

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

**Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie**

**Département des sciences alimentaires**

**Filière : Science Alimentaire**

**Spécialité : Science des corps gras**



**Réf : .....**

Mémoire de Fin de Cycle

En vue de l'obtention du diplôme

**MASTER**

**Thème**

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

Présenté par :

MEBARKOU Oussama

Soutenu le : 04 juillet 2024

Devant le jury composé de :

Mr. TAMENDJARI A.	Professeur	président
Mme LEHOUCHE R.	MCB	Encadreur
Mme DJELLILI F.	MCB	Examineur

**Année universitaire :2023/2024**

## Remerciements

Avant tout, je remercie Allah, le Tout-Puissant, pour nous avoir guidé vers le droit chemin, pour nous avoir aidé tout au long de nos années d'étude, ainsi pour nous avoir donné la force, la volonté et la patience dans l'accomplissement de ce modeste travail. Nous sommes reconnaissants pour sa bénédiction et sa miséricorde qui nous ont permis de réaliser ce projet.

Je remercie également Mme Lehouche, notre encadreur, pour son soutien et son encadrement tout au long de ce projet. Ses conseils avisés, son expertise et sa disponibilité ont été essentiels à la réalisation de cette étude. Nous sommes reconnaissants pour le temps qu'elle a bien voulu nous consacrer, pour ses remarques constructives et ses orientations qui nous ont permis d'approfondir nos analyses et de mener à bien ce travail.

Nous remercions vivement, Mr. TAMENDJARI de l'avoir fait l'honneur de présider le jury, ainsi que Mme DJELLILI d'avoir accepté d'examiner notre travail.

Je suis également reconnaissant envers nos collègues et amis qui ont contribué à ce projet par leurs conseils, leurs suggestions et leur aide. Nous sommes reconnaissants pour leur temps et leur énergie dédiés à ce projet.

Enfin, je remercie tous ceux qui ont contribué à ce projet, directement ou indirectement, pour leur soutien et leur encouragement. Je somme reconnaissants pour leur confiance en nous et pour leur aide dans l'accomplissement de ce modeste travail.

## Dédicace

« C'est avec profonde gratitude et sincères mots que nous dédions ce modeste travail de fin d'étude à nos chers parents ; qui ont sacrifié leur vie pour notre réussite et nous ont éclairé le chemin par leurs conseils judicieux.

J'espère qu'un jour, nous pourrons leur rendre un peu de ce qu'il a fait pour nous, que Dieu leur prête bonheur et longue vie. Je dédie aussi ce travail à nos frères et sœurs, nos familles, nos amis, tous nos professeurs qui nous ont enseigné et à tous ceux qui nous sont chers. »

# Sommaire

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

**Introduction** ..... 1

## Synthèse bibliographique

### Ch. I : L'olive et l'huile d'olive

I.1. Définition de l'olive ..... 3

I.2. Structure de l'olive : ..... 3

I.3. Composition chimique d'olive : ..... 3

I.4. Définition de l'huile d'olive : ..... 3

I.5. Composition de l'huile d'olive : ..... 4

I.5.1. Fraction saponifiable : ..... 4

I.5.1.1 Acide gras : ..... 4

I.5.1.2. Triglycéride : ..... 4

I.5.2. Fraction insaponifiable : ..... 4

I.5.2.1. Pigments : ..... 4

I.5.2.2. Tocophérols (vitamine E) : ..... 5

I.5.2.3. Stérols : ..... 5

I.5.2.4. Squalène : ..... 5

I.5.2.5. Composés phénoliques : ..... 5

I.5.2.6. Composés volatils et aromatiques : ..... 5

I.6. Classification de l'huile d'olive : ..... 6

I.7. Méthode d'extraction huile d'olive : ..... 6

I.7.1. Système d'extraction par presse (discontinu) : ..... 6

I.7.2. Système d'extraction par centrifugation (continue) : ..... 7

I.8. Coproduits de l'extraction de l'huile d'olive : ..... 7

I.9. Influence de l'huile d'olive sur la santé : ..... 8

## Partie expérimentale

### Matériel et méthodes

II.1. Échantillonnage : ..... 9

II.2. Analyses effectuées : ..... 9

II.2.1. Acidité:.....	9
II.2.2. Indice de peroxyde:.....	10
II.2.3. Absorbance spécifique dans l’ultraviolet : .....	11
II.2.4. Dosage des pigments : .....	12
II.2.5. Dosage des polyphenols totaux : .....	13
II.2.6. Dosage des flavonoïdes : .....	13
II.2.7. Dosage des <i>ortho</i> -diphénols : .....	14
II.2.8. Indice d’amertume : .....	15
II.2.9. Test de stabilité au rancimat : .....	15
II.2.10. Détermination du profil en acides gras par CPG : .....	16
II.3. Etude statistique .....	17
<b>Résultats et discussion</b>	
III.1. Indices de qualité : .....	18
III.1.1. Acidité : .....	18
III.1.1. Indice de peroxyde.....	19
III.1.1.Absorbance spécifique dans l’ultra-violet : .....	19
III.2. Teneur en pigments : .....	20
III.2.1. Chlorophylles : .....	20
III.2.2. Caroténoïdes : .....	21
III.3. Polyphénols totaux : .....	22
III.4. Flavonoïdes : .....	23
III.5. <i>Ortho</i> -diphénols : .....	23
III.6. Indice d’amertume : .....	24
III.7. Test de stabilité au rancimat : .....	25
III.8. Détermination de la composition en acides gras par CPG : .....	27
<b>Conclusion générale</b> : .....	29
Références bibliographiques	
Annexes	
Résumé	

## **Liste des abréviations**

**COI** : Conseil Oléicole International.

**CEE** : Communauté Economique Européenne.

**M éq** : m'équivalent.

**HT** : Huile d'olive témoin.

**HTC** : Huile d'olive stockée dans la jarre en terre cuite.

**HVF** : Huile d'olive stockée dans le verre.

**EVOO**: Huile d'olive extra vierge.

**h** : l'heure.

**AGS** : Acides gras saturés

**AGMI** : Acides gras mono-insaturés

**AGPI** : Acides gras polyinsaturés

**AGI** : Acides gras insaturés

## Liste des figures

**Figure 01** : Différentes parties de l'olive.

**Figure 02** : Schéma des différents procédés de production d'huile d'olive, (a) procédé à presses, (b) procédé à trois phases, (c) procédé à deux phases.

**Figure 03** : Emballages de stockage de l'huile d'olive.

**Figure 04** : Teneur en chlorophylles des différents échantillons.

**Figure 05** : Teneur en caroténoïdes des différents échantillons.

**Figure 06** : Teneur en polyphénols totaux des différents échantillons.

**Figure 07** : Teneur en flavonoïdes des trois échantillons.

**Figure 08** : Teneur en *ortho*-diphénols des trois échantillons.

**Figure 09** : Indice d'amertume des trois échantillons.

**Figure 10** : Test de stabilité au rancimat des trois échantillons.

## Liste des figures des annexes

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

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

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

**Figure 04** : Test de stabilité au rancimat de l'échantillon (HT) de l'huile d'olive.

**Figure 05** : Test de stabilité au rancimat de l'échantillon (HVF) de l'huile de l'olive.

**Figure 06** : Test de stabilité au rancimat de l'échantillon (HTC) de l'huile de l'olive.

**Figure 07** : Chromatogramme des acides gras de l'échantillon (HT) de l'huile d'olive.

**Figure 08** : Chromatogramme des acides gras de l'échantillon (HVF) de l'huile d'olive.

**Figure 09** : Chromatogramme des acides gras de l'échantillon (HTC) de l'huile d'olive.

## **Liste des tableaux**

**Tableau I** : Différentes catégories d'huile d'olive vierge et leurs critères de qualité.

**Tableau II** : Dénomination des échantillons d'huile d'olive.

**Tableau III** : Résultats des indices de qualité des différents échantillons.

**Tableau IV** : Profil en acides gras des échantillons d'huile d'olive analysée (%).

**Tableau V** : Compositions en AGS et AGI des différents échantillons.

## **Liste des tableaux des annexe**

**Tableau VI** : Tableau récapitulatif des résultats obtenus pour les analyses effectuées.

### Introduction :

L'huile d'olive est le jus naturel extrait du fruit de l'olivier, de l'espèce *Olea europaea* L. C'est un produit traditionnel de la région méditerranéenne, où les oliviers poussent depuis des millénaires. L'huile d'olive est produite en utilisant uniquement des moyens mécaniques tels que le lavage, le broyage, la malaxation, la décantation, la centrifugation et la filtration. Elle est appréciée par les consommateurs pour son goût et son arôme excellents, sa teneur en acides gras (principalement l'acide oléique) et ses antioxydants naturels tels que les composés phénoliques et les tocophérols (**Lolis et al., 2020**).

L'huile d'olive vierge extra est la plus haute qualité d'huile d'olive, obtenue directement à partir d'olives et uniquement par des procédés mécaniques, sans utilisation de produits chimiques ou de raffinage. Cette catégorie d'huile d'olive est caractérisée par une acidité libre très faible, généralement inférieure à 0,8%, ce qui témoigne de sa pureté et de sa fraîcheur et se distingue par son goût exceptionnel, son arôme riche et ses propriétés nutritionnelles bénéfiques pour la santé. Elle est riche en acides gras mono insaturés, en antioxydants naturels tels que la vitamine E et les polyphénols, et en composés bioactifs qui offrent de nombreux avantages pour la santé, notamment la réduction du risque de maladies cardiovasculaires et inflammatoires (**Rotich et al., 2020**).

L'emballage joue un rôle crucial dans la préservation de la qualité de l'huile d'olive. En effet, le choix du contenant peut influencer divers aspects tels que la durée de conservation, la protection contre la lumière et l'oxydation, ainsi que l'intégrité des arômes et des propriétés nutritionnelles de l'huile. Les emballages opaques et hermétiques sont souvent privilégiés pour protéger l'huile d'olive des effets néfastes de la lumière et de l'oxygène, qui peuvent altérer sa saveur et sa qualité. De plus, les emballages de qualité contribuent à maintenir les caractéristiques organoleptiques et les bienfaits pour la santé de l'huile d'olive (**Mustorgi al., 2020**).

Notre étude vise à évaluer l'impact de l'emballage de stockage sur les caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive extra vierge de la variété *Arbequina*. Nous avons étudié l'huile conservée dans deux types d'emballage : le verre fumé et la terre cuite, sur une période d'une année. Pour mener à bien cette étude, nous avons organisé notre travail en deux parties principales :

- La première partie est relative à une synthèse bibliographique qui traite les aspects relatifs à l'olive et à l'huile d'olive.
- La partie expérimentale traite l'ensemble des méthodes analytiques utilisées pour la détermination des indices de qualité et la composition physico-chimique des différents échantillons de l'huile, les résultats obtenus et leurs interprétations.

### I.1. Définition de l'olive :

L'olive est une drupe plus ou moins sphérique et de taille variable selon la variété. Elle se compose de l'épicarpe qui prend généralement une couleur pendant sa maturation physiologique, du mésocarpe qui renferme la majeure partie de l'huile, et de l'endocarpe ou noyau dur, allongé et pointu à son extrémité, renfermant une graine contenant l'embryon et les réserves alimentaires (Miho al., 2024).

### I.2. Structure l'olive :

Le poids d'une olive peut varier entre 2g et 12g. son pourcentage du poids de l'olive est réparti comme suit : 2,0 à 2,5 % pour l'épicarpe (peau), 71,5 à 80,5 % pour le mésocarpe (pulpe), 17,5 à 23 % pour l'endocarpe (noyau) et 2,0 à 5,5 % pour l'amande (figure 01) (Benlemlih et Ghanama., 2016).

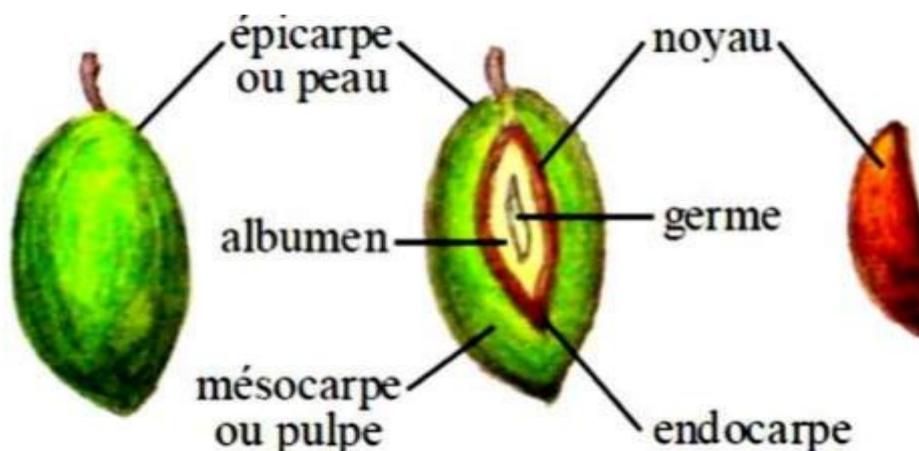


Figure 01 : Différentes parties de l'olive (Amouretti et Comet., 2000).

### I.3. Composition chimique d'olive :

La composition chimique moyenne de l'olive est la suivante : eau 50%, huile 22%, protéines 2%, sucres 13%, cellulose 6%, minéraux 2%. Les constituants importants qui représentent environ 2% sont les pectines, les acides organiques, les pigments et les glycosides de phénols (Seçmeler et Galanakis 2019 ; Abdel Rahman al., 2024).

