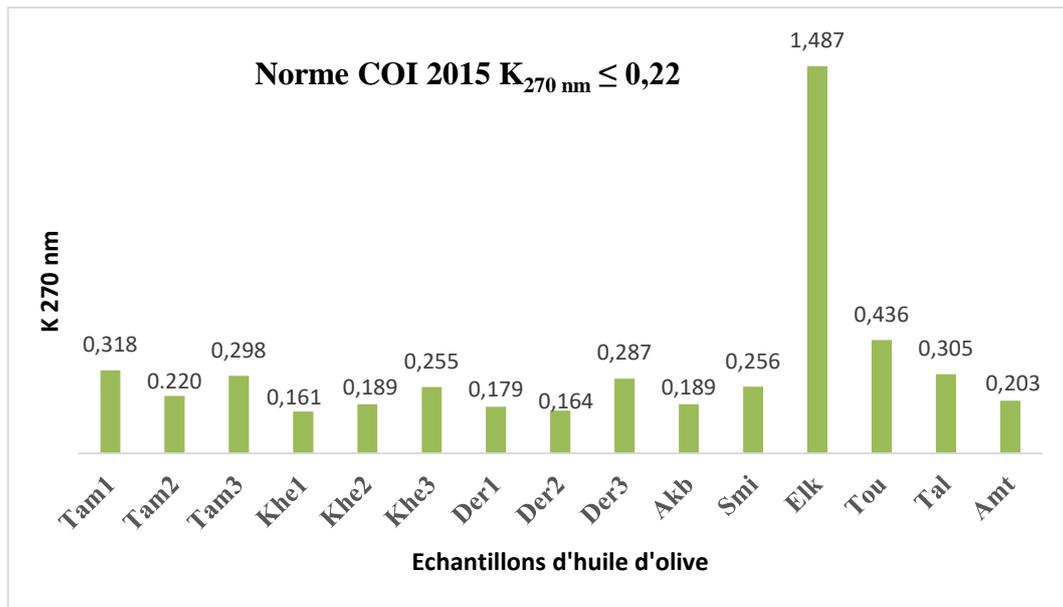


Figure 28 : Coefficient d'extinction molaire à 270 nm.

La figure 28 montre les valeurs de l'extinction spécifique en ultra-violet à 270 nm. Les échantillons d'huile d'olive (d'Elk, Tou, Tal, Tam1, Tam3, Der3, Smi, Khe3) présentent des valeurs d'extinction spécifique (K_{270}) sensiblement plus élevées et dépassent les limites établies par le conseil oléiculture international (**COI, 2015**) à savoir ($K_{270} \leq 0,22$). Quant aux huiles des échantillons Tam2, Khe1, Khe1, Khe2, Der1, Der2, Akb et Amt, leurs valeurs sont inférieures à la limite fixée par le conseil oléicole international (**COI, 2015**), c'est-à-dire $K_{270} \leq 0,22$ pour les huiles d'olive vierges extra ce qui suggère que ces huiles n'ont subi aucune altération ou peu altérées et n'ont pas subi un processus de raffinage. Les valeurs moyennes par région du coefficient d'extinction molaire à 270 nm des échantillons d'huile d'olive sont données par ordre décroissant comme suit :

Elk (1,487) > Tou (0,436) > Tal (0,305) > Tam (0,278) > Smi (0,256) > Khe (0,21) >

Amt (0,203) > Khe (0,202) > Akb (0,189).

III.1.4. Spectres UV

III.1.4.1. Echantillons d'huiles diluées avec l'hexane

La figure 29 montre les spectres des échantillons d'huile d'olive diluée 100 fois dans de l'hexane. Nous constatons une bande d'absorption saturée dans l'intervalle de longueur d'ondes [200 - 250] nm. Les composés oxydés sont les responsables de cette importante absorption. Une deuxième bande d'absorption dans l'intervalle [250 - 300] nm avec un

maximum d'absorption aux environs de 280 nm est due à l'absorption des composés phénoliques (Papadopoulos et al, 2003).

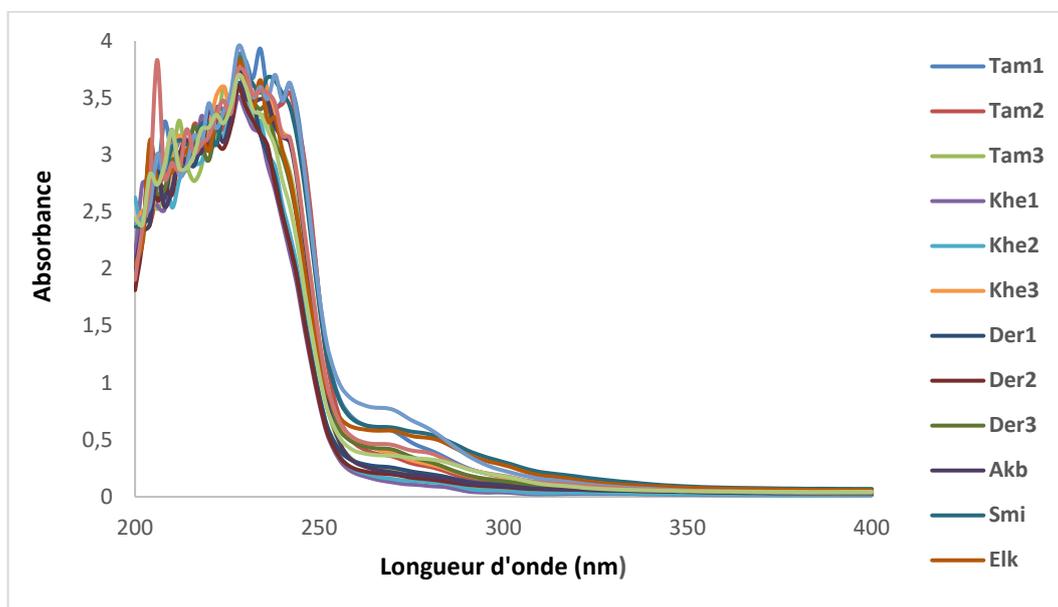


Figure 29 : Spectres d'absorption UV des échantillons d'huile diluée

III.1.4.2. Extraits méthanoliques

Nous avons aussi fait l'analyse spectrale UV pour les extraits méthanoliques (contiennent les composés phénoliques récupérés à partir des huiles d'olive étudiées). La figure 30 montre les spectres UV des extraits méthanoliques des huiles d'olive étudiées. Ces spectres montrent une bande d'absorption importante dans l'intervalle de longueur d'onde [250-300] nm avec un maximum aux environs de 280 nm. Cette absorption est due à la présence de composés phénoliques dans les extraits méthanoliques. Ces composés sont extraient des huiles d'olive par le mélange méthanol (60%)-eau (40%). Ces résultats sont en accords avec la littérature (Papadopoulos et al, 2003).

