

*République Algérienne Démocratique et Populaire*  
*Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique*

*Université Abderrahmane MIRA de Béjaia*  
*Faculté des sciences de la Nature et de la Vie*  
*Département des Sciences Alimentaires*

## *Mémoire de Fin de Cycle*

*En vue de l'obtention du Diplôme d'Ingénieur en Contrôle de Qualité et Analyse*

### *Thème*

*Caractérisation physico-chimique de trois variétés algériennes d'huile d'olives et de leurs coupages*

**Réalisé par :**

☞ M<sup>elle</sup> FERMOUS Karima

☞ M<sup>elle</sup> LAICHOOR Linda

**Membres du jury :**

\* **Président :** M<sup>me</sup> MERZOUK H

\* **Promotrice :** M<sup>me</sup> MAMOU F

\* **Co-Promotrice :** M<sup>me</sup> LEHOUCHE R

\* **Examinatrices :** M<sup>me</sup> TAFININE Z  
M<sup>me</sup> MAOUCHE N



*Année Universitaire*  
*2011/2012*



## *Remerciement*

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

*Au terme de ce travail, nous tenons à exprimer nos remerciements les plus sincères et les plus profonds à notre Copromotrice M<sup>me</sup> LEHOUCHE R et notre promotrice M<sup>me</sup> MAMOU F d'avoir accepté de nous encadrer.*

*Nos remerciements s'adressent également à la présidente du jury M<sup>me</sup> MERZOUK H qui nous a fait l'honneur de présider le jury et aux examinateurs M<sup>me</sup> TAFININE Z et M<sup>me</sup> MAOUCHE N d'avoir bien voulu juger notre travail.*

*Notre gratitude va également aux enseignants de la faculté de biologie qui ont contribué énormément à notre formation.*

*Enfin, nous tenons à remercier sincèrement toutes les personnes ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.*



## Dédicaces

*Au terme de l'amour et de l'esprit Je dédie ce modeste travail à :*

- ♣ *Mes très chers parents, symboles de courage et de volonté, qui ont consacré et sacrifié leurs vies pour mon bien être.*
- ♣ *Mes très chers frères: Khelaf, Djamel, M'hand et sa famille, Mohand et sa famille.*
- ♣ *Mes très chères sœurs : Naima, Zahia et sa famille, Khoukha et sa famille.*
- ♣ *A toute ma famille et surtout ma grande mère Zahra.*
- ♣ *A tous mes amis, camarades et enseignants.*



*Karima*



## *Dédicaces*

*Au terme de l'amour et de l'esprit Je dédie ce modeste travail à :*

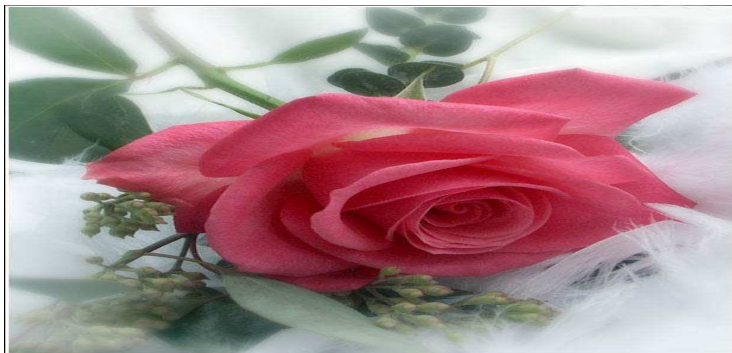
♣ *Mes parents, symboles de courage et de  
volonté, qui ont consacré et sacrifié leurs vies pour  
mon bien être.*

♣ *Mes très chères sœurs et frères: Yamina, Sabrina,  
Aziz, Hamid.*

♣ *A mon cher mari Rachid et toute sa famille.*

♣ *A toute ma famille et surtout ma grande mère Meyassa.*

♣ *A tous mes amis, camarades et enseignants.*



*Linda*

# Sommaire

Liste des abréviations

Liste des tableaux

Liste des figures

Introduction..... 1

## Synthèse bibliographique

### Chapitre I : Olive et technologie d'élaboration de l'huile d'olive

<b>1. L'olive</b> .....	3
1.1. Définition de l'olive.....	3
1.2. Composition chimique de l'olive.....	3
<b>2. Technologie d'élaboration de l'huile d'olive</b> .....	4
2.1. Récolte des olives.....	4
2.2. Effeuilage et lavage.....	5
2.3. Broyage.....	5
2.4. Malaxage.....	6
2.5. Extraction de l'huile.....	6
2.5.1. Système d'extraction par pression .....	6
2.5.2. Système d'extraction par centrifugation.....	6