### I.4. Définition de l'huile d'olive :

L'huile d'olive est un jus extrait du fruit de l'olivier (*Olea europaea L.*) par des procédés mécaniques uniquement, sans subir de traitements thermiques excessifs (COI, 2015). Elle est une matière grasse riche en lipides, principalement des acides gras, et contient

également des polyphénols, des vitamines et des pigments (Rosatiet al., 2014 ; Pardalis al., 2024).

## **I.5. Composition de l'huile d'olive :**

### **I.5.1. Fraction saponifiable :**

La fraction saponifiable des huiles d'olive est principalement composée de triglycérides et d'acides gras, représentant plus de 98% de leur composition (Fenner, 2009).

#### **I.5.1.1 Acide gras :**

Les huiles d'olive sont reconnues pour leur richesse en acides gras mono-insaturés, en particulier l'acide oléique (C18:1), qui représente entre 55% et 83% de leur composition. Les acides gras sont des critères essentiels de qualité et d'authenticité des huiles d'olive, se classant en acides gras saturés (AGS), mono-insaturés (AGMI) et polyinsaturés (AGP). L'huile d'olive se distingue par sa teneur élevée en acides gras mono-insaturés, ce qui lui confère des propriétés bénéfiques pour la santé (Cicatelli al., 2013).

#### **I.5.1.2. Triglycéride :**

La répartition des acides gras sur la molécule de glycérol définit le taux des différentes glycérides présents dans l'huile d'olive. Cette distribution est caractérisée par une concentration élevée de l'acide oléique (>80%) sur la position sn-2 du glycérol, tandis que les concentrations en acide palmitique ( $\leq 2\%$ ) et en acide stéarique sur cette même position sont faibles. En effet, l'huile d'olive se distingue par sa teneur significative en acide oléique, un acide gras mono-insaturé bénéfique pour la santé, qui prédomine dans sa composition (Mitsou et al., 2022 ; Tanget al., 2022).

### **I.5.2. Fraction insaponifiable :**

La fraction mineure, également appelée fraction insaponifiable, de l'huile d'olive vierge extra ou vierge représente seulement 1 à 2% de son poids total. Cette fraction est composée de substances non-grasses qui contribuent à la couleur, à l'arôme, à la saveur et à d'autres propriétés bénéfiques (Ruíz-Gutiérrez et al., 1995).

#### **I.5.2.1. Pigments :**

Les pigments naturels présents dans l'huile d'olive vierge sont les chlorophylles et les caroténoïdes, responsables de sa couleur variant du vert au jaune doré. Ces pigments jouent un rôle essentiel dans l'apparence visuelle de l'huile et sont des indicateurs de sa qualité et

de sa fraîcheur. Les chlorophylles confèrent à l'huile d'olive une teinte verte, tandis que les caroténoïdes lui donnent des nuances allant du jaune pâle au doré (**Luaces et al., 2005 ; Lu et al., 2023**).

#### **I.5.2.2. Tocophérols (vitamine E) :**

Ce sont des alcools organiques ayant une activité vitaminique E. Ils jouent un rôle essentiel dans la reproduction ainsi que dans les fonctions nerveuses et musculaires. Présents dans le germe de blé et les organes verts des végétaux, les tocophérols sont des composés vitaux pour l'organisme. En particulier, l'alpha-tocophérol est considéré comme ayant des effets protecteurs contre certaines pathologies en minimisant les effets néfastes des maladies inflammatoires (**Chen et al., 2011**).

#### **I.5.2.3. Stérols :**

Les stérols sont des composants naturels intégrés des membranes cellulaires des plantes et sont abondants dans les huiles végétales, les formes courantes de stérols sont le  $\beta$ -sitostérol, le campesterol et le stigmasterol. La quantité totale de stérols dans l'huile d'olive extra vierge varie de 113 à 265 mg/100 g. Le principal stérol de l'huile d'olive est le  $\beta$ -sitostérol, qui a une action anticancéreuse (**Chanioti et Tzia., 2019**).

#### **I.5.2.4. Squalène :**

Le squalène est un hydrocarbure aliphatique hautement insaturé ( $C_{30}H_{50}$ ) c'est un composant important de nombreuses huiles comestibles telles que l'huile d'olive. Il est considéré comme un précurseur de la biosynthèse du cholestérol et de la vitamine D. Le squalène est présent à des concentrations allant de 200 à 700 mg/kg dans l'huile d'olive (**Chanioti et Tzia., 2019**).

#### **I.5.2.5. Composés phénoliques :**

L'huile d'olive vierge est une source remarquable de composés phénoliques, avec plus de 30 molécules différentes identifiées à ce jour. Ces substances naturelles jouent un rôle essentiel dans les qualités organoleptiques et nutritionnelles de l'huile d'olive. (**Tuck et Hayball., 2002**).

Les composés phénoliques confèrent à l'huile d'olive son goût amer et piquant caractéristique, ainsi qu'une texture riche en bouche. Ils contribuent également de manière significative à la stabilité de l'huile face à l'auto-oxydation, lui permettant de conserver ses qualités pendant une durée plus longue (**Perrin, 1992**).

Les composés phénoliques de l'huile d'olive appartiennent à diverses familles chimiques, notamment les acides et alcools phénoliques, les sécoïridoïdes, les lignanes et les flavonoïdes (Ninfali et al., 2001).

#### I.5.2.6. Composés volatils et aromatiques :

Les composés aromatiques les plus abondants dans l'huile d'olive vierge sont l'hexanal, le (E) -2-hexenal, (Z) -3-hexenal, hexane-1-ol, (Z) -3-hexene-1-ol, l'acétate d'hexyle et l'acétate (Z) -3-hex-enyle. Ces composés sont responsables de la perception de l'arôme fruité et vert de l'huile d'olive vierge. Le profil de composés volatils de l'huile d'olive vierge est influencé par un certain nombre de facteurs, tels que le cultivar, le climat, le type du sol, le degré de maturation des olives et la technologie d'extraction de l'huile (Chabni et al., 2023).

#### I.6. Classification de l'huile d'olive :

L'analyse des composés volatils dans l'huile d'olive est essentielle pour déterminer sa qualité et ses caractéristiques sensorielles. Les composés volatils de l'huile d'olive sont responsables de son goût unique et délicat, et leur concentration et composition peuvent varier en fonction de facteurs tels que la variété, la région géographique, la maturité du fruit, les méthodes de traitement et les paramètres physico-chimique (Sales et al., 2019). Le tableau I illustre les différentes catégories de l'huile d'olive et leurs critères de qualité.

**Tableau I :** Différentes catégories d'huile d'olive vierge et leurs critères de qualité (COI, 2015).

Critère de qualité	Huile d'olive vierge extra	Huile d'olive vierge	Huile d'olive vierge courante	Huile d'olive vierge lampante
Acidité libre (% d'acide oléique)	$\leq 0,8$	$\leq 2$	$\leq 3,3$	$> 3,3$
Indice de peroxyde (még O <sub>2</sub> /kg)	$\leq 20$	$\leq 20$	$\leq 20$	Non limite
Absorbance dans l'UV				
-K <sub>232</sub>	$\leq 2,5$	$\leq 2,6$	-	-
- K <sub>270</sub>	$\leq 0,22$	$\leq 0,25$	$\leq 0,3$	-
Evaluation organoleptique				
-Fruité	Me $>0$	Me $>0$	Me = 0	-
-Défaut	Me = 0	0 < Me < 2,5	2,5 < Me < 6,0	Me > 6,0

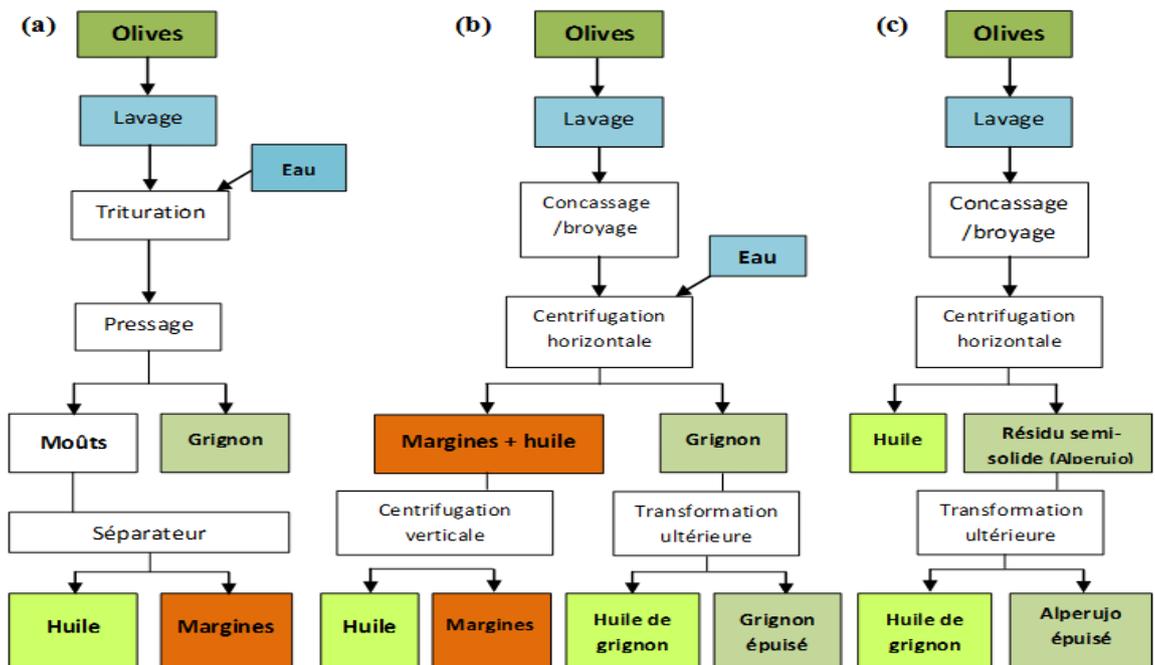
## I.7. Méthode d'extraction de l'huile d'olive :

### I.7.1. Système d'extraction par presse (discontinu) :

Le système d'extraction discontinu utilise des presses métalliques à vis ou, si nécessaire, des presses hydrauliques. Cette méthode est la plus ancienne pour l'extraction de l'huile. Elle présente plusieurs inconvénients ; Tout d'abord, l'huile extraite par les presses a des niveaux élevés d'oxydation et d'acidité, des défauts organoleptiques et une courte durée de conservation (Evrard et al., 2007).

### I.7.2. Système d'extraction par centrifugation (continue) :

La méthode d'extraction continue implique la centrifugation directe de la pâte d'olive pour extraire l'huile, ce qui permet de préserver la qualité de l'huile et de faciliter sa séparation des particules solides. Cette méthode est réalisée en deux étapes : la séparation de la phase liquide (eau et huile) des grignons, et la séparation de la phase huileuse des margines et existe deux processus d'extraction par centrifugation : par centrifugation à deux phases et par trois phase (figure02) (Albuquerque et al., 2004; Dahdouh et al., 2024).



**Figure 02** : Schéma des différents procédés de production d'huile d'olive, (a) procédé à presses, (b) procédé à trois phases, (c) procédé à deux phases. (El-Abbassi, 2013)

### **I.8. Coproduits de l'extraction de l'huile d'olive :**

Les coproduits de l'extraction d'huile d'olive comprennent l'eau de végétation, le grignon d'olive, et les feuilles d'olivier. L'eau de végétation est l'eau qui est extraite avec l'huile d'olive et peut être séparée lors du processus de décantation ou de centrifugation. Le grignon d'olive est la pulpe et les noyaux restants après l'extraction de l'huile. Les feuilles d'olivier sont un coproduit issu de l'industrie d'huile d'olive, généralement éliminées comme déchets (Alburquerque et al. 2004).

Ces coproduits peuvent être valorisés de diverses manières, tels que la production de compost, de biomasse, de biocarburants, de produits cosmétiques, de produits alimentaires et de l'agriculture, et même dans l'industrie de l'emballage alimentaire. Cependant, ils peuvent aussi être nocifs pour l'environnement, principalement en raison de leur phytotoxicité et de leur contenu organique élevé (De la Casa et al. 2021 ; Dahdouh et al. 2024 ; Pardalis et al. 2024).

### **I.9. Influence de l'huile d'olive sur la santé :**

Les bienfaits de l'huile d'olive pour la santé sont nombreux et ont été confirmés par de nombreuses études scientifiques. L'huile d'olive est riche en antioxydants tels que les vitamines E, C et D, ainsi que des polyphénols, qui lui confèrent des propriétés protectrices contre les maladies cardiovasculaires, le cancer et le vieillissement prématuré. Elle protège le cœur en réduisant le taux de mauvais cholestérol et en augmentant le taux de bon cholestérol dans le sang. Elle permet également de lutter contre l'acné grâce à ses propriétés antimicrobiennes et anti-inflammatoires. De plus, elle apaise les mains sèches et hydrate le corps grâce à sa teneur en acides gras mono insaturés (Lombardi et al., 2021 ; Tarabanis et al., 2023 ; Abdel Rahman et al., 2024).

## II.1. Échantillonnage :

L'échantillon utilisé dans ce travail est l'huile de la variété espagnole *Arbequina*, introduite en Algérie. Elle provient de la ferme oléicole Lekhdari située à Ain El Bir, commune de Boudjellil, wilaya de Bejaia. L'huile a été extraite par le procédé de centrifugation pendant la campagne oléicole 2022/2023.

L'huile a été stockée pendant une année à température ambiante à l'abri de la lumière dans deux emballages différents : le verre fumé et la jarre en terre cuite avec un bouchon en liège (figure 03).