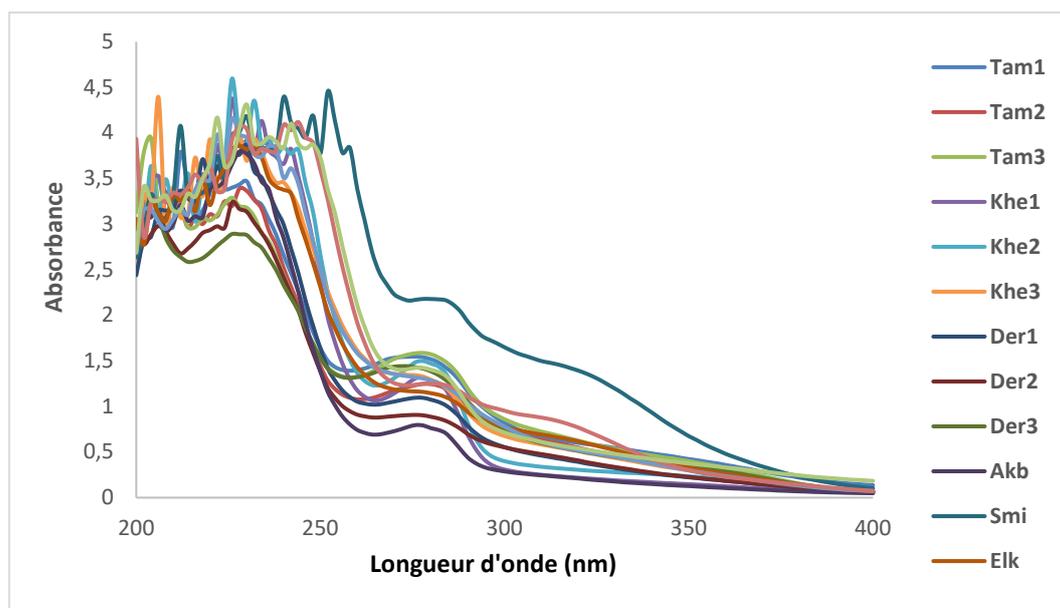


Figure 30 : Spectres d'absorption des extraits méthanoliques

III.1.5. Spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier

Les quinze échantillons des huiles d'olive ont été analysés par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier en mode réflexion totale atténuée (ATR) avec un équipement Nicolet IS50. Les analyses IRTF permettent de caractériser la nature des liaisons interatomiques présentes dans les constituants d'un matériau, à partir de leur fréquence vibratoire caractéristique (élongation et déformation angulaire). Les spectres IRTF ont été mesurés sur une gamme de nombres d'onde de 500 à 4000 cm^{-1} avec une résolution de 4 cm^{-1} . Le logiciel OMNIC a été utilisé pour l'acquisition des données et leur post-traitement. La figure 31 montre les spectres infrarouges obtenus pour les quinze échantillons de l'huile d'olive.

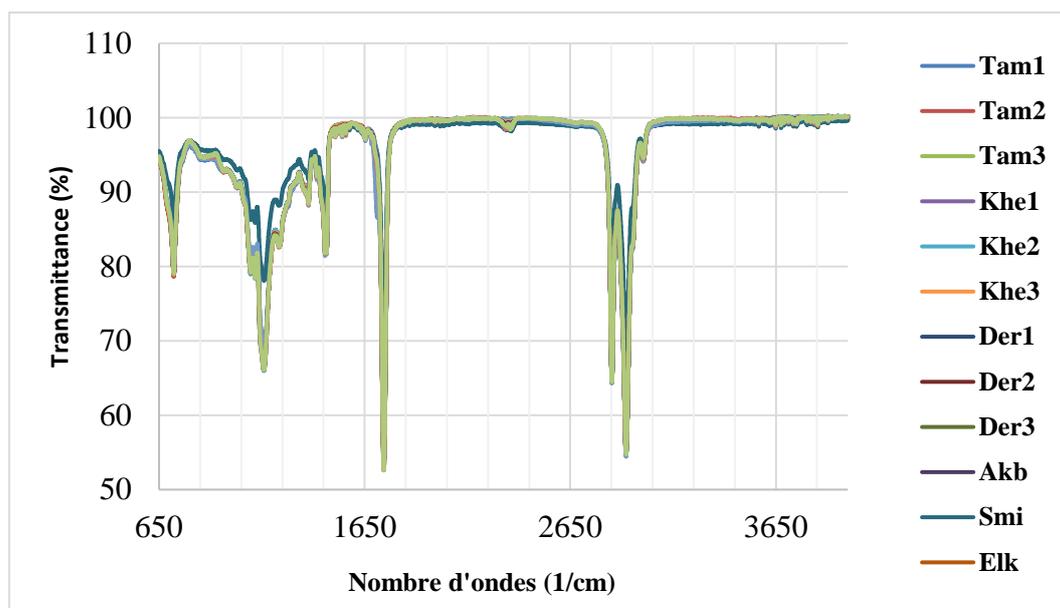


Figure 31 : Spectres IR des échantillons d'huile d'olive

Les différents groupements observés dans la figure 31 sont rassemblés dans le tableau 8. Nous constatons qu'il n'y a pas de différences entre les spectres IR des échantillons d'huiles d'olive, les positions des pics sont les mêmes, cela signifie que ces huiles contiennent les mêmes groupements fonctionnels. Seul l'intensité des pics varie, la différence dans le pourcentage de transmittance, peut être expliqué par la différence de concentration des composants des échantillons d'huiles.

Tableau 8 : Position et identification des bandes observées par IR.

Position des bandes (cm ⁻¹)	Espèce identifié	Intensité
2926	Liaison C-H alcane Liaison (R-CHO) l'aldéhyde	Intense
2854	Liaison C-H alcane Liaison (R-CHO)	Moyenne
1748	Liaison (C=O) cétone Liaison (C=O) ester	Faible
1461	Liaison δ(CH ₂) alcane Liaison (C=C) aromatique	Faible
1161	Liaison C-O ester δ(CH ₃) ₂	Moyenne
719	R-CH=CH-R	Faible

III.2. Analyses chimiques

III.2.1. Acidité libre

L'acidité libre est le principal critère de classification des huiles d'olive en différentes catégories de qualité. Il est exprimé en pourcentage d'acide oléique car, selon le Conseil oléique international, l'huile d'olive extra vierge doit contenir moins de 0,8 % d'acide oléique.

Les résultats d'acidité libre sont résumés dans la figure 32.

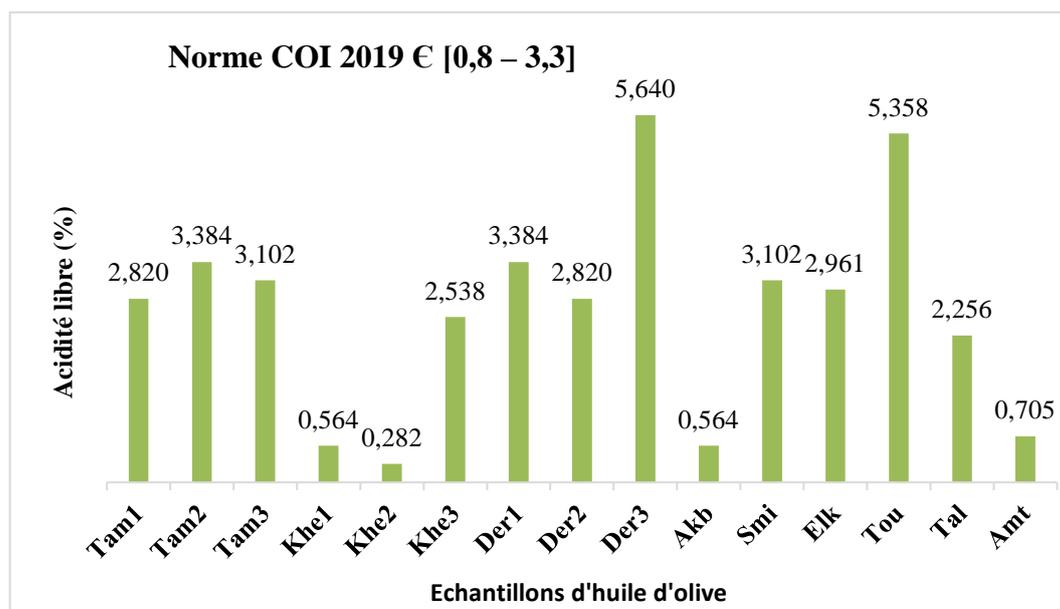


Figure 32 : Acidité libre des échantillons d'huile d'olive

D'après les résultats obtenus, nous constatons que l'acidité libre de l'huile d'olive des échantillons khe1, khe2, Akb et Amt n'a pas excédé les limites fixées par le conseil oléiculture international (COI, 2019) qui se situent entre 0,8 à 3,3%, ce qui nous permet de les classer dans la catégorie d'huile d'olive extra vierge (Acidité \leq 0,8 %), tandis que les huiles des échantillons Tam1, Tam2, Tam3, khe3, Der1, Der2, Smi, Elk, Tal sont dans la catégorie d'huile d'olive vierge courante (Acidité \leq 3,3 %).