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

1. Définition.....	8
2. Classification de l'huile d'olive.....	8
3. Composition chimique de l'huile d'olive .....	8
3.1. La fraction saponifiable .....	9
3.1.1. Les glycérides.....	9
3.1.2. Les acides gras .....	9
3.2. La fraction insaponifiable.....	9
3.2.1. Les stérols .....	9
3.2.2. Les substances aromatiques.....	10
3.2.3. Les tocophérols.....	10
3.2.4. Les pigments .....	11

3.2.5. Les composés phénoliques.....	12
3.2.6. Le squalène.....	14
4. Intérêts nutritionnels et thérapeutiques de l'huile d'olive.....	14

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

<b>1. Les critères de qualité.....</b>	<b>16</b>
1.1. L'acidité.....	16
1.2. L'indice de peroxyde.....	16
1.3. Absorbance spécifique dans l'Ultraviolet.....	16
1.4. Caractères organoleptiques et analyse sensorielle.....	16
<b>2. Les facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive.....</b>	<b>17</b>
2.1. Effets du climat.....	17
2.2. Effets de l'entretien du sol.....	17
2.3. Effets des ravageurs.....	18
2.4. Effets de l'irrigation.....	18
2.5. Modalités de récolte et stade de maturation.....	18
2.6. Conditions de stockage.....	19
2.7. Effets du système d'extraction.....	19
2.8. Effets de la taille des arbres.....	20

### **Partie expérimentale**

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

<b>1. Matériel végétal .....</b>	<b>21</b>
1.1. Récolte.....	21
1.2. Extraction de l'huile.....	21
<b>2. Déterminations sur les olives.....</b>	<b>21</b>
2.1. Indice de maturité.....	21
2.2. Humidité des fruits.....	22
<b>3. Détermination des indices de qualité de l'huile.....</b>	<b>22</b>
3.1. Acidité.....	22
3.2. Indice de peroxyde.....	23
3.3. Absorbance spécifique dans l'Ultraviolet.....	23
<b>4. Dosage des pigments.....</b>	<b>24</b>
4.1. Dosages des chlorophylles.....	24
4.2. Dosage des caroténoïdes.....	24
<b>5. Extraction et dosage des composés phénoliques.....</b>	<b>25</b>
5.1. Extraction.....	25
5.2. Dosage des polyphénols totaux.....	25
5.3. Dosage des <i>ortho</i> -diphénols.....	25
<b>6. Détermination de l'indice d'amertume.....</b>	<b>25</b>
<b>7. Etude statistique.....</b>	<b>26</b>

## Chapitre II : Résultats et discussion

<b>1. Déterminations sur les olives</b> .....	27
1.1. Indice de maturité.....	27
1.2. Humidité des fruits.....	28
<b>2. Indices de qualité de l'huile d'olive</b> .....	28
2.1. Acidité.....	28
2.2. Indice de peroxyde.....	29
2.3. Absorbance dans l'UV.....	30
<b>3. Les pigments</b> .....	32
3.1. Les chlorophylles.....	32
3.2. Les caroténoïdes.....	33
<b>4. Les composés phénoliques</b> .....	34
4.1. Les polyphénols totaux.....	34
4.2. Les <i>ortho</i> -diphénols.....	36
<b>5. Indice d'amertume</b> .....	37
<b>Conclusion</b> .....	39

### Références bibliographiques

### Glossaire

### Annexes

## Liste des abréviations

**A.G.I** : Acides Gras Insaturés

**A.G.S** : Acides Gras Saturés

**Abs**: Absorbance

**CEE** : Communauté Economique Européenne

**COI** : Conseil Oléicole International

**E.A.C** : Equivalent en Acide Caféique

**E.A.G** : Equivalent en Acide Gallique

**HDL**: Hight Density Lipoprotein

**I.P**: Indice de Peroxyde

**LDL**: Low Density Lipoprotein

**Meq** : Milliequivalent

**UV** : UltraViolet



## Liste des tableaux

N°	Titre	Page
<b>I</b>	Composition chimique de l'olive	<b>4</b>
<b>II</b>	Les différentes catégories d'huile d'olive et leurs critères de qualité	<b>8</b>
<b>III</b>	Résultats des différents échantillons d'huiles avec leur écart type ainsi que leur analyse statistique.	<b>Annexe 2</b>