**Figure 03** : Emballages de stockage de l'huile d'olive. (a : la jarre en terre cuite  
b :verre fume )

La dénomination des différents échantillons est donnée dans le tableau II.

**Tableau II** : Dénomination des échantillons d'huile d'olive.

Echantillon	Signification
HT0	Echantillon d'huile témoin
HVF	Echantillon d'huile stockée en verre fumé
HTC	Echantillon d'huile stockée en terre cuite

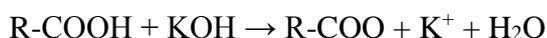
## II.2. Analyses effectuées :

### II.2.1. Acidité :

#### ➤ Principe :

L'acidité d'un corps gras mesure le pourcentage d'acides gras libres qu'il contient. Elle est déterminée selon la méthode décrite dans le règlement **CEE/2568/91**. Le principe de la méthode consiste à titrer les acides gras libres présents avec une solution éthanolique

d'hydroxyde de potassium sans hydrolyser les liaisons esters des glycérides, selon la réaction suivante :



➤ **Protocole expérimental :**

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

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

A : Acidité libre en % d'acide oléique.

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

V<sub>0</sub> : Volume en millilitre de KOH nécessaire à la neutralisation du blanc.

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

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

m : Masse en gramme de la prise d'essai (5g)

## II.2.2. Indice de peroxyde :

➤ **Principe :**

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

➤ **Protocole expérimental :**

Selon la méthode décrite dans le règlement **CEE/2568/91**, l'échantillon d'huile de 2 g est dissous dans 10 ml de chloroforme dans une fiole. Ensuite, 15 ml d'acide acétique et 1 ml de solution aqueuse saturée d'iodure de potassium sont ajoutés. La fiole est immédiatement bouchée et agitée vigoureusement pendant 1 minute, puis laissée dans

l'obscurité pendant 5 minutes à température ambiante. Après avoir ajouté 75 ml d'eau distillée et quelques gouttes de solution d'amidon, l'iode libéré est titré avec une solution de thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) à 0,01 N. Un essai à blanc est réalisé dans les mêmes conditions. L'indice de peroxyde (IP) est calculé comme suit :

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

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

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

V<sub>0</sub> : Volume en millilitre de thiosulfate de sodium nécessaire pour titrer le blanc.

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

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

### II.2.3. Absorbance spécifique dans l'ultraviolet :

#### ➤ Principe :

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

#### ➤ Protocole expérimental :

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

$$E = A\lambda / C * l$$

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

$A\lambda$  : Absorbance mesurée à la longueur d'onde  $\lambda$ .

C : Concentration de la solution en gramme par 100 ml.

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

#### II.2.4. Dosage des pigments :

➤ **Principe :**

Le dosage des chlorophylles et des caroténoïdes est important car ces pigments influencent la couleur, la stabilité et les propriétés organoleptiques des huiles végétales et ont été dosés selon la méthode décrite par **Minguez-Mosquera et al., (1991)**. Les valeurs des coefficients d'extinction spécifique appliquée sont  $E_0 = 613$  pour la phéophytine, une composante majeure des pigments chlorophylliens et  $E_0 = 2000$  pour la lutéine, un élément majeur des caroténoïdes.

➤ **Protocole expérimental :**

7g d'huile d'olive ont été pesés dans des fioles de 25 ml puis le volume est ajusté au trait de jauge avec le cyclohexane. Les teneurs en chlorophylles et caroténoïdes ont été déterminées respectivement, par la mesure de l'absorbance à 670 nm et 470 nm. A partir des deux formules suivantes, les teneurs en chlorophylles et caroténoïdes ont été calculées :

$$\text{Chlorophylles (mg/Kg)} = (A_{670} * 106) / (613 * 100 * I)$$

$A_{670}$  : l'absorbance de l'échantillon à 670 nm.

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

I : épaisseur de la cuve (1cm).

$$\text{Caroténoïdes (mg/Kg)} = (A_{470} * 106) / (2000 * 100 * I)$$

$A_{470}$  : l'absorbance de l'échantillon à 470 nm.

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

I : épaisseur de la cuve (1cm).

### II.2.5. Dosage des polyphénols totaux :

➤ **Principe :**

Les polyphénols totaux sont déterminés par le suivi de leur capacité à réduire les acides phosphotungstique et phosphomolybdique, présents dans le réactif de Folin-Ciocalteu dans l'oxyde de tungstène et molybdène ( $W_8O_{23}$  et  $Mo_8O_{23}$ ). Ces derniers présentent une coloration bleutée mesurée à 760 nm proportionnelle à la quantité des polyphénols présents dans les échantillons (Singleton et al., 1999).

➤ **Protocole expérimental :**

• **Extraction :**

Les polyphénols sont extraits selon le protocole de Favati et al., (1994). 1 g de l'huile filtrée est dissout dans 10 ml d'hexane. La solution est injectée dans la colonne octadecyl C18. Ensuite, la colonne est lavée avec 2 fois 5 ml d'hexane pour éliminer les composés non polaires. La fraction polaire est éluée en utilisant 2 fois 4 ml de solution de méthanol.

• **Dosage :**

2 ml d'extrait méthanolique sont ajoutés à 5 ml d'eau distillée. 0,5 ml du réactif de Folin-Ciocalteu sont ajoutés au mélange. Ce dernier est incubé pendant 3 minutes à température ambiante. 4 ml de carbonate de sodium à 10 % ( $Na_2CO_3$ ) sont additionnés. Le mélange atteint le volume final de 20 ml avec l'eau distillée. Le mélange est incubé pendant 90 minutes à l'obscurité. Ensuite, la préparation est filtrée et analysée à 760 nm contre un blanc dont l'extrait est remplacé par le même volume de méthanol. Enfin, la concentration en polyphénols totaux est calculée grâce à une courbe d'étalonnage réalisée avec de l'acide gallique comme standard (figure 01, annexe 1). Les résultats sont exprimés en milligramme équivalent d'acide gallique par kg d'huile d'olive.

### II.2.6. Dosage des flavonoïdes :

➤ **Principe :**

Le dosage des flavonoïdes est basé sur les propriétés chélatrices de ces composés, en particulier les flavones et les flavonols. Ces molécules possèdent une fonction 4-céto-5-hydroxyle qui interagit avec les ions  $Al^{+3}$ . Les ions  $Al^{+3}$  forment un complexe jaune très stable avec les groupements hydroxyles (OH) des phénols. Ce complexe est quantifié par

spectrophotométrie à une longueur d'onde de 430. Le dosage des flavonoïdes est important car ces composés jouent un rôle clé dans les propriétés antioxydants et organoleptiques des huiles végétales (Apak et al., 2007).

➤ **Protocole expérimental :**

Un volume de 2 ml de l'extrait est mélangé à 1 ml de la solution de trichlorure d'aluminium  $AlCl_3$  à 2%. Le mélange est incubé à l'obscurité pendant 15 minutes et à température ambiante et l'absorbance est mesurée à 430 nm. La concentration en flavonoïdes dans les extraits est calculée à partir de la courbe d'étalonnage établie avec la quercétine comme standard (figure 02, annexe 1). Enfin, les résultats sont exprimés en milligramme équivalent de quercétine par un kg d'huile (mg E.Q/Kg).

**II.2.7. Dosage des *ortho*-diphénols :**

➤ **Principe :**

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

➤ **Protocole expérimental**

0,5 ml de l'extrait méthanoïque est ajouté à 5 ml du mélange méthanol/eau (V/V). Après agitation vigoureuse, 4 ml de molybdate d'ammonium tétrahydraté à 5% dans l'éthanol/eau sont ajoutés. Après 15 minutes d'incubation à l'obscurité, la préparation est filtrée et l'absorbance est mesurée à 370 nm contre un blanc dont l'extrait a été remplacé par le même volume de méthanol. Enfin, la concentration en *ortho*-diphénols est calculée grâce à une courbe d'étalonnage réalisée avec une gamme étalon avec de l'acide caféique (figure 03, annexe 1). Les résultats sont exprimés en milligramme équivalent d'acide caféique par kg d'huile d'olive.

### II.2.8. Indice d'amertume :

➤ **Principe :**

L'indice d'amertume est un concept qui mesure la quantité d'amertume présente dans un produit alimentaire. L'indice d'amertume ( $K_{225}$ ) a été déterminé par spectrophotométrie à 225 nm par la méthode **Morello et al., (2004)**.

➤ **Protocole expérimental :**

1 g d'huile a été solubilisé dans 4 ml d'hexane. La solution préparée a été introduite dans une colonne d'octadecyle C18 préalablement activée (6 ml de méthanol et 10 ml d'hexane). Puis, la colonne a été lavée avec 10 ml d'hexane afin d'éliminer tout résidu apolaire. Ensuite, l'élution des composés amers a été réalisée par 25 ml d'un mélange méthanol-eau (1/1 : V/V). L'absorbance est mesurée à 225 nm. Enfin, les résultats sont exprimés en termes d'absorbance.

### II.2.9. Test de stabilité au Rancimat :

➤ **Principe :**

Le test de stabilité au Rancimat est une méthode standard pour évaluer la stabilité à l'oxydation des corps gras. Elle consiste à vieillir prématurément les matières grasses par décomposition thermique à 98°C, sous un bullage intensif d'air. Le temps d'induction, exprimé en heures, est défini comme le temps écoulé entre le début de mesure et le moment où la formation de produits d'oxydation commence à augmenter rapidement. Cette méthode est conforme à **la norme ISO 6886, (2006)**

➤ **Protocole expérimental :**

- Préparer correctement l'appareillage (Rancimat 743, Metrohm, Suisse) en procédant aux réglages du bloc chauffant (98°C) et du débit d'air (10 litres/heure) ;
- Remplir les cellules de mesure avec 60 ml d'eau distillée ou déminéralisée ;
- Mettre 3,0 g de chaque l'échantillon dans le flacon d'oxydation à l'air ;
- Démarrer la pompe à l'air à membrane pour gaz et relier le tube d'arrivée et le tube de sortie d'air aux flacons d'oxydation à l'air et aux cellules de mesure à l'aide des tubes de raccordement ;

- Introduire le flacon d'oxydation à l'air muni de son couvercle hermétique dans son trou du bloc chauffant, qui doivent être tous deux à la température requise.

Pour l'expression des résultats, l'appareil permet un calcul automatique de la période d'induction, tout en utilisant le maximum de la seconde dérivée de la courbe. La stabilité à l'oxydation est exprimée en heures. Ce résultat sera ensuite comparé avec le témoin.

#### **II.2.10. Détermination du profil en acides gras par CPG :**

##### **➤ Principe :**

Les acides gras sont déterminés après une transformation en esters méthyliques, obtenus par une réaction de trans-esterification des triglycérides avec une potasse méthanolique. Dans cette réaction, la potasse attaque les triglycérides, libérant les acides gras.

##### **➤ Protocole expérimental :**

- Préparation des esters méthyliques :

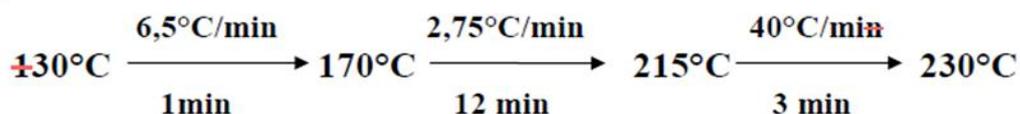
Une aliquote de 0,5g d'huile est dissoute dans 5ml d'hexane pour chromatographie, à laquelle sont ajoutés 0,5ml d'une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium (2N). Le mélange est homogénéisé pendant 30 secondes, puis centrifugé à 3000 tours/min pendant 5 minutes. On prélève 2 gouttes du surnageant, et on les mélange avec 1 ml d'hexane (CE, 2002).

- Analyse des esters méthyliques par CPG :

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

- Injecteur : SPLIT 1/100 ;
- Colonne capillaire DB 23 : (longueur : 60 m, diamètre intérieur : 0,25 mm et épaisseur : 0,25 $\mu$ m) ;
- Gaz vecteur : hydrogène ;
- Détecteur : FID ;
- Températures : (injecteur : 270°C, détecteur : 250°C)
- Volume injecté : 1 $\mu$ l

- Programme (gradient de température) :



Les acides gras sont identifiés en fonction de leur temps de rétention au niveau de la colonne par comparaison à des acides gras étalons et le taux de chaque acide gras (%) est déterminé par le calcul des aires des pics correspondants (figure 07/08/09 annexe 04)

### II.3. Etude statistique

Pour analyser les résultats obtenus, une étude statistique a été menée en utilisant le logiciel STATISTICA 7.1. Elle consistait en une analyse de la variance (ANOVA), suivie d'un test LSD. Le seuil de signification était fixé à une probabilité inférieure à 0,05 ( $p < 0,05$ ). Toutes les analyses, sauf l'analyse par CPG et test de stabilité au Rancimat ont été réalisées en trois essais.

L'ensemble des résultats obtenus dans cette étude sont rassemblés en annexe 2.

### III.1. Indices de qualité :

Les résultats obtenus pour les différents indices de qualité sont illustrés dans le tableau III.

**Tableau III** : Résultats des indices de qualité des différents échantillons.

Indice Echantillon	Acidité (%)	Indice de peroxyde (méq d'O <sub>2</sub> /kg)	K <sub>232</sub>	K <sub>270</sub>
<b>HT0</b>	0,16 ± 0 <b>b</b>	14,66 ± 0,76 <b>a</b>	1,92 ± 0,002 <b>a</b>	0,18 ± 0,002 <b>a</b>
<b>HVF</b>	0,21 ± 0,01 <b>c</b>	30,16 ± 0,28 <b>b</b>	2,01 ± 0,001 <b>b</b>	0,2 ± 0,002 <b>b</b>
<b>HTC</b>	0,11 ± 0 <b>a</b>	143 ± 0,5 <b>c</b>	2,12 ± 0,001 <b>c</b>	0,68 ± 0,001 <b>c</b>

\*Les valeurs portant les mêmes lettres dans la même colonne ne montrent aucune différence significative ( $p < 0,05$ ) ; On note que  $a < b < c$ .