Par contre les huiles des échantillons Der3 et Tou ont un taux d'acidité très élevée supérieure à 3,3% cela nous permet de les classer dans la catégorie d'huile d'olive lampante, ce qui indique que ces échantillons sont dans un état dégradés, et leurs altérations peut être dues à la durée et condition de stockage des olives et des huiles et leurs système d'extraction. Cette catégorie est destinée au raffinage en vue de son utilisation pour la consommation humaine ou

destinée à des usages techniques. Les valeurs moyennes par région de l'acidité libre des échantillons d'huile d'olive sont données par ordre décroissant comme suit :

Tou (5,358) > Der 3,948 > Tam (3,102) > Smi (3,102) > Elk (2,961) > Tal (2,256) > Khe (1,128) > Amt (0,705) > Akb (0,564).

III.2.2. Indice de peroxyde

La détermination de la teneur en peroxyde dans les huiles permet d'évaluer le niveau d'oxydation primaire qui se produit pendant le stockage et/ou le développement des huiles. La présence d'hydroperoxydes dans l'huile d'olive peut être détectée par colorimétrie à l'aide de thiosulfate de sodium. L'indice de peroxyde est exprimé en milliéquivalents d'oxygène. La formation de peroxydes est causée par certains facteurs favorables (rayons UV, eau, enzymes, traces de métaux, etc.) et la présence d'oxygène dissous dans l'huile.

Les résultats de l'indice de peroxyde sont résumés dans la figure 33.

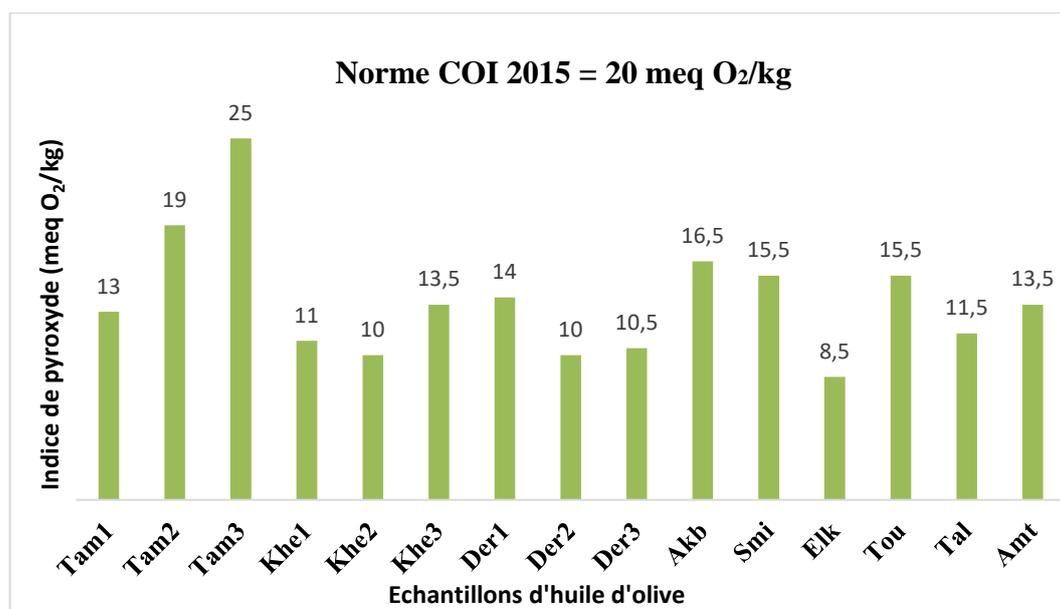


Figure 33 : Indice de peroxyde des échantillons d'huile d'olive

On remarque que l'indice de peroxyde de tous les échantillons sauf (Tam3 = 25) oscille entre 8,5 et 19 meq O₂/kg. Ces valeurs sont en dessous de la limite établie par le (COI, 2015) qui est de 20 meq O₂/ kg, et qui indique que leurs acides gras ne sont pas oxydés. Les valeurs moyennes par région de l'indice de peroxyde des échantillons d'huile d'olive sont données par ordre décroissant comme suit :

Tam (19) > Akb (16,5) > Smi (15,5) > Tou (15,5) > Amt (13,5) > Tal (2,256) > Khe (11,5) > Der (11,5) > Tal (11,5) > Elk (8,5).

III.2.3. Teneur en polyphénols totaux

Les composés phénoliques rapportent de nombreux aspects pour la santé, ils sont des composés antioxydants importants qui visent à protéger l'huile contre l'auto-oxydation et les radicaux oxygène. Les composés phénoliques sont responsables de la qualité nutritionnelle et sensorielle de l'huile d'olive vierge extra, ils sont reconnus pour leurs propriétés biologiques multiples, offrant des bienfaits antioxydants, anti-inflammatoires, chimiopréventifs et anticancéreux, ainsi que leur goût piquant et amer caractéristique (**Tanouti et al., 2011**).

Le taux de polyphénols totaux dans nos huiles a été calculé à partir de l'équation de régression de la courbe d'étalonnage ($y = 0,0057x + 0,0332$) établie par des concentrations précises d'acides gallique exprimée en mg AG/ kg Huile (Figure 34).

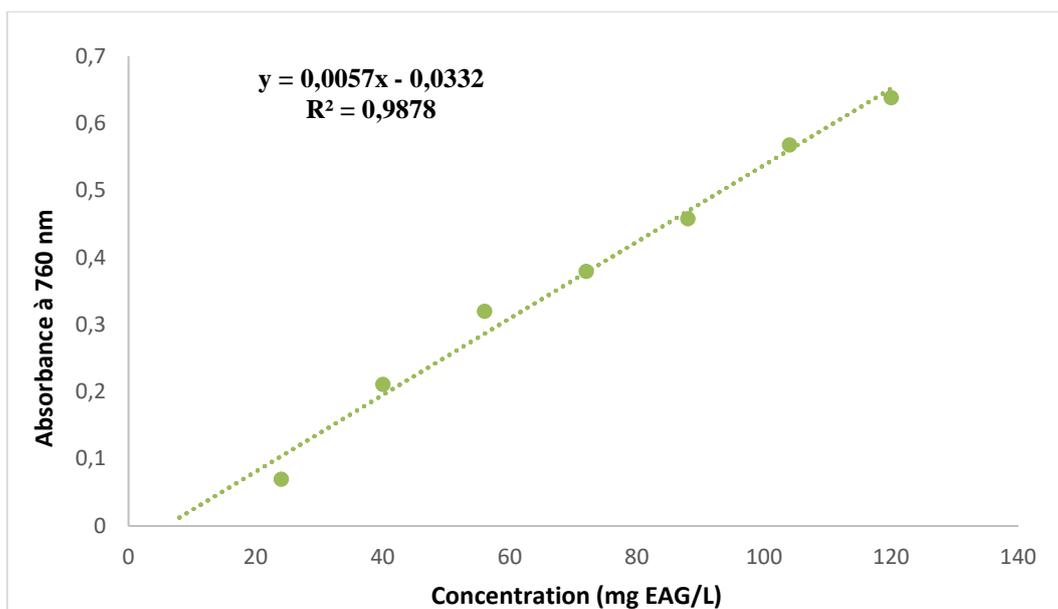


Figure 34 : Courbe d'étalonnage de l'acide gallique

Selon (**Aguilera et al, 2005**), la teneur en polyphénols totaux des huiles d'olive varie entre 50 et 1000 mg AG/kg huile, selon des facteurs tels que le cultivar, le climat, le sol, le degré de maturité et le processus d'extraction de l'huile. Les teneurs en polyphénols totaux présents dans nos échantillons d'huile sont comprises entre 51,274 et 203,524 (mg AG/Kg Huile)

comme le montre la figure 35. Cela indique que les huiles d'olive étudiées contiennent une quantité de composés phénoliques appréciable.

Les teneurs en polyphénols totaux sont résumés dans la figure 35.