## Liste des figures

N°	Titre	Page
<b>1</b>	Structure des tocophérols	<b>11</b>
<b>2</b>	Structure des principaux composés phénoliques de l'huile d'olive	<b>13</b>
<b>3</b>	Indice de maturité des variétés d'olive étudiées	<b>27</b>
<b>4</b>	Teneur en eau des différentes variétés d'olive	<b>28</b>
<b>5</b>	Acidité des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées	<b>29</b>
<b>6</b>	Indice de peroxyde des différents échantillons d'huile	<b>30</b>
<b>7</b>	Coefficient d'absorption spécifique à 232 nm des différents échantillons d'huiles	<b>31</b>
<b>8</b>	Coefficient d'absorption spécifique à 270 nm des différents échantillons d'huiles	<b>31</b>
<b>9</b>	Teneurs en chlorophylles des différents échantillons d'huiles	<b>32</b>
<b>10</b>	Teneurs en caroténoïdes des différents échantillons d'huiles	<b>34</b>
<b>11</b>	Teneurs en polyphénols totaux des différents échantillons d'huiles	<b>35</b>
<b>12</b>	Teneurs en <i>ortho</i> -diphénols des différents échantillons d'huiles	<b>36</b>
<b>13</b>	Indices d'amertume des différents échantillons d'huiles	<b>37</b>
<b>14</b>	Courbes d'étalonnage pour le dosage des composés phénoliques (a), des <i>Ortho</i> -diphénols (b)	<b>Annexe 1</b>

# Introduction

## **Introduction**

Il y a cinq mille ans, l'olivier (*Olea europaea*) est cultivé sur la rive orientale de la méditerranée et les olives sont pressées pour en extraire l'huile. Depuis, l'huile d'olive a joué un rôle essentiel dans l'histoire de l'Homme sous l'angle religieux, socioculturel, médical et nutritionnel (Stefanodaki et Koutsaftakis, 1995). Cette huile, sous réserve d'être extraite à partir du fruit frais, se distingue par son goût particulier à la fois fruité et amer et elle peut être consommée en l'état « vierge » en gardant son patrimoine vitaminique, sa composition en acides gras essentiels et en d'autres constituants naturels importants participant aux vertus nutritionnelles spécifiques et à l'utilisation thérapeutique de l'huile d'olive (Çavusoglu et Oktar, 1994).

L'Algérie fait partie des principaux pays méditerranéens dont le climat est le plus propice à la culture de l'olivier. Elle se positionne après l'Espagne, l'Italie, la Grèce et la Tunisie qui sont, par ordre d'importance, les plus grands producteurs au monde d'huile d'olive (Sihadj, 2006). La production oléicole réalisée durant la campagne 2010/2011 s'est élevée à 5,242 millions de quintaux, en hausse de 66% par rapport à la saison précédente, dépassant les prévisions d'avant campagne, a indiqué un bilan provisoire de ministre de l'agriculture et du développement rurale, la superficie récoltée actuellement est de 201669 hectares soit 86% des superficies à récolter évaluées à 234177 hectares (Anonyme, 2011). L'huile d'olive de Kabylie, notamment celle des régions de Bejaia et de Bouira est une huile de meilleure qualité, de couleur claire et un peu acide, elle est très appréciée par la population de la région et même au-delà (Ilbert, 2005).

La qualité de l'huile d'olive ne dépend pas seulement des pratiques de culture, de l'époque de récolte et des techniques de récolte et post-récolte utilisées mais aussi de la variété (Dugo *et al.*, 2004). En effet, ce sont les caractères génétiques qui influent sur la résistance ou la sensibilité des olives aux maladies, aux ravageurs et aux aléas climatiques et qui déterminent de près la qualité de l'huile (Torres et Maestri, 2006).

Les bienfaits de la consommation de l'huile d'olive ne sont pas uniquement dus à l'acide oléique et ne sont pas tous liés au métabolisme lipidique, d'autres substances à propriété antioxydante tels que les composés phénoliques, les stérols et les tocophérols ont des effets bénéfiques sur la santé; elles interviennent dans la lutte contre le stress oxydant impliqué dans l'étiologie de diverses pathologies : l'athérosclérose, les maladies

cardiovasculaires, certains types de cancers, les pathologies cérébrales, les dégénérescences liées au vieillissement accéléré (Covas, 2007).

Ce travail consiste en une étude comparative de quelques paramètres physico-chimiques de trois variétés d'huile d'olive (*Chemlal, Azaradj, Iswal*) qui sont récoltées à la région d'Ighil Ali (Akbou) et leurs coupages à 50% (*Chem-Azar, Chem - Iswal, Azar- Iswal*). L'objectif de ce travail consiste à déterminer dans quelle mesure le coupage d'huiles influence la qualité et la composition de l'huile d'olive.

La première partie de ce travail est consacrée à une synthèse bibliographique qui porte sur des généralités sur l'olive et sa technologie de transformation, sur l'huile d'olive et sa composition chimique ainsi que sur les paramètres qui peuvent influencer la qualité de ce produit.

La deuxième partie est la partie expérimentale où sont exposées les différentes méthodes d'analyse, les résultats obtenus avec leur interprétation.

# **Synthèse bibliographique**

## Chapitre I : Olive et technologie d'élaboration de l'huile d'olive

### 1. L'olive

#### 1.1. Définition de l'olive

Le fruit de l'olivier, l'olive, est une drupe charnue ayant une forme plus au moins ovale, à peau lisse. Elle est constituée de l'extérieur vers l'intérieur de trois parties : l'épicarpe, le mésocarpe et l'endocarpe (Fedeli, 1997).