#### III.1.1. Acidité :

Les résultats obtenus (tableau III) pour les trois échantillons sont conformes à la norme du **COI (2019)** relative à l'huile d'olive vierge extra ( $\leq 0,8\%$ ).

L'analyse statistique montre la présence de différence significative ( $p < 0,05$ ) entre les trois échantillons avec une valeur minimale de 0,11% pour l'huile stockée dans la jarre en terre cuite (HTR) et une valeur maximale de 0,21% pour l'échantillon stocké dans le verre fumé. L'échantillon témoin (HT0) a enregistré une valeur intermédiaire (0,16%).

L'emballage en terre cuite s'est avéré meilleur pour la préservation d'une acidité basse de l'huile d'olive. Ce phénomène pourrait être dû à l'absorption de l'eau contenue dans l'huile par la terre cuite, ce qui limiterait le phénomène d'hydrolyse.

### III.1.2. Indice de peroxyde :

A l'exception de l'échantillon témoin (HT0), les deux autres ont enregistré des élévations significatives ( $p < 0,05$ ) de l'indice de peroxyde dépassent la norme fixée par le **COI (2019)** ( $\leq 20$  méq d'O<sub>2</sub>/kg).

En effet, l'échantillon (HV) a enregistré une valeur de 30,16 méq d'O<sub>2</sub>/kg et un indice de peroxyde très élevé (143 méq d'O<sub>2</sub>/kg) a été noté pour l'échantillon d'huile stockée dans l'emballage en terre cuite. Ces élévations de l'indice de peroxyde peuvent être attribuées d'une part au matériau d'emballage et d'autre part aux conditions de stockage notamment la température.

L'emballage en terre cuite s'est avéré très favorable à l'accélération des phénomènes d'oxydation de l'huile. Un phénomène d'absorption de l'huile par l'emballage en terre cuite a été observé, probablement dû à la mauvaise qualité de production cet emballage.

L'air ambiant s'est probablement infiltré à l'intérieur soit à partir des micropores présentes dans l'emballage, soit à travers le bouchon de fermeture en liège ce qui expliquerait l'augmentation très importante de l'indice de peroxyde.

### III.1.3. Absorbance spécifique dans l'ultra-violet :

L'absorbance spécifique dans l'ultra-violet renseigne sur l'état d'oxydation d'une matière grasse. En effet, les hydroperoxydes absorbent au voisinage de 223 nm alors que les diènes et les triènes conjugués absorbent au voisinage de 270 nm.

Les résultats obtenus des  $K_{232}$  et  $K_{270}$  sont consignés dans le tableau III. Concernant le  $K_{232}$ , les valeurs obtenues sont conformes à la norme du **COI (2019)** pour une l'huile d'olive vierge extra ( $\leq 2,5$ ).

Des différences significatives ( $p < 0,05$ ) sont observées entre les différents échantillons. La plus petite valeur est enregistrée par l'huile témoin (HT0) et la valeur maximale est observée pour l'échantillon HTR (2,12). Une valeur intermédiaire est enregistrée par l'huile stockée dans le verre fumé (2,01).

Concernant le  $K_{270}$ , des différences significatives ( $p < 0,05$ ) sont relevées entre l'ensemble des échantillons, avec des valeurs qui oscillent entre 0,18 (HV) et 0,68 (HTR).

Ce dernier échantillon a observé une valeur supérieure à la norme du **COI (2019)** pour une l'huile d'olive vierge extra ( $\leq 0,22$ ). Ce résultat confirme la non adéquation de l'emballage en terre cuite utilisé dans cette étude à la conservation d'l'huile d'olive à long terme.

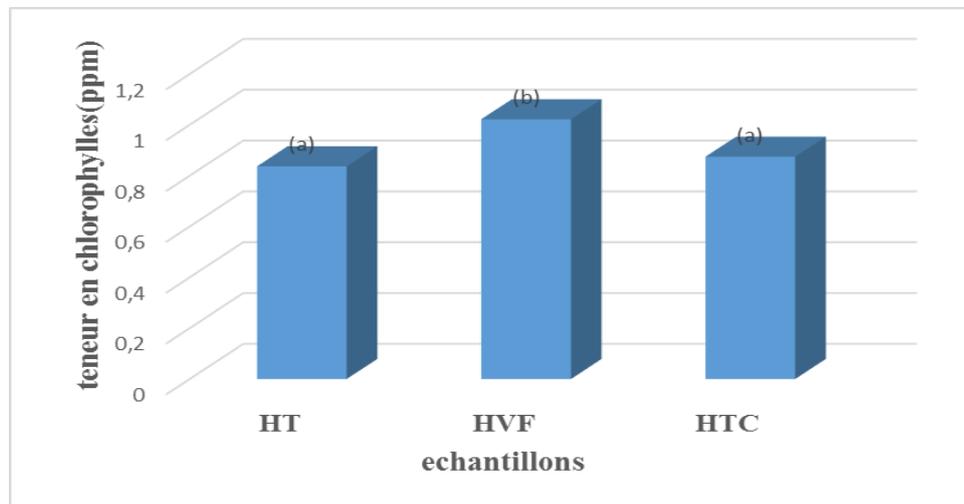
Les indices utilisés pour l'évaluation de l'état d'oxydation des échantillons d'huile, que ce soit l'indice de peroxyde ou l'extinction dans l'ultra-violet, montrent une même tendance. À savoir, les plus grandes valeurs ont été toujours enregistrées par l'échantillon d'huile stockée dans la terre cuite. Les valeurs minimales sont notées par l'huile témoin et les valeurs intermédiaires ont été enregistrées par l'huile stockée dans le verre fumé.

Les paramètres de qualité étudiés montrent clairement l'influence de la nature de l'emballage de stockage sur la qualité de l'huile d'olive.

## III.2. Teneur en pigments :

### III.2.1. Chlorophylles :

Les résultats des quantités en chlorophylles des trois échantillons sont illustrés dans la figure 04.



**Figure 04 :** Teneur en chlorophylles des différents échantillons

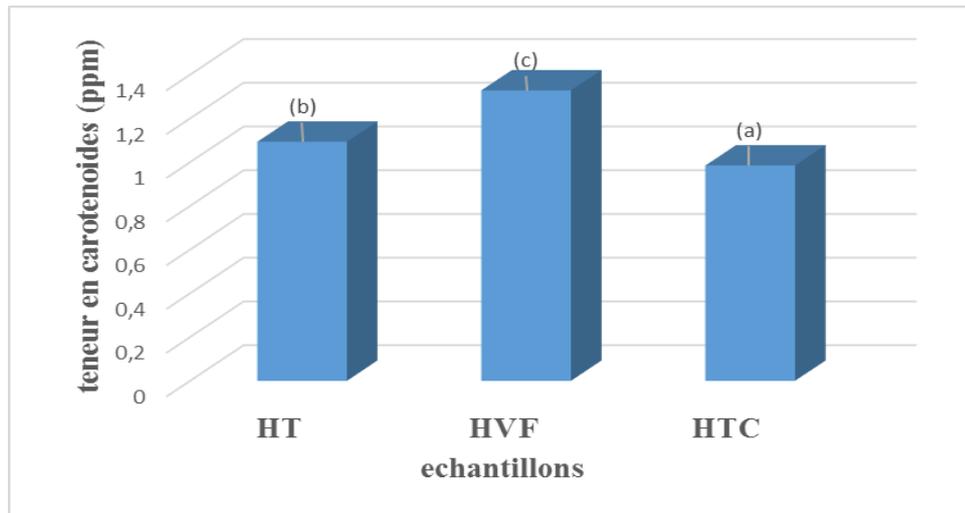
\* Les valeurs portant les mêmes lettres ne montrent aucune différence significative ( $p < 0,05$ ). On note que l'a < b < c.

Les résultats obtenus varient entre 0,83 ppm pour l'échantillon témoin et 1,02 ppm pour l'huile stockée dans le verre fumé.

Aucune différence significative ( $p < 0,05$ ) n'a été observée entre HT0 et HTR par contre une élévation significative ( $p < 0,05$ ) a été relevée pour l'huile stockée dans le verre fumé.

### III.2.2. Caroténoïdes :

Les résultats des quantités des caroténoïdes des trois échantillons sont illustres dans la figure 05.



**Figure 05 :** Teneur en caroténoïdes des différents échantillons

\* Les valeurs portant les mêmes lettres ne montrent aucune différence significative ( $p < 0,05$ ). On note que l'a < b < c.

Les caroténoïdes sont des pigments naturels retrouvés dans l'huile d'olive. En effet, des teneurs qui oscillent entre 0,98 ppm pour l'huile d'olive stockée dans la terre cuite et 1,32 ppm pour l'huile d'olive stockée dans le verre fume ont été notées. Une valeur intermédiaire de 1,09 ppm a été enregistrée pour l'huile d'olive témoin. Des différences significatives ( $p \leq 0,05$ ) sont observées entre les trois échantillons.

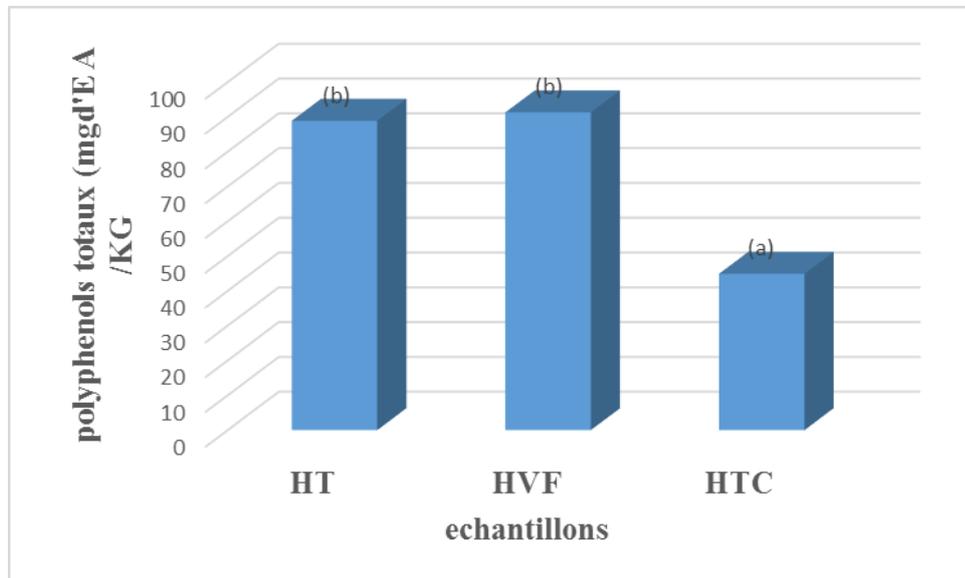
Le stockage de l'huile dans l'emballage en terre cuite a engendré une diminution significative ( $p \leq 0,05$ ) de la teneur en caroténoïdes estimée à 25%.

Ces composés sont des antioxydants naturels, ils pourraient être dégradés au cours des phénomènes d'oxydation de l'huile. Cette diminution pourrait aussi être due à la fixation de ces pigments sur l'emballage de terre cuite.

A la lumière des résultats obtenus, on signale l'influence significative ( $p \leq 0,05$ ) de la nature de l'emballage sur les teneurs en pigments chlorophylliens et caroténoïdes.

### III.3. Polyphénols totaux :

Les résultats des quantités des polyphénols totaux des trois échantillons sont illustrés dans la figure 06.



**Figure 06 :** Teneur en polyphénols totaux des différents échantillons.

\* Les valeurs portant les mêmes lettres ne montrent aucune différence significative ( $p < 0,05$ ). On note que  $a < b < c$ .

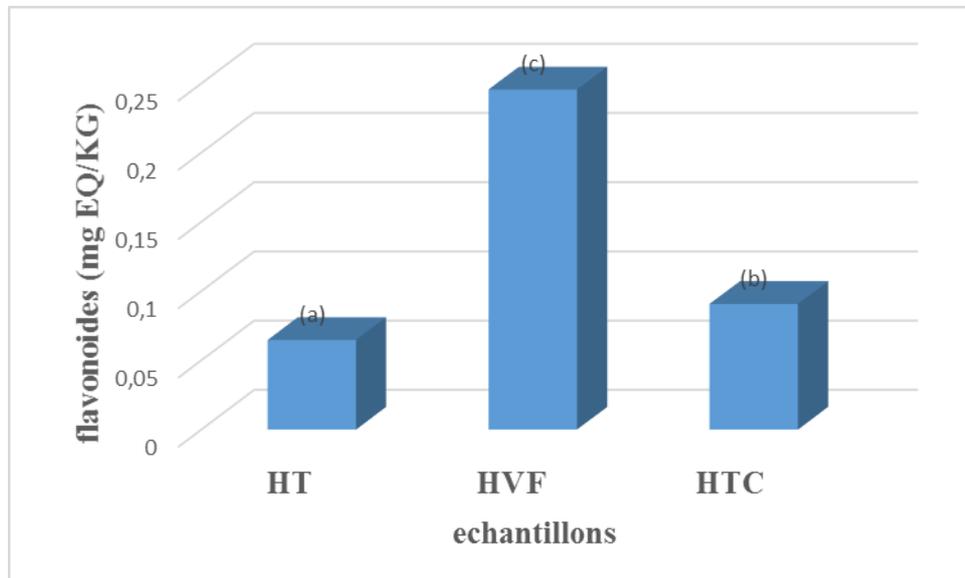
Les polyphénols sont des composés naturels retrouvés dans l'huile d'olive. Les résultats obtenus montrent de faibles teneurs, car elles sont toutes inférieures à 100 ppm.