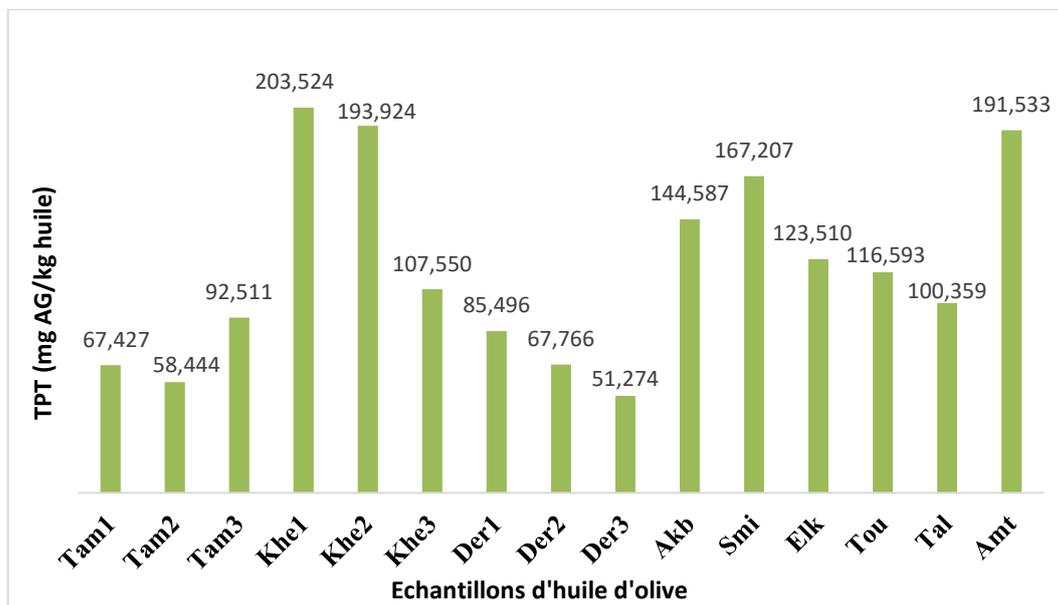


Figure 35 : Teneurs en polyphénols totaux (TPT)

Les valeurs moyennes par région de la teneur totale en composés phénoliques (mg EAG/kg Huile) des échantillons d'huile d'olive sont données par ordre décroissant comme suit :

Khe (204,536) > Amt (191,533) > Der (168,332) > Smi (167,207) > Akb (144,587) > ELK (123,510) > Tou (116,593) > Tal (100,359) > Tam (72,794).

III.2.4. Teneur en flavonoïdes totaux

Les flavonoïdes font partie des composés phénoliques, mais en petite portion, ayant une forte corrélation avec l'activité antioxydante, et par conséquent, stabilisation et neutralisation des radicaux libres. La teneur en flavonoïdes totaux dans nos huiles a été calculé à partir de l'équation de régression de la courbe d'étalonnage ($y = 4,5366 x + 0,0196$) établie par des concentrations précises de la quercétine exprimée en mg EQ/ kg Huile (Figure 36).

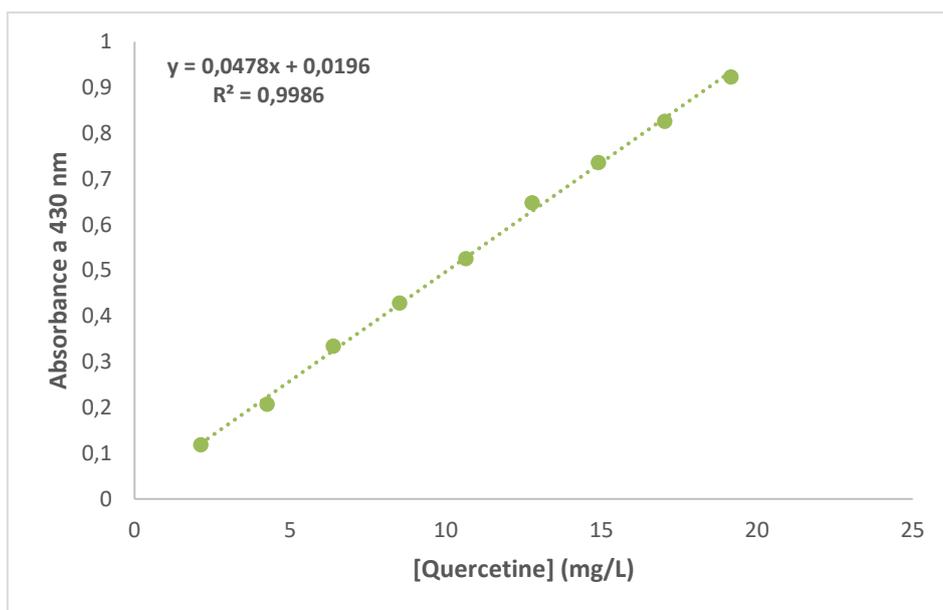


Figure 36 : Courbe d'étalonnage de la quercétine

Les échantillons d'huile que nous avons utilisés ont présenté des teneurs en flavonoïdes totaux dans l'intervalle [0,038-0,093] mg EQ/kg Huile (Figure 37). Les valeurs moyennes des TFT (en mg EQ/kg Huile) par région sont données par ordre décroissants comme suit :

Smi (2,546) > Khe (2,482) > Elk (2,183) > Amt (1,971) > Tal (1,968) > Der (1,788) > Akb (1,781) > Tam (1,699) > Tou (1,520).

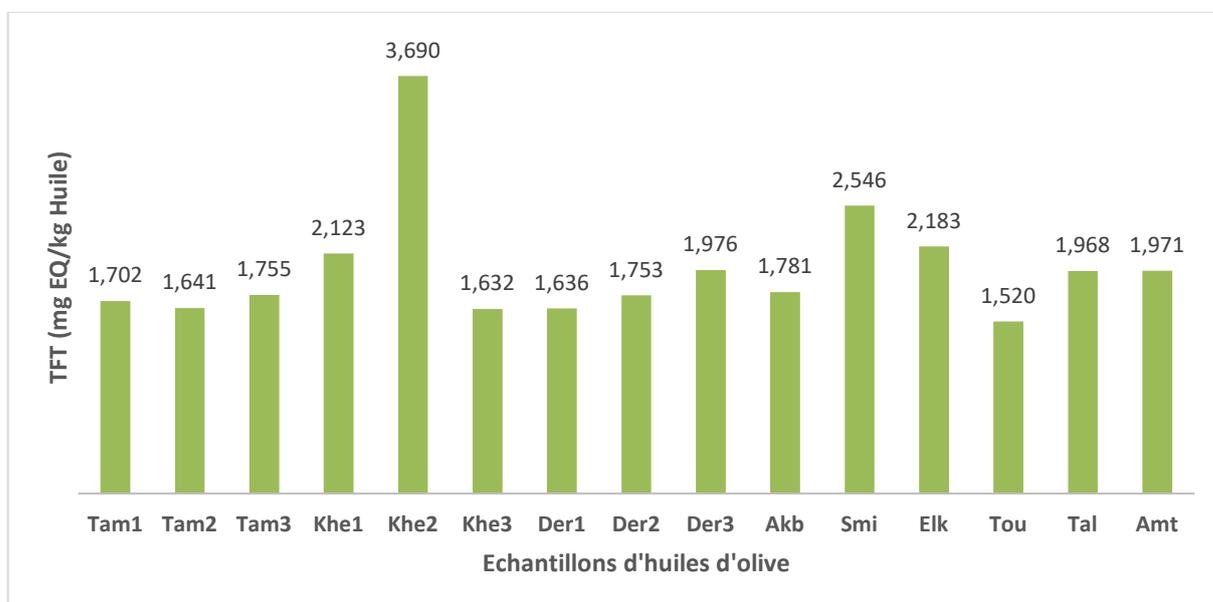


Figure 37 : Teneurs en flavonoïdes totaux

III.3. Détermination de la teneur totale en composés phénoliques dans les échantillons d'huile d'olive par la spectrométrie UV-visible et l'étalonnage multivariée PLS

Le modèle d'étalonnage PLS est construit en corrélant la teneur totale en phénols déterminée par le test Folin-Ciocalteu avec les données spectrales de l'huile diluée avec de l'hexane dans l'intervalle de longueur d'onde [250-340] nm. La validation croisée nous a permis de sélectionner cinq variables latentes pour éviter une sous- ou sur-modélisation.