##### 1.1.1. L'épicarpe

L'épicarpe, composé de l'épiderme et de la cuticule, représente 1 à 3 % du poids du fruit. Il est constitué en plus grande partie d'acides gras accompagnés d'alcools et de leurs esters, des composés aromatiques et des chlorophylles. Sa couleur varie du vert au début de maturation au vert à jaunâtre, rose violacé, violet et noir à pleine maturité. Ces variations de couleur sont liées à la composition en pigments dans le fruit (Cortesi *et al.*, 2000a; Bianchi, 2003).

##### 1.1.2. Le mésocarpe

Le mésocarpe, dénommé également la pulpe, représente 70 à 80 % du poids du fruit. Il renferme dans une matrice essentiellement protéique une solution aqueuse, dont les solutés sont fondamentalement des sucres, accompagnés d'une série d'acides organiques, de phénols simples et complexes, libres ou liés aux sucres, des composants d'arômes liposolubles. Le mésocarpe renferme la plus grande partie d'huile (96 à 98 %) qui se trouve sous forme libre dans des vacuoles et sous forme liée à l'intérieur du cytoplasme (Cortesi *et al.*, 2000a; Bianchi, 2003; El Antari *et al.*, 2003a).

##### 1.1.3. L'endocarpe

Très caractéristique de la variété, l'endocarpe (noyau) représente 18 à 22 % du poids du fruit. Il est composé de deux sous système : le premier constitué par la partie la plus externe de la graine, le second constitué par la matrice protéique, contenant la composante lipidique et la composante hydrophile (Cortesi *et al.*, 2000a; Bianchi, 2003).

#### 1.2. Composition chimique de l'olive

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. Cette composition est influencée par le cultivar, les conditions agronomiques et le

degré de maturité du fruit (Zarrouk *et al.*, 1996; Gomez-Rico *et al.*, 2008). Les principaux constituants de l'olive sont représentés dans le tableau I.

**Tableau I :** Composition chimique de l'olive (Laurent et Barnouin, 2000).

Constituants	Teneurs (pour 100 g de matière fraîche)
<b>Eau</b>	68 g (70 à 75 %).
<b>Lipides</b>	20 g (17 à 30 %).
<b>Glucides</b>	10 g (12 %).
<b>Protéines</b>	1 g (1 %).
<b>Acides organiques</b>	Trace.
<b>Sels minéraux (mg)</b>	
-Sodium (Na)	128
-Fer (Fe)	2,9
-Calcium (Ca)	122
-Magnesium (Mg)	2
-Soufre (S)	27
-Manganèse (Mn)	2
-Phosphore (P)	14
-Cuivre (Cu)	0,2
-Chlore (Cl)	4
<b>Vitamines (mg)</b>	
-Vitamine E	238 – 352
-Vitamine B <sub>1</sub>	0,54 – 11
-Vitamine A	0,15 – 0,23

## 2. Technologie d'élaboration de l'huile d'olive

La qualité de l'huile d'olive vierge est tributaire de nombreux facteurs, allant du stade de la culture de l'olivier, aux étapes successives de récolte, de stockage et de transformation des olives. Le processus technologique est l'un des facteurs les plus importants qui affecte cette qualité (Di Giovacchino, 1999; Del Caro *et al.*, 2006).

L'élaboration de l'huile d'olive vierge comprend une série de processus mécaniques et/ou physiques ayant pour objectif fondamental de séparer le jus huileux de l'ensemble des produits présents dans la masse d'olive triturée (Alba Mendoza, 1999).

### 2.1. Récolte des olives

Pour produire une huile de qualité, il est important que les olives soient de bonne qualité (fruits non abîmés, au stade optimal de maturité) et dans un bon état sanitaire au moment de la récolte (El Antari *et al.*, 2000).

La modalité de récolte des fruits, est un facteur parmi d'autres ayant une incidence sur la qualité de l'huile d'olive vierge, il est donc nécessaire de récolter les olives sur l'arbre, à la main ou à l'aide de moyens mécaniques et d'éviter de ramasser les olives tombées par terre et les pratiques qui nuisent aux fruits et aux arbres comme le gaulage qui provoque la blessure des fruits (Çavusoglu et Ohtar, 1994; El Antari *et al.*, 2000).

## 2.2. Effeuilage et lavage

L'opération d'effeuillage est effectuée à l'aide d'un appareil automatique muni d'un système d'aspiration, à défaut de disposer d'un système mécanique, cette opération peut être réalisée manuellement. Cette étape est nécessaire pour éviter une coloration trop verdâtre de l'huile se traduisant par un excès d'amertume et l'obtention d'une huile ayant une saveur caractéristique dénommée « feuilles vertes » ou « fruité vert herbacé » qui ne plaît pas toujours aux consommateurs (Di Giovacchino, 1991; Chimi, 2001).