La plus grande valeur est de 91,29 ppm pour l'huile d'olive stockée dans le verre fumé (HV). Suivi par l'échantillon témoin, avec une valeur intermédiaire de 88,88 ppm. En troisième position vient l'échantillon de l'huile stockée dans la terre cuite avec une valeur minimale de 44,90 ppm. Ce dernier présente une diminution significative ( $p \leq 0,05$ ) par rapport aux deux autres échantillons.

Après une année de stockage, l'emballage en verre fumé n'a pas engendré de modification significative ( $p \leq 0,05$ ) de la teneur en polyphénols totaux. Par contre, l'emballage en terre cuite a engendré une diminution significative ( $p \leq 0,05$ ) des teneurs en polyphénols totaux et qui est estimée à environ 50%. Ces composés pourraient être dégradés au cours des phénomènes d'oxydation. En effet, l'échantillon HTR a observé un état d'oxydation très avancé avec un indice de peroxyde très élevé (143 méq d'O<sub>2</sub>/Kg).

### III.4. Flavonoïdes :

Les résultats des quantités de flavonoïdes des trois échantillons sont illustrés dans la figure 07.



**Figure 07** : Teneur en flavonoïdes des trois échantillons

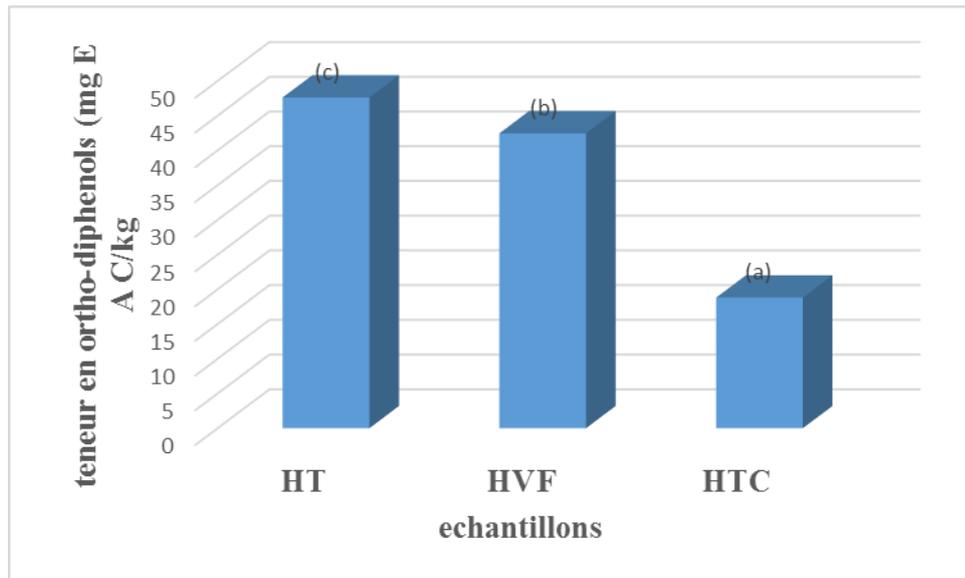
\* Les valeurs portant les mêmes lettres ne montrent aucune différence significative ( $p < 0,05$ ). On note que l'a < b < c.

De faibles teneurs en flavonoïdes sont observées pour les trois échantillons. Elles oscillent entre 0,06 ppm pour l'huile d'olive témoin et 0,24 ppm pour l'huile d'olive stockée dans le verre fumé. Des différences significatives ( $p \leq 0,05$ ) sont observées entre les différents échantillons d'huile.

Par rapport à l'échantillon témoin, après une année, le stockage dans les deux emballages a engendré des augmentations significatives ( $p \leq 0,05$ ) et l'augmentation est plus importante pour l'emballage en verre. Ce phénomène pourrait être expliqué par la libération de ces composés à partir de composés plus complexes au cours du stockage.

### III.5. *Ortho*-diphénols :

Les résultats des quantités en *ortho*-diphénols des trois échantillons sont illustrés dans la figure 08.



**Figure 08** : Teneur en *ortho*-diphénols des trois échantillons

\* Les valeurs portant les mêmes lettres ne montrent aucune différence significative ( $p < 0,05$ ). On note que l'a < b < c.

Les résultats consignés dans la figure 08 montrent des teneurs en *ortho*-diphénols qui varient entre 18 ppm pour l'huile d'olive stockée dans la terre cuite et 47 ppm pour l'huile témoin. L'échantillon stocké dans le verre fumé présente une teneur intermédiaire de 42 ppm. Des différences significatives ( $p \leq 0,05$ ) sont relevées entre les trois échantillons.

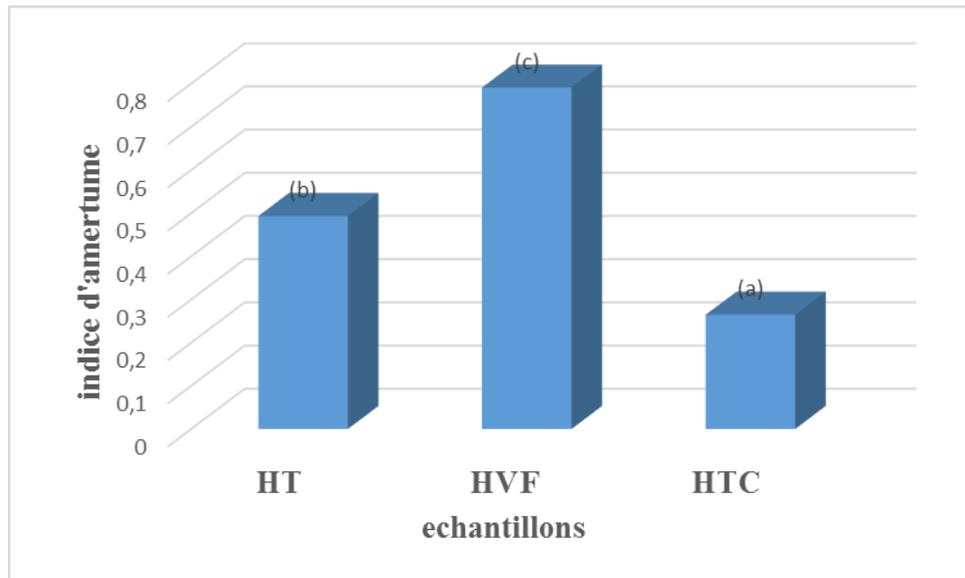
Le stockage pendant une année a engendré une diminution en *ortho*-diphénols de 10,64% pour l'emballage en verre fumé et 61,71% pour l'emballage en terre cuite. Cette dernière perte est la plus prononcée, ce qui est probablement due la dégradation de ces composés au cours des phénomènes d'oxydation souvenus dans cet échantillon d'huile.

En effet, les valeurs relatives à l'indice de peroxyde et l'extinction spécifique dans l'ultraviolet sont le plus élevées pour l'échantillon HTR.

La perte importante de ce patinoire antioxydants suggère la non adéquation de ce type d'emballage pour le stockage de l'huile d'olive à long terme.

### III.6. Indice d'amertume :

Les résultats d'indice d'amertume des échantillons sont illustrés dans la figure 09.



**Figure 09** : Indice d'amertume des trois échantillons.

\* Les valeurs portant les mêmes lettres ne montrent aucune différence significative ( $p < 0,05$ ). On note que l'a < b < c.

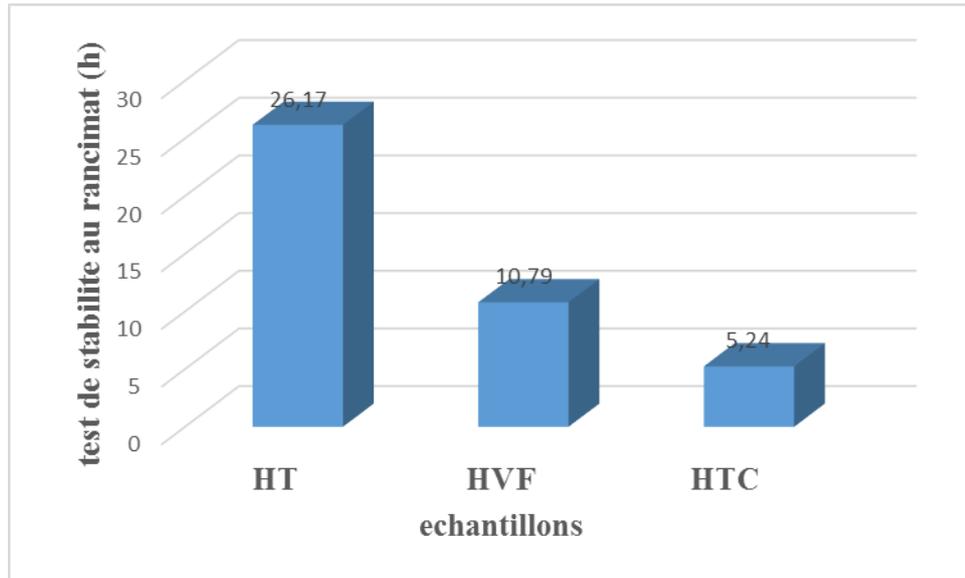
Les indices d'amertume varient entre 0,26 pour l'huile d'olive stockée dans l'emballage en terre cuite et 0,78 ppm pour une huile stockée dans le verre fumé. Une valeur intermédiaire de 0,49 ppm est enregistrée pour l'huile témoin. Des différences significatives ( $p \leq 0,05$ ) sont relevées entre les trois échantillons.

Le stockage d'une année a engendré une augmentation significative ( $p \leq 0,05$ ) de cet indice pour l'huile stockée dans le verre. Contrairement à l'huile stockée dans l'emballage en terre cuite.

L'indice d'amertume est généralement attribué à certains composés phénoliques ce qui pourrait justifier en partie les résultats obtenus. En effet, l'échantillon stocké dans le verre a enregistré une augmentation légère mais non significative en polyphénols totaux et une augmentation significative ( $p \leq 0,05$ ) en flavonoïdes. Par contre, des diminutions importantes et significatives ( $p \leq 0,05$ ) en polyphénols totaux et *ortho*-diphénols ont été relevées au niveau de l'huile stockée dans la jarre en terre cuite.

### III.7. Test de stabilité au Rancimat :

Les résultats du test de stabilité au Rancimat des échantillons sont illustrés dans la figure 10. Les différentes courbes obtenues pour ce test sont présentées en annexe 3.



**Figure 10 :** Test de stabilité au Rancimat des trois échantillons.

La stabilité au Rancimat est une mesure de la résistance de l'huile à l'oxydation. Un temps d'induction plus long signifie que l'huile est plus résistante à l'oxydation. Les résultats montrent que l'huile stockée dans la terre (5,24 h) est la moins résistante à l'oxydation, suivie de l'huile stockée dans le verre (10,79 h), et enfin de l'huile témoin (26,17 h).

Cela peut être attribué à la teneur en polyphénols notamment en *ortho*-diphénols. En effet, les teneurs en ces composés est en corrélation avec les résultats du test de stabilité au Rancimat. Les *ortho*-diphénols sont de puissants antioxydants naturels de l'huile d'olive.

Les résultats du test de stabilité au Rancimat montrent que le stockage et la nature de l'emballage influencent la stabilité de l'huile d'olive.

### III.8. Détermination de la composition en acides gras par CPG :

L'analyse des chromatogrammes (annexes 4) a révélé l'existence de sept acides gras dans l'huile d'olive échantillonnée. Les résultats sont enregistrés dans le tableau IV.

**Tableau IV** : Profil en acides gras des échantillons d'huile d'olive analysée (%).

Acide gras	Dénomination	HT(%)	HVF (%)	HTC (%)	Norme de COI (2019)
<b>C16 :0</b>	Acide palmitique	15,10	16,40	16,65	7,50 - 20,00
<b>C17 :0</b>	Acide heptadécanoïque	/	/	1,88	≤ 0,40
<b>C18 :0</b>	Acide stéarique	1,80	1,99	2,02	0,50 - 5,00
<b>C18 :1</b>	Acide oléique	65,62	64,23	64,91	55,00 - 83,0
<b>C18 :2</b>	Acide linoléique	14,88	14,9	13,58	2,50 - 21,00
<b>C18 :3</b>	Acide linoléique	/	0,23	/	≤ 1,00

La composition en acide gras a donné deux acides gras saturés (l'acide palmitique et l'acide stéarique) et quatre acides gras insaturés dont deux sont monoinsaturés (l'acide heptadécanoïque et l'acide oléique) et deux polyinsaturés (l'acide linoléique et l'acide linoléique).

D'après les résultats obtenus, nous constatons une certaine variabilité des taux en différents acides gras. Mais, ces taux sont, en général, conformes aux limites fixées par la norme du COI (2019), à l'exception de l'acide heptadécanoïque qui a été détecté uniquement dans l'échantillon HTR avec un taux de 1,88% dépassant la norme qui est  $\leq 0.40$ .