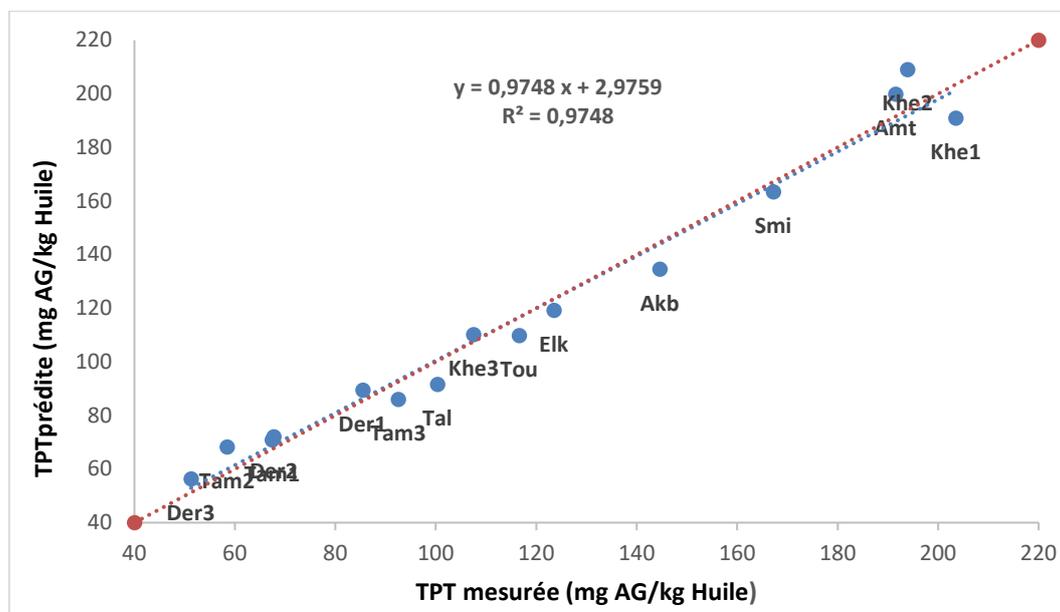


Figure 38 : Corrélation entre les valeurs prédites et mesurées de la teneur en polyphénols totaux

La teneur prédite (par le modèle PLS) en polyphénols totaux des échantillons étudiés est tracée en fonction de la teneur mesurée (déterminée par le dosage FC). La figure 38 montre que les points de coordonnées ($TPT_{\text{mesurée}}$, $TPT_{\text{prédite}}$) sont proches de la première bissectrice ($y = x$) représentée sur la figure 38 par la droite en pointillés rouges, ceci signifie que les valeurs prédites et mesurées sont proches.

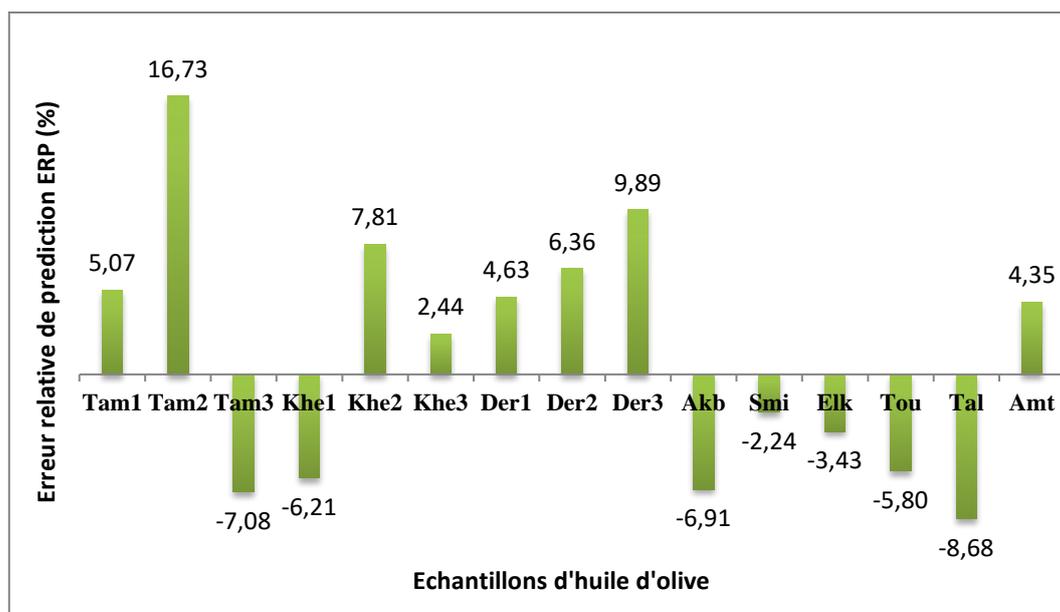


Figure 39 : Erreur relative de prédiction ERP (%) sur la teneur en polyphénols totaux

Le pouvoir prédictif du modèle construit est déterminé en calculant l'erreur relative de prédiction ERP (%). La figure 39 montre qu'à l'exception d'un échantillon (Tam2 avec une erreur de 16,52%), les valeurs ERP sont inférieures à 10% avec une erreur relative absolue moyenne de 6,51%. Ces résultats nous permettent de conclure que cette approche de détermination des teneurs en polyphénols totaux est très précise et qu'elle ne nécessite pas d'extraction préalable et/ou de purification des analytes de la matrice de l'échantillon.

Conclusion générale

Conclusion générale

Notre étude a été réalisée dans le but d'une part de caractériser l'huile d'olive de quelques régions de la wilaya de Bejaia et de comparer leurs paramètres physico-chimiques, et d'autre part de construire un modèle mathématique utilisant la méthode de la régression des moindres carrés partiels PLS et permettant de prédire la teneur en polyphénols totaux d'une huile d'olive à partir de son spectre UV.

- Quant aux teneurs en eau et matières volatiles, tous les échantillons à l'exception de Khe2, présentent des valeurs plus élevées à la norme du conseil oléiculture international (COI, 2019) ($\leq 0,2\%$).
- Les résultats obtenus montrent que la densité des huiles d'olives de Tam2 (0,918) et Amt (0,919) présentent des valeurs plus élevées par rapport à la norme (CODEX, 2015) qui est de (0,910 - 0,916). Pour ce qui est les valeurs du commun (Der3, Akb, Smi, Tou), sont inférieures à la norme établie. Quant aux valeurs des huiles d'olive (Tam1, Tam3, Khe1, Khe2, Khe3, Der1, Der2, Elk, Tal), elles sont dans l'intervalle des normes établies (0,910-0,916), on peut dire que ses huiles sont pures.
- L'analyse spectrophotométrique dans l'ultra- violet a dévoilé que tous les échantillons d'huile d'olive n'ont pas subi une oxydation primaire, les valeurs du coefficient d'extinction à 232 nm sont conformes aux normes établies par le COI ($K_{232} \leq 2,5$). Les résultats d'échantillons d'huiles diluées avec l'hexane, nous constatons une bande d'absorption saturée dans l'intervalle de longueur d'ondes [200 - 250] nm. Les composés oxydés sont les responsables de cette importante absorption. Une deuxième bande d'absorption dans l'intervalle [250 - 300] nm avec un maximum d'absorption aux environs de 280 nm est due à l'absorption des composés phénoliques.
- Les résultats d'analyse spectrale UV pour les extraits méthanoliques montrent une bande d'absorption importante dans l'intervalle de longueur d'onde [250-300] nm avec un maximum aux environs de 280 nm. Cette absorption est due à la présence de composés phénoliques dans les extraits méthanoliques.
- Nous constatons qu'il n'y a pas de différences entre les spectres IR des échantillons d'huiles d'olive, les positions des pics sont les mêmes, cela signifie que ces huiles contiennent les mêmes groupements fonctionnels. Seul l'intensité des pics varie, la différence dans le pourcentage de transmittance, peut être expliqué par la différence des concentrations des composants des huiles.