Après l'effeuillage, il convient de procéder au lavage des olives, pour les débarrasser de toutes les impuretés (terre, poussière, résidus des produits phytosanitaires) qui risquent d'altérer la qualité de l'huile d'olive vierge car certaines traces métalliques dans les terres sont des catalyseurs de l'oxydation de l'huile réduisant ainsi sa conservation (Uzzan, 1994; Chimi, 2001).

## 2.3. Broyage

La majorité de l'huile présente dans les olives est contenue dans les cellules du mésocarpe de la drupe renfermée pour la plupart dans les vacuoles et dispersée dans le tissu colloïdale du cytoplasme, il est donc nécessaire de libérer ces gouttelettes d'huile en soumettant les olives propres à un broyage poussé qui vise à faire éclater la drupe gorgée d'huile, à permettre le concassage du noyau et l'écrasement de l'amande, ceci au moyen de broyeurs à meules en (granite ou pierre) ou de broyeurs métalliques (à marteaux fixes ou mobiles, à dents ou à disques, à rouleaux...) (Di Giovacchino, 1991; Artajo, 2006).

Le broyage des olives ne doit être trop grossier, ni trop fin. Il doit être adapté à leur degré de maturité. Selon la norme du Conseil Oléicole International (COI), la durée de broyage ne doit pas dépasser 20 à 30 minutes. Si le broyage est plus prolongé, les polyphénols inhibiteurs naturels de l'oxydation ainsi que l'huile produite s'oxydent en présence de l'air et cette dernière perd sa qualité (Ouaouich et Chimi, 2007).



## 2.4. Malaxage

Aussitôt après le broyage des olives, il est procédé à l'opération de malaxage, qui consiste en un brassage lent et continu de la pâte d'olive pour favoriser la réunion des gouttelettes d'huile avec la formation de gouttes plus grosses et parfaire le broyage (Di-Giovacchino, 1991; Angerosa *et al.*, 2001). Selon Di-Giovacchino (1999), pour obtenir une huile de bonne qualité, l'opération de malaxage doit avoir une durée maximale de 30 min dans le cas du système de la pression et de 60 min au maximum pour le système de la centrifugation à 2 ou à 3 phases.

Le malaxage est une étape très contrôlée car les mouliniers ont la possibilité de chauffer la pâte d'olive afin de faciliter la coalescence et donc d'augmenter les rendements, mais la pâte d'olive ne doit en aucun cas dépasser les 27°C pour que l'huile d'olive puisse porter la mention « extraction à froid ». Les bacs de malaxage sont le plus souvent fermés, de façon à retenir les arômes de la pâte et à limiter son oxydation (Veillet, 2010).

## 2.5. Extraction de l'huile d'olive

L'huile d'olive vierge est extraite à l'aide d'appareillages spécifiques, actionnés par des forces de nature physique, lesquelles, convenablement exercées sur la pâte d'olive, permettent la séparation des différentes phases (huileuse, solide et liquide). Pour un cultivar donné et une époque de maturation définie, les diverses techniques d'extraction peuvent également avoir une incidence sur les caractéristiques de l'huile d'olive notamment ses composés mineurs (Di-Giovacchino, 1991; Cortesi *et al.*, 2000b).

### 2.5.1. Système d'extraction par pression

C'est un système d'extraction discontinu qui utilise des presses métalliques à vis ou hydrauliques, les pressions exercées sont de l'ordre de 100, 200 et 400 Kg/cm<sup>2</sup>. Sous l'action de la pression, la pâte d'olive dégage le moût huileux (huile et margines), la séparation de l'huile des margines se fait, dans ce système, par décantation ou par centrifugation (Alba Mendoza, 1999; Benyahia et Zein, 2003; Chimi, 2006).

Les opérations de broyage et de pressage des olives, exposées à l'air libre provoquent l'oxydation des acides gras insaturés et par conséquent la formation d'hydroperoxydes qui peuvent se décomposer en produits volatils conduisant à un état de rancissement oxydatif de l'huile qui peut être déclassée par ses propriétés organoleptiques défectueuses (Rahmani et Saari-Csallany, 2000; Chimi, 2006).

### 2.5.2. Système d'extraction par centrifugation

Le système de centrifugation exploite les différences existantes entre les poids spécifiques de la phase solide (grignons) et les phases liquides (huile et margines), les séparateurs employés sont des centrifugeuses, généralement, horizontales (Uzzan, 1994; Koutsaftakis et Stefanodakis, 1995).