De très légères variations sont notées pour l'acide oléique et l'acide linoléique pour les trois échantillons. L'acide gras majoritaire dans les trois échantillons est l'acide oléique avec un taux maximal de 65,62% pour l'huile témoin et un taux minimal de 64,23% pour l'huile stockée dans le verre (HV) et un pourcentage intermédiaire 64,91% pour l'échantillon HTR. Par contre, nous avons constaté que l'acide linoléique est seulement présent dans l'échantillon (HTV) avec un pourcentage de 0,23%.

➤ **Appréciation des taux d'AGS, AGMI, AGPI**

Les taux en AGS, AGMS, AGPI, AGI sont illustrés dans le tableau V.

**Tableau V** : Composition en AGS et AGI des différents échantillons.

<b>Echantillon</b>	<b>HT</b>	<b>HVF</b>	<b>HTC</b>
<b>Acides gras saturés (%)</b>	16,9	18,39	20,55
<b>Acides gras mono insaturés (%)</b>	65,62	64,23	64,91
<b>Acides gras polyinsaturés (%)</b>	14,88	15,13	13,58
<b>Acides gras insaturés (%)</b>	80,5	79,36	78,49

A la lumière des résultats obtenus (tableau V), on constate une augmentation des taux d'AGS après stockage d'une année dans les deux emballages étudiés par rapport à l'échantillon témoin.

Les taux les plus élevés en acides gras monoinsaturés et polyinsaturés sont enregistrés respectivement pour les échantillons HTC et HVF. On remarque que les taux d'acides gras monoinsaturés sont toujours supérieurs aux taux d'acides gras polyinsaturés pour les trois échantillons. Pour les acides gras insaturés, on observe une diminution de leur taux dans l'huile d'olive stockée en verre fumé (79,36%) et le taux avoisine 80% pour le échantillon (HT : 80,5%)

### Conclusion :

L'étude a porté sur l'huile d'olive vierge de la variété espagnole Arbequina introduite en Algérie (Bejaia). L'huile a été conservée pendant une année dans deux types d'emballage : le verre fumé et la terre cuite. L'objectif était de déterminer les caractéristiques physico-chimiques des différents échantillons d'huile après stockage (HVF : l'huile stockée dans le verre fumé et HTC : l'huile stockée dans la jarre de terre cuite) et de les comparer à l'huile témoin (HT). Cette étude nous a permis d'évaluer l'impact des deux matériaux d'emballage sur la qualité et la composition de l'huile d'olive.

Concernant les paramètres de qualité étudiés à savoir l'acidité, l'indice de peroxyde et l'extinction dans l'UV, nous avons constaté que l'acidité après stockage est restée conforme à la norme du COI (2019) pour une huile d'olive extra vierge ( $\leq 0,8\%$ ), avec une valeur minimale de  $0,11\%$ , enregistrée par l'échantillon stockée dans la jarre de terre cuite (HTC). Pour l'indice de peroxyde, après stockage, les valeurs obtenues sont significativement ( $p < 0,05$ ) élevées par rapport au témoin et elles ont dépassé la norme du COI (2019) ( $\leq 20$  méq O<sub>2</sub>/Kg), notamment pour l'échantillon HTC, qui a enregistré un indice de peroxyde de  $143$  méq O<sub>2</sub>/Kg.

Quant à l'extinction à  $232$  nm et  $270$  nm, des différences significatives ( $p < 0,05$ ) sont relevées entre les différents échantillons, mais les valeurs enregistrées sont restées conformes aux normes du COI (2019) pour une huile d'olive extra vierge à l'exception de l'échantillon HTR qui a enregistré une valeur de  $0,68$  pour le K<sub>270</sub>. Le stockage a influencé négativement sur l'état d'oxydation de l'huile notamment le stockage dans l'emballage en terre cuite. Les paramètres de qualité étudiés montrent clairement l'influence de la nature de l'emballage de stockage sur la qualité de l'huile d'olive.

Pour les pigments chlorophylliens et caroténoïdes, nous avons relevé une augmentation significative ( $p < 0,05$ ) de leur teneur après stockage dans le verre fumé, en effet, les plus grandes teneurs ont été enregistrées par l'échantillon HVF. Par contre, une diminution significative ( $p < 0,05$ ) de la teneur en caroténoïdes a été relevée au niveau de l'échantillon HTR.

Les teneurs en polyphénols totaux étaient faibles ( $< 100$  ppm) pour tous les échantillons et une diminution significative ( $p < 0,05$ ) a été relevée pour l'échantillon HTC avec une valeur minimale de  $44,90$  ppm. Les deux autres échantillons ont enregistré des teneurs proches

(HVF :91,29 ppm ; HT : 88,88ppm). Les teneurs en flavonoïdes étaient très faibles avec des différences significatives ( $p < 0,05$ ) entre les trois échantillons, elles oscillent entre de 0,06 ppm (HTC) et 0,24 ppm (HVF). Concernant les teneurs en ortho-diphénols, elles varient de 18 ppm pour l'huile conditionnée dans la jarre en terre cuite à 47 ppm pour l'huile témoin. Le stockage pendant une année a engendré une diminution en ortho-diphénols de 10,64% pour l'emballage en verre fumé et 61,71% pour l'emballage en terre cuite. Cette diminution serait probablement due à une la dégradation de ces composés au cours des réactions d'oxydation.

L'indice d'amertume varie de 0,26 (HTC) à 0,78 (HVF). Par rapport à l'échantillon témoin, le stockage a généré une augmentation significative ( $p < 0,05$ ) de l'indice d'amertume pour l'emballage en verre et une diminution significative ( $p < 0,05$ ) pour l'emballage en terre cuite.

La stabilité oxydative au Rancimat est la plus élevée pour l'huile témoin (26,17h), suivie par l'huile conditionnée dans le verre fumé (10,79 h) et la plus faible valeur est enregistrée pour l'huile stockée dans la terre cuite. Les résultats obtenus montrent que le stockage et la nature de l'emballage influent négativement sur la stabilité de l'huile d'olive notamment le conditionnement dans la terre cuite.

L'analyse du profil en acides gras a montré la présence d'acides gras saturés (palmitique, stéarique) et insaturés (monoinsaturés : heptadécanoïque et oléique ; polyinsaturés : linoléique et linolénique) avec des taux conformes aux normes **COI (2019)**, sauf pour l'acide heptadécanoïque qui a été détecté uniquement dans l'échantillon HTR avec un taux de 1,88%, dépassant ainsi la norme qui est  $\leq 1,00$ . Nous avons constaté que l'acide linolénique était seulement présent dans l'échantillon (HVF) avec un pourcentage de 0,23%.

A la lumière des résultats obtenus dans cette étude, le choix du matériau d'emballage est déterminant pour préserver la qualité et la stabilité de l'huile d'olive au cours du stockage. En général, les résultats montrent que le verre fumé est beaucoup plus adapté au stockage de l'huile d'olive.

En perspectives, il serait intéressant de compléter cette étude par d'autres travaux :

- Réalisation de l'analyse sensorielle ;
- Etalement de la période de stockage de l'huile :

- Analyse de la fraction phénolique par HPLC.
- Essaie de stockage dans des jarres de terre cuite vernies à l'intérieur.

### Reference bibliographies:

- Amouretti ,M.C ; Comet ,G. (2000). Le Livre de l'olivier. Edisud, Paris, 167p.Durbiano Claudine. M. C.
- Alburquerque, J. A., González, J., García, D., & Cegarra, J. (2004). Agrochemical characterisation of “alperujo”, a solid by-product of the two-phase centrifugation method for olive oil extraction. *Bioresource technology*, 91(2), 195-200.
- Alais C., Linden G. Et Miclo L. 1999. Lipides. In : Biochimie alimentaire. Ed Dunod. p 51-71.
- Alcazar-Ruiz, A., Dorado, F., & Sanchez-Silva, L. (2023). Bio-phenolic compounds production through fast pyrolysis: Demineralizing olive pomace pretreatments. *Food and Bioproducts Processing*, 137, 200-213.
- Apak R., gucluk., Dermirata B., ozyurekm., Estin Celik S., Bektasoglu B. BerkerK.,Ozyurt D.2007. Review: Compounds with the CUPRAC Assay. *Molecules*, 12, p. 1496-1547.
- Bendini A., Bonoli M., Cerroni L., Bigguzi B., Lercker G. Et Toschi T.G. 2003. Liquidliquid and solide-phase extractions of phenols from virgin olives oil and theirseparation by chromatographic and electrophoretic methods. *Journal of Chromatography A*, 985:425-433.
- Benlemlih ,M ; Ghanam ,J. (2016). Polyphénols de l'huile d'olive trésors sante ! 2ème édition augmenté imprimé en France (Nouvelle Imprimerie Laballery),1ère partie, chapitre1 Page 48. ISBN 978-2-87211-159-6
- Chabni, A., Mathioux, M. I., & López, C. (2023). Physicochemical and sensory analysis of olive oil from roasted olives. *Food and Humanity*, 1, 1388-1397.
- Chanioti, S. and C. Tzia (2019). "Evaluation of ultrasound assisted and conventional methods for production of olive pomace oil enriched in sterols and squalene." *LWT* 99: 209-216.
- Chen, H., Angiuli, M., Ferrari, C., Tombari, E., Salvetti, G., & Bramanti, E. (2011). Tocopherol speciation as first screening for the assessment of extra virgin olive oil quality by reversed-phase high-performance liquid chromatography/fluorescence detector. *Food Chemistry*, 125(4), 1423-1429.
- Cicatelli, A., Fortunati, T., De Feis, I., & Castiglione, S. (2013). Oil composition and genetic biodiversity of ancient and new olive (*Olea europea* L.) varieties and accessions of southern Italy. *Plant science*, 210, 82-92.

- Ciuffarin, F., Alongi, M., Peressini, D., Barba, L., Lucci, P., & Calligaris, S. (2023). Role of the polyphenol content on the structuring behavior of liposoluble gelators in extra virgin olive oil. *Food Chemistry*, 412, 135572.
- Dahdouh, A., Khay, I., Bouizi, Y., Kervern, G., Pontvianne, S., El Maakoul, A., ... & Le Brech, Y. (2024). Hydrothermal carbonization of two-phase olive mill waste (alperujo): Effect of aqueous phase recycling. *Biomass and Bioenergy*, 184, 107205.
- Evrard, J., Pagès-Xatart-Pares, X., Argenson, C., & Morin, O. (2007). Procédés d'obtention et compositions nutritionnelles des huiles de tournesol, olive et colza. *Cahiers de Nutrition et de Diététique*, 42, 13-23.
- El-Abbassi, A. (2013). Valorisation des margines par isolement des polyphénols avec des procédés membranaires de séparation (Doctoral dissertation, Thèse de doctorat, Université Cadi Ayyad, Faculté des sciences Semlalia, Marrakech, Maroc).
- Fenner, M. (2009). "Interview with Geoffrey Bilder." [Gobbledygook](http://blogs.nature.com/mfenner/2009/02/17/interview-with-geoffrey-bilder) <http://blogs.nature.com/mfenner/2009/02/17/interview-with-geoffrey-bilder>  
Accessed March 19, 2010.
- Favati F., Caporale G. Et Bertuccioli M. 1994. Rapid determination of phenol content in extra virgin olive oil. *Grasas Y Aceites*, 45 :68-70.
- Lolis, A., Badeka, A. V., & Kontominas, M. G. (2020). Quality retention of extra virgin olive oil, Koroneiki cv. packaged in bag-in-box containers under long term storage: A comparison to packaging in dark glass bottles. *Food Packaging and Shelf Life*, 26, 100549.
- Lombardi, A., Carlucci, D., Cavallo, C., De Gennaro, B., Del Giudice, T., Giannoccaro, G., ... & Cicia, G. (2021). Do consumers understand health claims on extra-virgin olive oil?. *Food Research International*, 143, 110267.
- Luaces, P., A. G. Pérez, et al. (2005). "Effects of heat-treatments of olive fruit on pigment composition of virgin olive oil." *Food Chemistry* 90(1): 169-174.
- Lu, C. H., Li, B. Q., Jing, Q., Pei, D., & Huang, X. Y. (2023). A classification and identification model of extra virgin olive oil adulterated with other edible oils based on pigment compositions and support vector machine. *Food Chemistry*, 420, 136161.
- Miho, H., Pagnotta, G., Hitaj, D., De Gaspari, F., Mancini, L. V., Koubouris, G., ... & Diez, C. M. (2024). OliVaR: Improving olive variety recognition using deep neural networks. *Computers and Electronics in Agriculture*, 216, 108530.

- Mitsou, E., Theochari, I., Gad, E., Vassiliadi, E., Karpenisioti, E., Koulis, G., ... & Zoumpantioti, M. (2022). Enzymatic modification of triglycerides in conventional and surfactant-free microemulsions and in olive oil. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 647, 129170.
- Minguez-Mosquera, I., Rejano, J.L., Gandul, B., Higinio, A. Et Garrido, J. 1991. Colour pigment correlation in virgin olive oil. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 68:669671.
- Morelló, J. R., Motilva, M. J., Tovar, M. J., & Romero, M. P. (2004). Changes in commercial virgin olive oil (cv Arbequina) during storage, with special emphasis on the phenolic fraction. *Food chemistry*, 85(3), 357-364.
- Mustorgi, E., Malegori, C., Oliveri, P., Hooshyary, M., Bounneche, H., Mondello, L., ... & Casale, M. (2020). A chemometric strategy to evaluate the comparability of PLS models obtained from quartz cuvettes and disposable glass vials in the determination of extra virgin olive oil quality parameters by NIR spectroscopy. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 199, 103974.
- Ninfali, P ; Aluigy, G ;Bacchiocca, M ; Magniani, M. (2001). Antioxydant capacity of extra-virgin olive oil. *AOCS J. Am. Oil Chem. Soc.*, 78(3) : 243-247.
- Perrin, J. L. (1992). Les composés mineurs et les antioxygènes naturels de l'olive et de son huile. *Revue française des corps gras*, 39(1-2), 25-32.
- Pardalis, N., Xanthopoulou, E., Zamboulis, A., & Bikiaris, D. N. (2024). Olive stone as a filler for recycled high-density polyethylene: A promising valorization of solid wastes from olive oil industry. *Sustainable Chemistry for the Environment*, 6, 100090.
- Rahman, M. F. A., Elhawary, E., Hafez, A. M., Çapanoğlu, E., Fang, Y., & Farag, M. A. (2024). How does olive seed chemistry, health benefits and action mechanisms compare to its fruit oil? A comprehensive review for valorization purposes and maximizing its health benefits. *Food Bioscience*, 104017.
- Rosati, A., Cafiero, C., Paoletti, A., Alfei, B., Caporali, S., Casciani, L., & Valentini, M. (2014). Effect of agronomical practices on carpology, fruit and oil composition, and oil sensory properties, in olive (*Olea europaea* L.). *Food chemistry*, 159, 236-243.