- Le premier paramètre qui renseigne sur le degré d'altération des huiles est l'acidité libre. L'analyse a révélé que parmi les 15 échantillons, 04 (khe1, khe2, Akb et Amt) sont de la catégorie vierge extra (Acidité $\leq 0,8\%$), 09 (Tam1, Tam2, Tam3, khe3, derg1, Derg2, Smi, Elk, Tal) sont de la catégorie vierge courante (Acidité $\leq 3,3\%$) et les deux restants (Der3 et Tou) sont de la catégorie d'huile d'olive lampante.
- Les résultats de l'indice de peroxyde confirment la bonne stabilité oxydative des huiles d'olive étudiées.
- Nous avons également constaté que les quinze échantillons d'huile d'olive testés avaient des teneurs variables en composés phénoliques oscillant entre 51,27 et 203,52 (mg EAG/Kg Huile) ; les huiles de Khe1, Khe2 et Amt sont les plus riches en polyphénols totaux. Les flavonoïdes totaux des échantillons Khe2, Smi et Elk ont présenté les teneurs les plus importantes.
- Le modèle d'étalonnage PLS est construit en corrélant la teneur totale en phénols déterminée par le test Folin-Ciocalteu avec les données spectrales de l'huile diluée avec de l'hexane dans l'intervalle de longueur d'onde [250-340] nm. Les résultats de la modélisation sont très satisfaisants. Les erreurs relatives de prédiction des teneurs en polyphénols totaux sont petites (ERP $< 10\%$) et l'erreur relative absolue moyenne est égale à 6,51%. Ces résultats signifient que le modèle obtenu a un pouvoir prédictif acceptable. Cette approche de détermination des teneurs en polyphénols totaux est très précise et qu'elle ne nécessite pas d'extraction préalable et/ou de purification des analytes de la matrice de l'échantillon.

*Références
bibliographiques*

Références bibliographiques

A

Achat, S. (2013, November). Polyphénols de l'alimentation: extraction, pouvoir antioxydant et interactions avec des ions métalliques. Avignon.

AFNOR (Association Française de Normalisation) (1984). Recueil de normes françaises Corps gras –graines oléagineuses produits dérivés. 4ème édition. Paris, P 459.

AFNOR, C. (1987). Recueil de normes française, qualité des sols, méthodes d'analyses, 1. édit. France: Association française de normalisation.

Agar, I. T., Hess-Pierce, B., Sourour, M. M., & Kader, A. A. (1998). Quality of fruit and oil of black-ripe olives is influenced by cultivar and storage period. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 46(9), 3415-3421.

Aguilera, M. P., Beltrán, G., Ortega, D., Fernández, A., Jiménez, A., & Uceda, M. (2005). Characterisation of virgin olive oil of Italian olive cultivars: Frantoio and Leccino', grown in Andalusia. *Food chemistry*, 89(3), 387-391.

Alais C, Linden G et Miclo L. (1999). Lipides. In : Biochimie alimentaire. Ed Dunod, 51-71.
Alu'datt, M. H., Rababah, T., Alhamad, M. N., Gammoh, S., Ereifej, K., Al-Mahasneh, M. A., ... & Kubow, S. (2017). Application of olive oil as nutraceutical and pharmaceutical food: composition and biofunctional constituents and their roles in functionality, therapeutic, and nutraceutical properties. *Soft chemistry and food fermentation*, 265-298.

Aparicio, R., Ferreiro, L., & Alonso, V. (1994). Effect of climate on the chemical composition of virgin olive oil. *Analytica Chimica Acta*, 292(3), 235-241.

Argenson, C. (2008). La culture de l'olivier dans le monde, ses productions, les tendances. *Le nouvel olivier*, 61, 8-11.

B

Bahorun, T., Gressier, B., Trotin, F., Brunet, C., Dine, T., Luyckx, M., ... & Pinkas, M. (1996). Oxygen species scavenging activity of phenolic extracts from hawthorn fresh plant organs and pharmaceutical preparations. *Arzneimittel-forschung*, 46(11), 1086-1089.

Beltrán, G., Aguilera, M. P., Del Rio, C., Sanchez, S., & Martinez, L. (2005). Influence of fruit ripening process on the natural antioxidant content of Hojiblanca virgin olive oils. *Food Chemistry*, 89(2), 207-215.

Benabid, H. (2009). Caractérisation de l'huile d'olive algérienne apports des méthodes chimiométriques. INSTITUT DE LA NUTRITION, DE L'ALIMENTATION ET DES TECHNOLOGIES AGROALIMENTAIRES, INATAA.

Benbekhma, F., & Guessoum, M. (2019). Etude des propriétés physico-chimiques et de la stabilité oxydative d'une huile d'olive additionnée de quelques extraits naturels (Doctoral dissertation).

- Bendini, A., Cerretani, L., Carrasco-Pancorbo, A., Gómez-Caravaca, A. M., Segura-Carretero, A., Fernández-Gutiérrez, A., & Lercker, G. (2007). Phenolic molecules in virgin olive oils: a survey of their sensory properties, health effects, antioxidant activity and analytical methods. An overview of the last decade. *Molecules*, 12(8), 1679-1719.
- Benlemleh, M., & Ghanam, D. (2012). Polyphénols d'huile d'olive, Trésors santé ! Medicatrix macro pietteur editeur. ISBN 978-2-87211-117-6.
- Benlemlih, M., & Ghanam, J. (2016). Polyphénols d'huile d'olive, trésors santé ! : polyphénols aux actions antioxydantes, anti-inflammatoires, anticancéreuses, anti-vieillessement et protectrices cardio-vasculaires. Marco pietteur éditeur.
- Benosman R. et Mamchaoui., (2005). Contribution au contrôle de qualité physico-chimique d'échantillons d'huiles d'olives. Mémoire d'ingénieur. Biologie, Université TLEMCEM, p103.
- Benrachou, N. (2012). Etude des caractéristiques physicochimiques et de la composition biochimique d'huiles d'olive issues de trois cultivars de l'Est algérien (Doctoral dissertation, Annaba).
- Bertrand, D. Courcoux, P. et Qannari El, M. (2000). Méthodes exploitaires dans la spectroscopie infrarouge et ses applications analytiques, coordonnateurs Bertrand D. et dufour E., Tec & Doc, Lavoisier. Paris, 261-266.
- Besnard, G., & Bervillé, A. (2001). Les origines de l'olivier (*Olea europaea* L.) et des oléastres.
- Bianchi, G. (1999). Extraction systems and olive oil. *OCL. Oléagineux, corps gras, lipides*, 6(1), 49-55.
- Bianchi, G. (2003). Lipids and phenols in table olives. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 105(5), 229-242.
- Boarelli, M. C., Biedermann, M., Peier, M., Fiorini, D., & Grob, K. (2020). Ergosterol as a marker for the use of degraded olives in the production of olive oil. *Food Control*, 112, 107136.
- Boizot, N., & Charpentier, J. P. J. P. (2006). Méthode rapide d'évaluation du contenu en composés phénoliques des organes d'un arbre forestier. *Cahier des Techniques de l'INRA*, 79-82.
- Boskou, D. (2006). Olive oil: chemistry and technology. AOCS Publishing.
- Boudour-Benrachou, N., Plard, J., PinateL, C., Artaud, J., & Dupuy, N. (2017). Fatty acid compositions of olive oils from six cultivars from East and South-Western Algeria. *Adv Food Technol Nutr Sci Open J*, 3(1), 1-5. P 2.
- Brenes, M., García, A., García, P., Rios, J. J., & Garrido, A. (1999). Phenolic compounds in Spanish olive oils. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47(9), 3535-3540.
- Bruneton J. (2009). Pharmacognosie. Phytochimie. Plantes médicinales. 4 eme edition. Lavoisier, pp 717- 719.

C

- C.O.I. (1996). Analyse spectrophotométrique dans l'ultraviolet. Conseil Oleicole international: T20 : Doc 19 6 juin 1996, Madrid, Espagne. Echantillonnage et contrôle en agro-alimentaire. Recueil de normes françaises, 3^{ème} édition. 23-49.
- C.O.I. (1998). L'Olivier, l'huile, l'olive - Madrid / Espagne.