#### **a/ Système d'extraction par centrifugation à 3 phases**

Ce système nécessite deux centrifugations : la première vise à séparer les phases solide et liquide et la seconde à séparer les phases liquide-liquide (l'huile des margines). Avec ce système, il est nécessaire de fluidifier la masse d'olive, en fonction de sa texture, en utilisant une quantité variable d'eau, entre 50 et 70 % à une température comprise entre 25 °C et 35 °C (Alba Mendoza, 1999; Chimi, 2006; Del Caro *et al.*, 2006).

#### **b/ Système d'extraction par centrifugation à 2 phases**

Avec ce type de séparateur, une centrifugation suffit pour séparer l'huile du grignon humidifié par les eaux de végétation sans fluidification de la masse d'olive (Koutsaftakis et Stefanodakis, 1995; De Stefano *et al.*, 1999). Du fait de l'ajout d'eau, le séparateur à 3 phases engendre de grandes quantités de margines, par rapport au séparateur à 2 phases donnant ainsi, une huile appauvrie en composés hydrosolubles : composés phénoliques, composés aromatiques et vitamines (Angerosa et Di Giovacchino, 1996; Lesage-Meessen *et al.*, 2001; Gimeno *et al.*, 2002).

Les huiles d'olive vierges obtenues par le système de centrifugation sont moins acides que celles obtenues par pression, et présentent des teneurs plus élevées en  $\alpha$ -tocophérol, en polyphénols totaux et en *ortho*-diphénols particulièrement, dans le cas du système de centrifugation à 2 phases, donnant ainsi des huiles de meilleure qualité organoleptique et d'une plus grande stabilité oxydative (Angerosa et Di Giovacchino, 1996; Salvador *et al.*, 2003; Del Caro *et al.*, 2006).

## Chapitre II : L'huile d'olive

### 1. Définition de l'huile d'olive

L'huile d'olive vierge est obtenue uniquement par des procédés physiques dans des conditions notamment thermiques qui n'entraînent pas d'altération de l'huile (Ollivier *et al.*, 2004). L'huile d'olive est quasiment la seule huile végétale à être consommée en l'état en gardant ainsi son patrimoine naturel en vitamines, en acides gras essentiels et en d'autres éléments naturels importants pour l'alimentation humaine (Cossentini et Khelif, 1997).

### 2. Classification de l'huile d'olive

L'huile d'olive vierge obtenue par simple pression des fruits mûrs ou par centrifugation à froid comprend diverses appellations : vierge extra, vierge ou vierge fine, vierge courante et vierge lampante (Perrin, 1992; Lerma-Garcia *et al.*, 2008).

La mesure de l'acidité, de l'indice de peroxyde, de l'absorbance dans l'UV de l'huile, ainsi que les caractéristiques organoleptiques caractérisent la catégorie d'appartenance. Ces mesures représentent les paramètres de qualité de l'huile d'olive vierge (Christopoulou *et al.*, 1995; Fedeli, 1999). Les différentes catégories d'huile d'olive ainsi que les limites des critères de qualité établies par le COI (2010), sont représentées dans le tableau ci-dessous.

**Tableau II :** Les différentes catégories d'huile d'olive et leurs critères de qualité (COI, 2010)

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

Me : médiane.

### 3. La composition de l'huile d'olive

L'huile d'olive est constituée d'une part lipidique prédominante, comprenant les triglycérides et les acides gras libres, une petite fraction non glycéridique et des composés

hydrophiles dans une moindre proportion (Mariani et Fedeli, 1993; Berra, 1998). Les constituants de l'huile d'olive sont souvent classés en deux catégories : la fraction saponifiable constituée d'acides gras et de leurs dérivés, et la fraction insaponifiable qui comprend les stérols, les alcools aliphatiques, les pigments, les hydrocarbures, les composés aromatiques, les tocophérols et les composés phénoliques (Inglese, 1994; Berra, 1998; Ollivier *et al.*, 2004).

### **3.1. La fraction saponifiable**

#### **3.1.1. Les glycérides**

Les glycérides ou les acyl-glycérols sont représentés en majorité dans l'huile d'olive par les triglycérides (plus de 95 % des lipides totaux) et les diglycérides (environ 2,6 %) (Naudet, 1992; Zarrouk *et al.*, 1996). Les triglycérides qui s'accumulent dans les vacuoles du mésocarpe des olives, constituent, pratiquement dans leur intégralité l'huile d'olive (Çavusoglu et Otkar, 1994; Ryan *et al.*, 1998; Sanchez Casas *et al.*, 1999).

#### **3.1.2. Les acides gras**

La composition en acides gras totaux est un paramètre de qualité et d'authenticité des huiles d'olives. Comparée à d'autres huiles végétales, l'huile d'olive est caractérisée par sa richesse en acides gras monoinsaturés et présente de faibles teneurs en acides gras saturés (Ajana *et al.*, 1998; Salas *et al.*, 2000; Keceli et Gordon, 2001).