- Rotich, V., Al Riza, D. F., Giametta, F., Suzuki, T., Ogawa, Y., & Kondo, N. (2020). Thermal oxidation assessment of Italian extra virgin olive oil using an UltraViolet (UV) induced fluorescence imaging system. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 237, 118373.
- Ruíz-Gutiérrez, V., Muriana, F. J., Maestro, R., & Graciani, E. (1995). Oleuropein on lipid and fatty acid composition of rat heart. *Nutrition Research*, 15(1), 37-51.
- Sales, C., Portolés, T., Johnsen, L. G., Danielsen, M., & Beltran, J. (2019). Olive oil quality classification and measurement of its organoleptic attributes by untargeted GC-MS and multivariate statistical-based approach. *Food chemistry*, 271, 488-496.
- Singleton, V. L., Orthofer, R., & Lamuela-Raventós, R. M. (1999). [14] Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of folin-ciocalteu reagent. In *Methods in enzymology* (Vol. 299, pp. 152-178). Academic press.
- Seçmeler, Ö. and C. M. Galanakis (2019). Chapter 8 - Olive Fruit and Olive Oil. Innovations in Traditional Foods. C. M. Galanakis, Woodhead Publishing: 193-220.
- Tang, F., Polari, J. J., Green, H. S., Wang, S. C., & Hatzakis, E. (2022). NMR-based metabolomics for olive oil cultivar classification: A comparison with standard targeted analysis of fatty acids and triglycerides. *Food Control*, 137, 108939.
- Tuck, K. L ; Hayball, P. J. (2002). Major phenolic compounds in olive oil: metabolism and health effects. *The Journal of Nutritional Biochemistry*, 13(11), 636-644.

### Les normes :

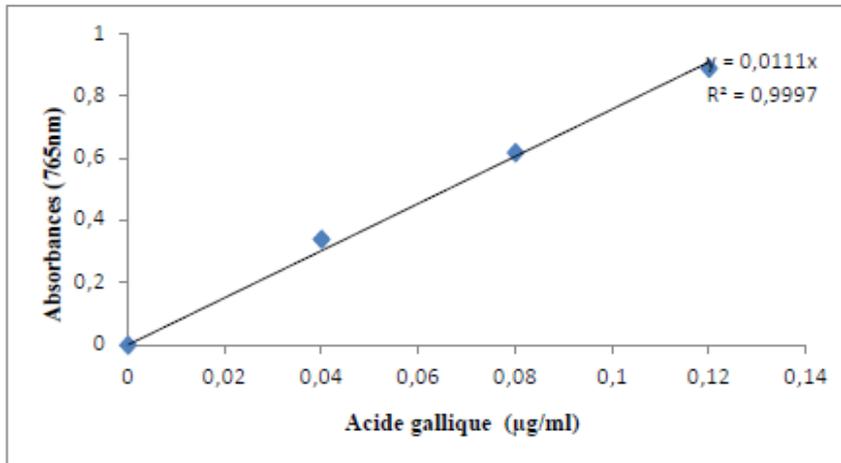
COI. 2015. L'huile d'olive, consommation importations et exportations.

Conseil Oléicole International.2019. Commercial applicable aux huiles d'olive étaux huiles de grignons d'olive/ T.20/DOC.N°25/Rév. 2 2018

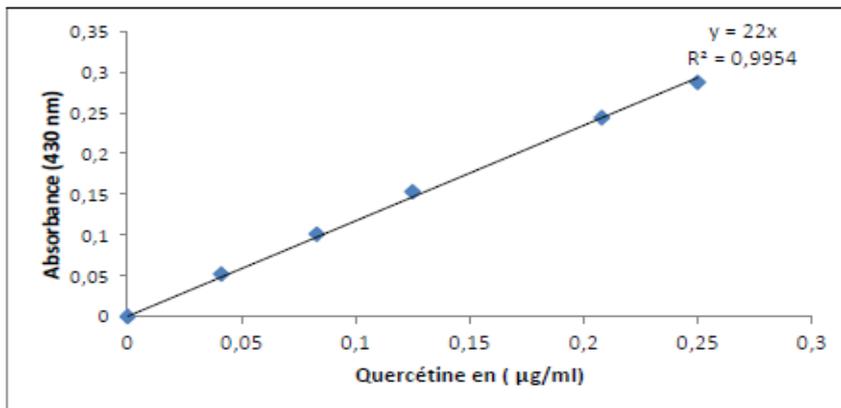
Communauté Economique Européenne. 1991. Règlement (CEE) N°2568/91 de la commission du 11 juillet 1991. Relatif aux caractéristiques des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive ainsi qu'aux méthodes d'analyse y afférent : 27-30

Conseil Oléicole International.2019. Normes internationales applicables à l'huile d'olive et à l'huile de grignon d'olive/T.15/NC N° 3/Rév. 14 Novembre 2019

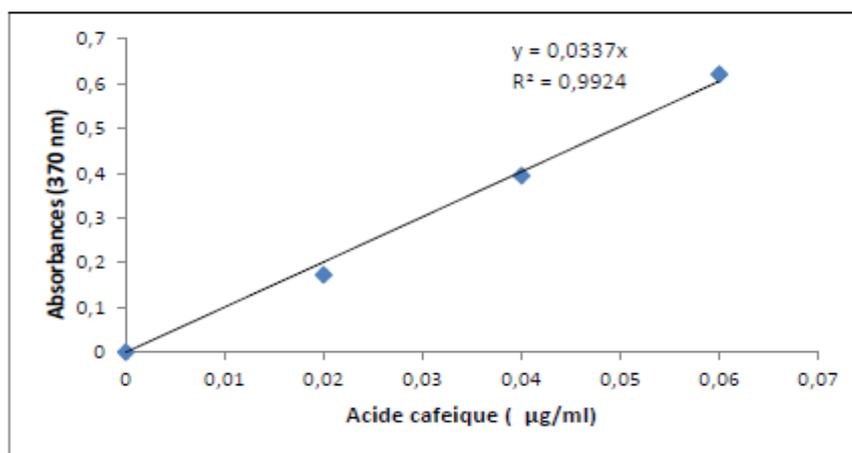
## ANNEXES 1



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



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



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

## ANNEXE 3

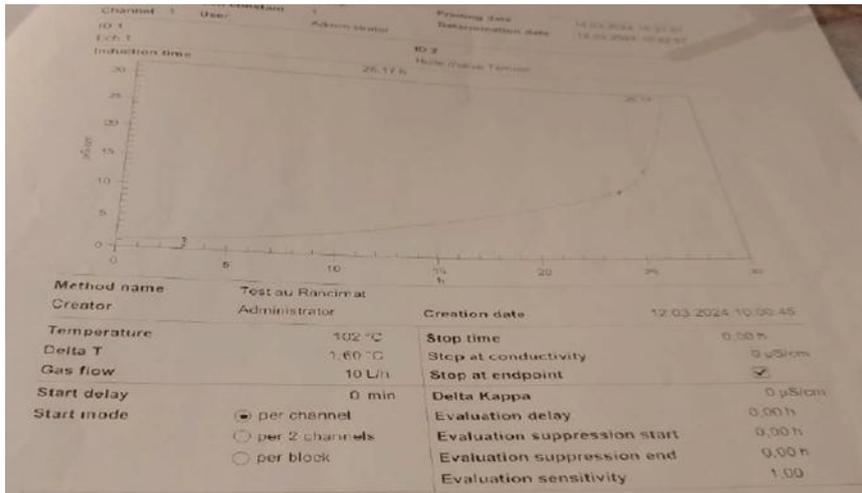


Figure 04 : Test de stabilité au rancimat de l'échantillon (HT) de l'huile de l'olive.

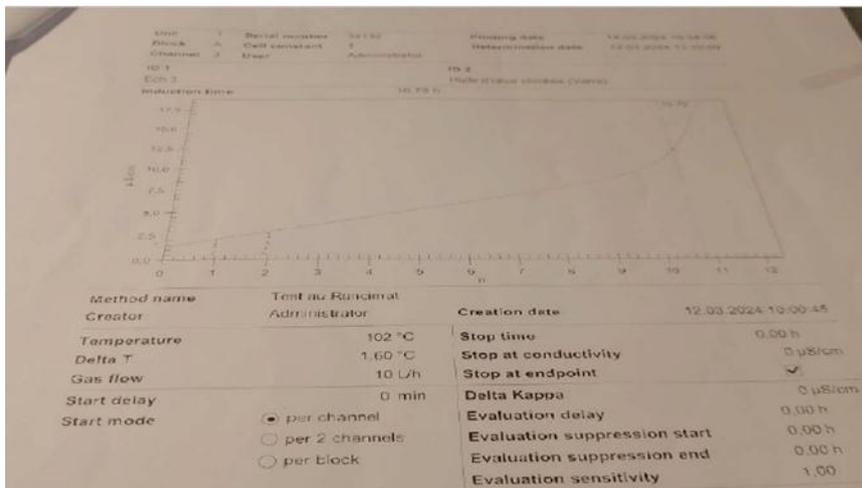


Figure 05 : Test de stabilité au rancimat de l'échantillon (HVF) de l'huile d'olive.

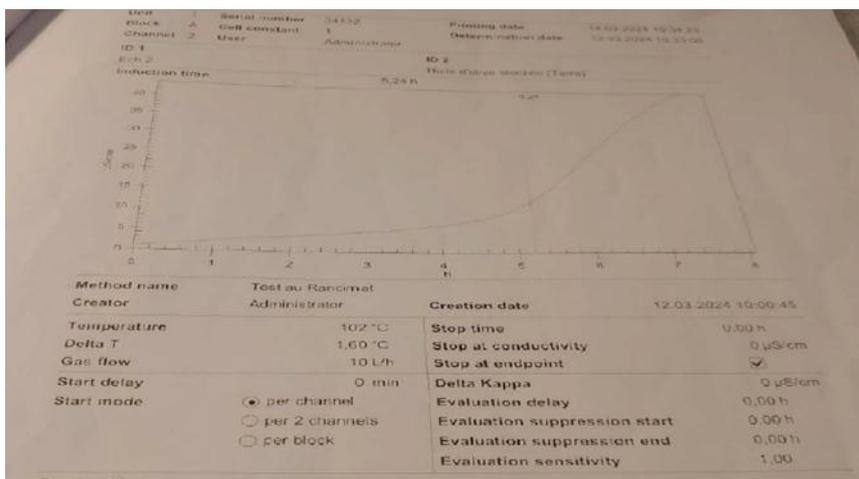


Figure 06 : Test de stabilité au rancimat de l'échantillon (HTC) de l'huile d'olive.