- C.O.I. (2006). Conseil Oléicole International. Guide de gestion de la qualité de l'industrie de l'huile d'olive : les moulins. 2006 ; T.33/Doc. N°2-4, p : 20.
- C.O.I. (2011). L'huile d'olive et ses propriétés antioxydantes. Conseil Oléicole International.
- C.O.I. (2015). Norme commerciale s'appliquant aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. Conseil oléicole international. Décision COI/T.15/NC No 3/Rév. 8.
- Castañeda-Ovando, A., de Lourdes Pacheco-Hernández, M., Páez-Hernández, M. E., Rodríguez, J. A., & Galán-Vidal, C. A. (2009). Chemical studies of anthocyanins: A review. *Food chemistry*, 113(4), 859-871.
- CEE) N ° 2568/91 .C1 relatif aux caractéristiques des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive ainsi qu'aux méthodes d'analyse y afférentes. 1991.2018 (JO L 248 du 5.9.1991, p. 1).
- Chanforan, C. (2010, September). Stabilité de microconstituants de la tomate (composés phénoliques, caroténoïdes, vitamines C et E) au cours des procédés de transformation: études en systèmes modèles, mise au point d'un modèle stoechio-cinétique et validation pour l'étape unitaire de préparation de sauce tomate. Avignon.
- Chevalier, A. (1948). L'origine de l'olivier cultivé et ses variations. *Journal d'agriculture traditionnelle et de botanique appliquée*, 28(303), 1-25.
- Choi, S. W., Benzie, I. F. F., Collins, A. R., Hannigan, B. M., & Strain, J. J. (2004). Vitamins C and E: acute interactive effects on biomarkers of antioxidant defence and oxidative stress. *Mutation Research/Fundamental and Molecular Mechanisms of Mutagenesis*, 551(1-2), 109-117.
- Cichelli, A., & Pertesana, G. P. (2004). High-performance liquid chromatographic analysis of chlorophylls, pheophytins and carotenoids in virgin olive oils: chemometric approach to variety classification. *Journal of Chromatography A*, 1046(1-2), 141-146.
- Cimato, A. (1990). Effect of agronomic factors on virgin olive oil quality. *gas*, 61, 7.
- Codex Alimentarius Commission. Codex Stan 33. Standard for olive oils and olive pomace oils codex standard 33. 1981.
- CODEX Stan 33-1981. (2015). Norme pour les huiles d'olive et les huiles de grignons d'olive Adoptée en 1981. Révision : 1989, 2003, 2015. Amendement : 2009, 2013.
- Conseil Oléicole International. (2016a). World trade in olive oil and table olives. *Market Newsletter*. 147, 2-5.
- Conseil Oléicole International. (2019). COI/T.15/NC N° 3/Rév.
- Conte, P., Fadda, C., Del Caro, A., Urgeghe, P. P., & Piga, A. (2020). Table olives: an overview on effects of processing on nutritional and sensory quality. *Foods*, 9(4), 514.
- Covas, M. I. (2007). Olive oil and the cardiovascular system. *Pharmacological research*, 55(3), 175-186.
- Cuvelier, M. E., & Maillard, M. N. (2012). Stabilité des huiles alimentaires au cours de leur stockage. *OCL Oilseeds and fats crops and lipids*, 19(2), 125-132.

De Mendoza, M. F., Gordillo, C. D. M., Expósito, J. M., Casas, J. S., Cano, M. M., Vertedor, D. M., & Baltasar, M. N. F. (2013). Chemical composition of virgin olive oils according to the ripening in olives. *Food chemistry*, 141(3), 2575-2581.

Di Bella, G., Maisano, R., La Pera, L., Lo Turco, V., Salvo, F., & Dugo, G. (2007). Statistical characterization of Sicilian olive oils from the Peloritana and Maghrebian zones according to the fatty acid profile. *Journal of agricultural and food chemistry*, 55(16), 6568-6574.

Dib, O. (2021). Implementation of a physio-chemical approach coupled with a data fingerprinting methodology for the characterization of the Lebanese extra-virgin olive oils (Doctoral dissertation, université Paris-Saclay).

Doveri, S., & Baldoni, L. (2007). Olive. *Fruits and Nuts*, 253-264.

E

El Antari, A., El Moudni, A., & Ajana, H. (2003). Étude de la composition lipidique de deux compartiments du fruit d'olive (pulpe et amande) de six variétés d'oliviers cultivées au Maroc. *Olivae*, 98, 20-8.

El Antari, A., Hilal, A., Boulouha, B., & El Moudni, A. (2000). Estudio de la influencia de la variedad, los factores ambientales y las técnicas de cultivo en las características de los frutos y la composición química del aceite de oliva virgen extra de Marruecos. *Olivae: revista oficial del Consejo Oleícola Internacional*, (80), 29-36.

F

Fedeli, E. (1977). Lipids of olives. *Progress in the chemistry of fats and other lipids*, 15(1), 57-74.

G

García-Villalba, R., Carrasco-Pancorbo, A., Oliveras-Ferraro, C., Vázquez-Martín, A., Menéndez, J. A., Segura-Carretero, A., & Fernández-Gutiérrez, A. (2010). Characterization and quantification of phenolic compounds of extra-virgin olive oils with anticancer properties by a rapid and resolute LC-ESI-TOF MS method. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 51(2), 416-429.

Ghezlaoui, M. C. E. (2011). Influence de la variété, Nature du sol et les conditions climatiques sur la qualité des huiles d'olives des variétés Chemlal, Sigoise et d'Oléastre dans la Wilaya de Tlemcen, Algérie.

Gigon, F., & Le Jeune, R. (2010). Huile d'olive, *Olea europaea* L. *Phytothérapie*, 8, 129-135.

Giuffrè, A. M. (2017). Biometric evaluation of twelve olive cultivars under rainfed conditions in the region of Calabria, South Italy. *Emirates Journal of Food and Agriculture*, 696-709.

Gómez-Rico, A., Fregapane, G., & Salvador, M. D. (2008). Effect of cultivar and ripening on minor components in Spanish olive fruits and their corresponding virgin olive oils. *Food Research International*, 41(4), 433-440.

Graille, J. (2003). *Lipides et corps gras alimentaires*. Lavoisier Tec et Doc.

Guillaume, C., De Alzaa, F., & Ravetti, L. (2018). Evaluation of chemical and physical changes in different commercial oils during heating. *Acta Scientific Nutritional Health*, 2(6), 2-11.

Gutiérrez, F., Jimenez, B., Ruiz, A., & Albi, M. A. (1999). Effect of olive ripeness on the oxidative stability of virgin olive oil extracted from the varieties Picual and Hojiblanca and on

the different components involved. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47(1), 121-127.

Gutierrez, F., Perdiguero, S., Garcia, J. M., & Castellano, J. M. (1992). Quality of oils from olives stored under controlled atmosphere. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 69(12), 1215-1218.

H

Hammadi, C. (2006). Technologie d'extraction des huiles d'olives et gestion de sa qualité. MADRM/DERD Maroc. ISSN, 1114-0852.

Henry, S. (2003). L'huile d'olive: son intérêt nutritionnel, ses utilisations en pharmacie et en cosmétique (Doctoral dissertation, UHP-Université Henri Poincaré).

Himour ép Cherrier, S., & Yahia, A. (2018). Comportements biologique, physiologique, biochimique et l'activité biologique de quatre variétés d'olivier (*Olea europaea* L.) dans l'Est Algérien (Doctoral dissertation, Université Frères Mentouri-Constantine 1).

I

Iddir, A. (2019). Etude comparative du comportement des huiles d'olive durant leur stockage. Influence du climat, l'altitude et la date de récolte (Doctoral dissertation, Doctoral dissertation, Abdelhamid Ibn Badis-Mostaganem University, Mostaganem, Algeria). Retrieved from <http://ebiblio.univ-mosta.dz/handle/123456789/13290>.

ISO : International Standard Organization.(1996). Méthode ISO/3691.Corps gras d'origines animale et végétale-détermination de l'indice d'iode.Editions 3.