L'huile d'olive présente un profile en acides gras dominé par l'acide oléique (C18:1) présent en grande quantité (55 à 83 %), renferme des teneurs moindres en acide linoléique (C18:2), en acide palmitique (C16:0) et en acide stéarique (C18:0). Elle contient de faibles quantités en acides palmitoléique (C16:1), linoléique (C18:3) et arachidique (C20:0). Les acides margarique (C17:0), margaroléique (C17:1), gadoléique (C20:0), behénique (C22:0) et lignocérique (C24:0) sont présents en très faibles quantités (inférieur à 0,2 %) (Ryan *et al.*, 1998; Baccouri *et al.*, 2008a).

D'après Perrin (1992) et Baccouri *et al.* (2008a), de toutes les huiles végétales, l'huile d'olive est celle qui présente le plus fort rapport acides gras monoinsaturés / acides gras polyinsaturés. Cette particularité confère à l'huile d'olive une plus grande stabilité à l'autooxydation.

### **3.2. La fraction insaponifiable**

#### **3.2.1. Les stérols**

Les stérols représentent les constituants majeurs de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive. Ils sont présents sous forme libre ou estérifiée avec les acides gras (Philips *et al.*, 2002).

Les principaux stérols de l'huile d'olive sont le  $\beta$ -sitostérol, qui est le plus abondant (plus de 93%), le  $\Delta$ -5-avenastérol, le campestérol, le stigmastérol. D'autres stérols sont également présents mais en très faibles quantités, à savoir : le cholestérol, le  $\Delta$ -7-stigmastérol, le  $\Delta$ -7-avenastérol. Les teneurs en stérols varient en fonction de la variété et de la maturité des olives (Uzzan, 1992; Ajana *et al.*, 1998; Pardo *et al.*, 2007). Ben Tekaya et Hassouna (2005) rapportent que les stérols de l'huile d'olive, en particulier le  $\beta$ -sitostérol et le  $\Delta$ -5-avenastérol, sont doués de propriétés antioxydantes.

### 3.2.2. Les substances aromatiques

Il existe plus de cent composés responsables de l'arôme caractéristique de l'huile d'olive, ces composés proviennent des fruits et sont formés durant le broyage et le malaxage des olives (Salas *et al.*, 2000; Angerosa *et al.*, 2001). Ces arômes sont un mélange de composés volatils : les aldéhydes, les alcools, les esters et les cétones (Kiritsakis, 1998; Morales *et al.*, 2005).

La teneur en composés volatils est tributaire de l'activité des enzymes de la voie de la lipoxigénase qui varient selon le cultivar et d'autres facteurs à savoir : le degré de maturité des olives, le stockage des olives, l'opération de lavage, le temps et la température du malaxage, les conditions climatiques et le taux d'attaque par les parasites (Miliauskas *et al.*, 2004; Runcio *et al.*, 2008).

### 3.2.3. Les tocophérols

Les tocophérols sont reconnus pour leur double action bénéfique. En effet, ils ont tout d'abord l'atout d'être une vitamine (vitamine E) et ils ont également une forte activité antioxygène. Ils se présentent sous différentes formes ( $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  et  $\delta$ ) (Figure 1) qui se distinguent entre elles par le nombre et la position des groupements méthyles fixés sur le noyau (Soulie et Fariune, 1992; Poisson et Norce, 2003).

La teneur totale en tocophérols dans les huiles d'olive est très variable puisqu'elle a été reportée dans une gamme allant de quelques mg à 450 mg/kg d'huile. L'alpha-tocophérol représente à lui seul 90% de la totalité des tocophérols, mais on trouve également un peu de beta et gamma tocophérols, alors que le delta tocophérol n'est présent qu'à l'état de traces (Veillet, 2010).



**b. / Les caroténoïdes**

Les caroténoïdes sont des tétraterpènes qui possèdent une activité antioxydante (Salvador *et al.*, 2001; Giuffrida *et al.*, 2006). Ils sont connus comme inhibiteurs de la photooxydation en désactivant l'oxygène singulet induit par les pigments chlorophylliens (Perrin, 1992; Kiritsakis et Osman, 1995).