## ANNEXE 4

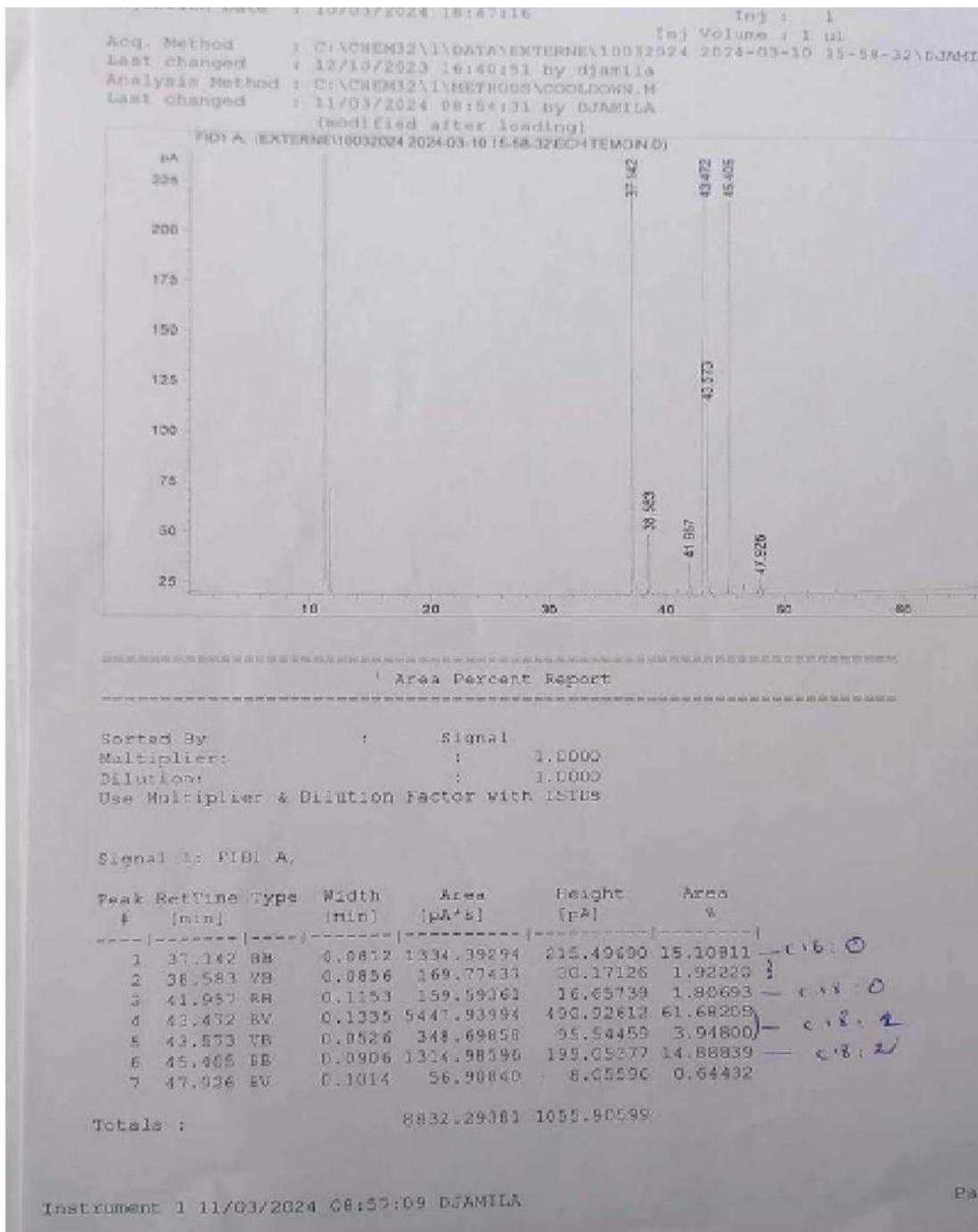


Figure 07 : Chromatogramme des acides gras de l'échantillon (HT) de l'huile d'olive.

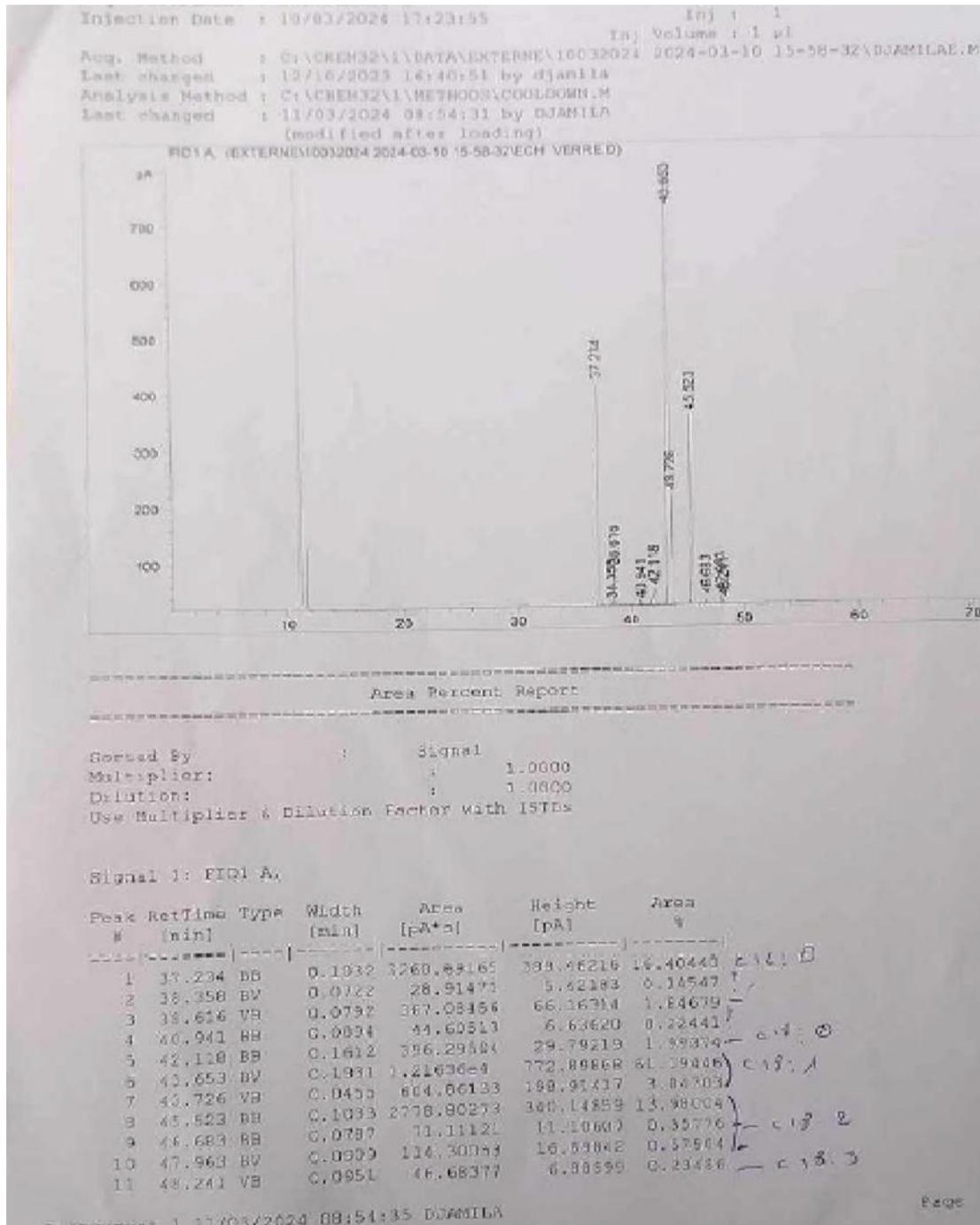


Figure 08 : Chromatogramme des acides gras de l'échantillon (HVF) de l'huile d'olive.

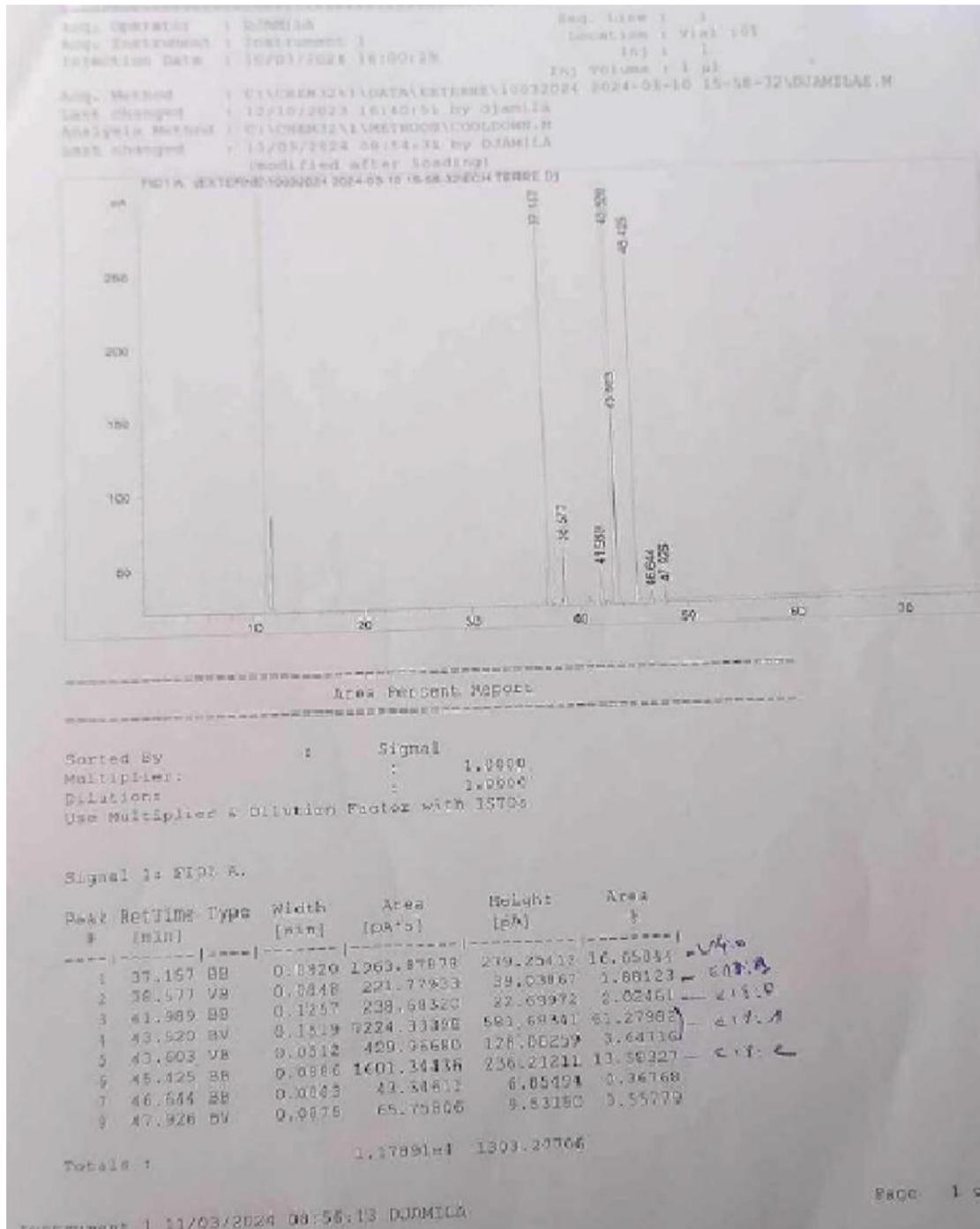


Figure 09 : Chromatogramme des acides gras de l'échantillon (HTR) de l'huile d'olive.

## ANNEXE 2

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

Echantillon	Acidité (%)	Indice de peroxyde (méqd'O <sub>2</sub> /kg)	K <sub>270</sub>	K <sub>232</sub>	Chlorophylle (ppm)	Caroténoïdes (ppm)	Polyphénols totaux (ppm)	Flavonoïdes (ppm)	Ortho-diphénols (ppm)	Indice d'amertume	Rancimat (h)
<b>HT0</b>	0,16 ± 0,0 <b>b</b>	14,66 ± 0,76 <b>a</b>	0,18 ± 0,001 <b>a</b>	1,92 ± 0,002 <b>a</b>	0,83 ± 0,024 <b>a</b>	1,09 ± 0,002 <b>b</b>	88,88 ± 1,50 <b>b</b>	0,06 ± 0,001 <b>a</b>	47,61 ± 0,95 <b>c</b>	0,49 ± 0,001 <b>b</b>	26,17
<b>HV</b>	0,21 ± 0,0 <b>c</b>	30,16 ± 0,28 <b>b</b>	0,2 ± 0,002 <b>b</b>	2,01 ± 0,001 <b>b</b>	1,02 ± 0,001 <b>b</b>	1,32 ± 0,002 <b>c</b>	91,29 ± 3,62 <b>b</b>	0,24 ± 0,008 <b>c</b>	42,46 ± 0,83 <b>b</b>	0,79 ± 0,005 <b>c</b>	10,79
<b>HTR</b>	0,11 ± 0,0 <b>a</b>	143 ± 0,50 <b>c</b>	0,68 ± 0,001 <b>c</b>	2,12 ± 0,001 <b>c</b>	0,87 ± 0,009 <b>a</b>	0,98 ± 0,010 <b>a</b>	44,92 ± 1,10 <b>a</b>	0,09 ± 0,003 <b>b</b>	18,80 ± 0,62 <b>a</b>	0,26 ± 0,001 <b>a</b>	5,24

## **Résumé :**

L'étude a porté sur l'huile d'olive vierge de la variété espagnole Arbequina introduite en Algérie (Bejaia). L'objectif est de déterminer l'impact de deux types d'emballage - verre fumé et terre cuite- sur les caractéristiques physico-chimiques de l'huile après un an de stockage.

Les résultats montrent que l'acidité est restée conforme à la norme du COI pour une huile d'olive vierge extra , mais l'indice de peroxyde a dépassé la norme, surtout pour l'huile stockée dans la terre cuite. Les teneurs en pigments, polyphénols et ortho-diphénols ont diminué de manière significative ( $p < 0,05$ ) pour l'huile stockée dans la terre cuite, contrairement à l'huile stockée dans le verre fumé. L'analyse du profil en acides gras a montré des taux conformes aux normes, sauf pour l'acide margaroléique qui a dépassé la limite dans l'huile stockée en terre cuite.

Le verre fumé s'est avéré être un meilleur emballage que la terre cuite pour préserver la qualité et la stabilité de l'huile d'olive Arbequina au cours du stockage.

**Mots clés :** Huile d'olive, indices de qualité, stockage, emballage.

## **Abstract:**

The study focused on virgin olive oil of the Spanish variety Arbequina introduced in Algeria (Bejaia). The objective was to determine the impact of two types of packaging - smoked glass and earthenware - on the physicochemical characteristics of the oil after one year of storage.

The results show that the acidity remained compliant with the IOC standard for virgin extra olive oil, but the peroxide value exceeded the standard, especially for the oil stored in earthenware. The contents of pigments, polyphenols and ortho-diphenols decreased significantly for the oil stored in earthenware, unlike the oil in smoked glass. Fatty acid profile analysis showed compliance with standards, except for margaroleic acid which exceeded the limit in the oil stored in earthenware.

Smoked glass proved to be a better packaging than earthenware for preserving the quality and stability of Arbequina olive oil during storage.

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