ISO 3960. (2007). Normalisation, O. I. Corps gras d'origines animale et végétale.Détermination de l'indice de peroxyde.

K

Kachouri, F., & Hamdi, M. (2006). Use *Lactobacillus plantarum* in olive oil process and improvement of phenolic compounds content. *Journal of Food Engineering*, 77(3), 746-752.

L

Lazzer, A., Cossentini, M., Khlif, M., & Karray, B. (2006). Etude de l'évolution des stérols, des alcools aliphatiques et des pigments de l'huile d'olive au cours du processus de maturation. *Journal de la société chimique de Tunisie*, 8, 21-32.

Lazzerini, C., Cifelli, M., & Domenici, V. (2016). Pigments in extra-virgin olive oil: Authenticity and quality. *Products from olive tree*, 99-114.

Lehouche, R. E., Bensalem, S., & Bedjaoui, K. (2012). Caractérisation physico-chimique de l'huile d'olive de deux variétés étrangères: Picholine marocaine et Maurino.

Lion PH., 1955.Travaux pratiques de chimie organique. Ed. Dunod, Paris.

Lion, 1995. Travaux pratiques de chimie organique. Ed. Dunod, Paris.

Loukas, M., & Krimbas, C. B. (1983). History of olive cultivars based on their genetic distances. *Journal of Horticultural Science*, 58(1), 121-127.

Loussert, R., & Brousse, G. (1978). L'olivier. Techniques agricoles et production méditerranéennes. Maisonneuve et Larose, Paris, 460.

M

Mendil, M., & Sebai, A. (2006). Catalogue des variétés Algériennes de l'olivier. Ministère de l'agriculture et du développement rural, ITAF Alger, Algeria, 98.

Murry Mc. (1998). Biomolécule : lipides et acides nucléiques in Chimie organique. Ed. «Dunod» Paris, PP 508-510.

Muzzalupo I, Pellegrino M, Enzo P, (2012). Sensory Analysis of Virgin Olive Oils.; Edited by Innocenzo Muzzalupo.

N

Niaounaki, M., et Alvdakis. C. P., (2006). Olive processing waste management. 2ed. Elsevier. 514p.

O

Ollivier, D., Pinatel, C., Ollivier, V., & Artaud, J. (2014). Creation of a database of the fatty acid and triacylglycerol composition of virgin olive oils produced from 34 French varieties, eight French designations of origin and two foreign varieties grown in France (Part I). *Olivae*, 119, 35-47.

Ouaouich, A., & Chimi, H. (2007). Guide du producteur de l'huile d'olive. Organisation des Nations Unies pour le Développement industriel.

P

Paola., Constantino F., Del Caro A., Urgeghe P.P., et Piga A. (2020). Table Olives: An Overview on Effects of Processing on Nutritional and Sensory Quality:9, 514p .P2.

Papadopoulos, K., Triantis, T., Yannakopoulou, E., Nikokavoura, A., & Dimotikali, D. (2003). Comparative studies on the antioxidant activity of aqueous extracts of olive oils and seed oils using chemiluminescence. *Analytica chimica acta*, 494(1-2), 41-47.

R

Ramírez-Tortosa, M. C., Granados, S., & Quiles, J. L. (2006). Chemical composition, types and characteristics of olive oil. In *Olive oil and health* (pp. 45-62). Wallingford UK: CABI.

S

Sekour, B. (2012). Phytoprotection de l'huile d'olive vierge (HOV) par ajout des plantes végétales (thym, ail, romarin) (Doctoral dissertation, Université de Boumerdès-M'hamed Bougara).

Selaimia, R. (2018). Etude de l'huile d'olive d'Algérie (Doctoral dissertation, GUELMA).

Singleton, V. L., & Rossi, J. A. (1965). Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents. *American journal of Enology and Viticulture*, 16(3), 144-158.

Slam., et Gaoura M. (2004). Bio écologie de la mouche de l'olive *Bactrocera olea* et sa microflore associée en vue d'une proposition de lutte intégrée. Thèse de Magister. Université de Tlemcen. Spanish olive oils. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47 (9):3535-3540.

Spanova, M., & Daum, G. (2011). Squalene–biochemistry, molecular biology, process biotechnology, and applications. *European journal of lipid science and technology*, 113(11), 1299-1320.

T

Tabti, D. (2010). Régénération in vitro de plants sains à partir d'Apex caulinaires d'olivier *Olea europea* L. var. Chemlal.

Talantikite M. (1988). Etude comparative des principales variétés d'huile d'olive d'Algérie, influence de raffinage sur leurs qualités organoleptiques et nutritionnelles. Thèse de Magister. INA. Types and Characteristics of Olive Oil. In *olive oil and health*, 402: 45-62.

Tanouti, K., CAID, H. S., Abid, M., Mihamou, A., Khiar, M., Hachem, M. E., ... & Elamrani, A. (2011). Isly Huile d'Olive Vierge Analyse des Triglycérides et Composition en Acides Gras. *Les technologies de laboratoire*, 6(23).

Tekaya, I. B., & Hassouna, M. (2007). Effets des chlorophylles, du bêta-carotène, de l'alphatocophérol, du tyrosol et de leurs interactions sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive tunisienne. *Oléagineux, Corps gras, Lipides*, 14(1), 60-67.

V

Veillet S. 2010. Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : Entre tradition et innovation. Thèse de Doctorat spécialité Chimie, Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse. 5-30. PP 153.

Vera, D. N., Jiménez-Carvelo, A. M., Cuadros-Rodríguez, L., Ruisánchez, I., & Callao, M. P. (2019). Authentication of the geographical origin of extra-virgin olive oil of the Arbequina cultivar by chromatographic fingerprinting and chemometrics. *Talanta*, 203, 194-202.

Villa P. (2003). La culture de l'olivier : les variétés, les différents types de culture, les tailles, les engrais, les soins, la récolte et la production d'huile d'olive. Éditions De Vecchi S.A, Paris. P25.

Viola P. (1997). L'olivier, l'huile d'olive Conseil Oléicole International. P 115.

W

WOLFF, J. (1968). Manuel d'Analyse des Corps gras, édition AZOULAY.

Wolff, J. P. (1968). Manuel d'analyses des corps gras ; Azoulay éd. Paris (France), 519.

Z

Zhao, H., Dong, J., Lu, J., Chen, J., Li, Y., Shan, L., ... & Gu, G. (2006). Effects of extraction solvent mixtures on antioxidant activity evaluation and their extraction capacity and selectivity for free phenolic compounds in barley (*Hordeum vulgare* L.). *Journal of agricultural and food chemistry*, 54(19), 7277-7286.

Résumé

L'huile d'olive est l'une des principales composantes du régime méditerranéen et connue depuis la nuit des temps pour ses bienfaits. Notre étude a porté sur quinze échantillons d'huile d'olive d'origine algérienne collectés à partir des huileries localisées dans neuf régions de la wilaya de Bejaia, durant la campagne oléicole 2022-2023.

Le premier objectif de ce modeste travail est de caractériser ces huiles d'olive et de comparer leurs paramètres physico-chimiques. Le deuxième objectif est de construire un modèle d'étalonnage PLS (régression des moindres carrés partiels) permettant de prédire la teneur en polyphénols totaux dans une huile d'olive à partir de son spectre UV.

La caractérisation des huiles utilisées a été suivie par la détermination de certains paramètres de qualité chimique (l'indice d'acide, l'indice de peroxyde, la teneur en polyphénols totaux et la teneur en flavonoïdes totaux) ; de qualité physique (absorbance dans l'ultraviolet : des extinctions spécifiques à 232 et 270 nm, la teneur en eau et la densité ; Le tracé des spectres infrarouges permettant de déterminer les groupements fonctionnels dans les huiles d'olive étudiées ; Le tracé des spectres ultraviolet, utilisés avec les teneurs en polyphénols totaux obtenues par le dosage Folin-Ciocalteu pour la construction d'un modèle PLS de prédiction de la teneur en composés phénoliques dans les échantillons d'huiles étudiées.

Mots clés : Huile d'olive, propriétés physico-chimiques, teneur en polyphénols totaux, Régression des moindres carrés partiels.