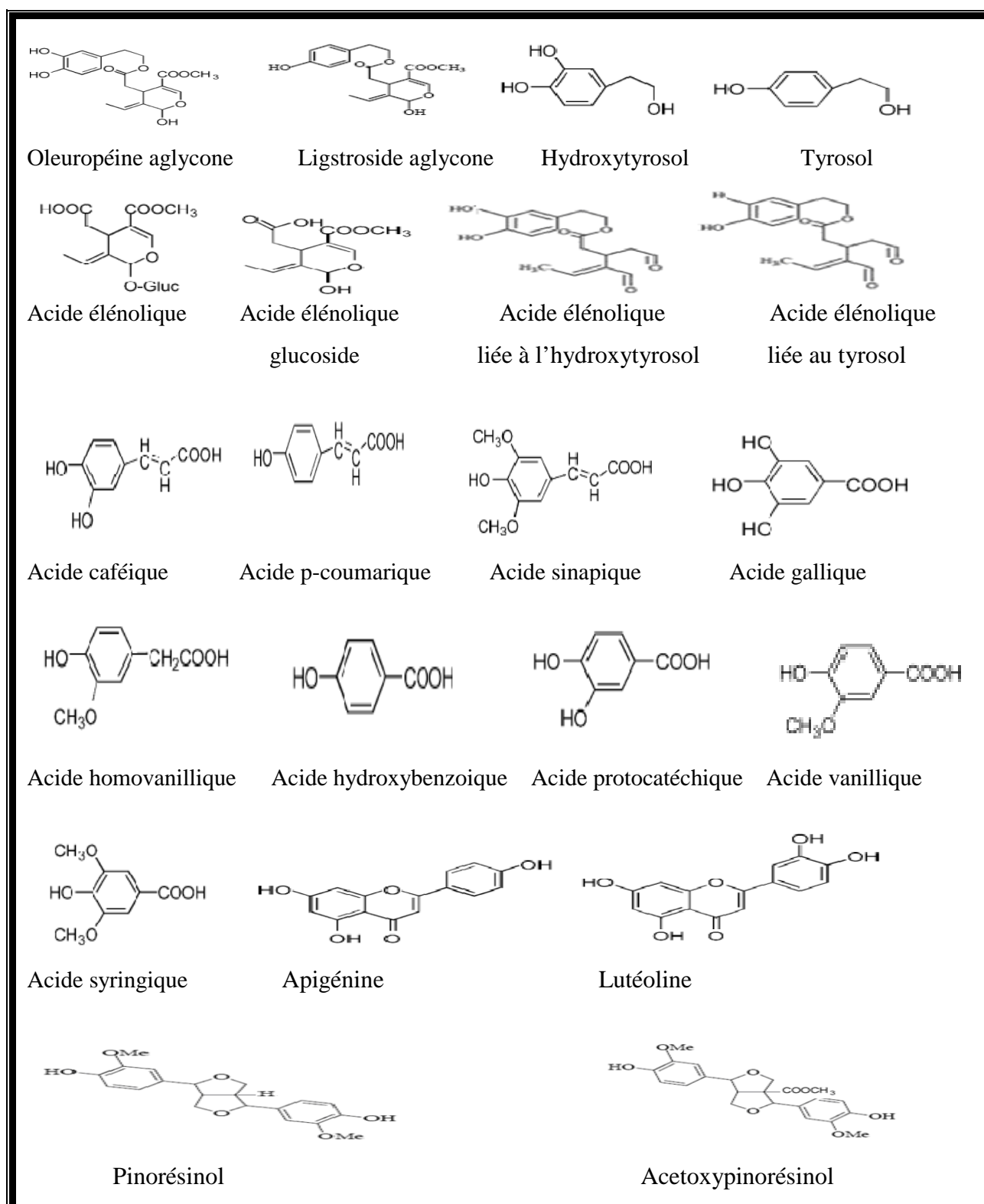
L'huile d'olive renferme des teneurs en caroténoïdes allant de 1 à 100 ppm, ces teneurs varient en fonction du cultivar et du degré de maturité des fruits (Cichelli et Pertesana, 2004; Criado *et al.*, 2007). Ces pigments tendent à se dégrader au cours de la maturation (El Antari *et al.*, 2003b).

**3.2.5. Les composés phénoliques**

L'huile d'olive contient une quantité appréciable de composés phénoliques. Les polyphénols passent dans l'huile lors de son extraction. Les *ortho*-diphénols (comme l'hydroxytyrosol, l'acide caféique et l'oleuropéine) sont considérés comme des antioxydants naturels qui protègent l'huile contre l'oxydation. Ils lui confèrent une meilleure stabilité lors du stockage, une saveur amère et une sensation de piquant (Tanouti *et al.*, 2011).

Les composés phénoliques majeurs de l'huile d'olive sont les aglycones de l'oleuropéine et de ligstroside, l'hydroxytyrosol, le tyrosol, l'acide élénolique, l'acide élénolique glucoside et la forme dialdéhydrique de l'acide élénolique liée à l'hydroxytyrosol et au tyrosol (Montedoro *et al.*, 1993; Caponio *et al.*, 1999; Medina *et al.*, 2006). L'huile d'olive contient également des acides cinnamiques (caféique, p-coumarique et sinapique,...) et des acides phénoliques simples (gallique, homovanillique, p-hydroxybenzoïque, protocatéchique, vanillique et syringique,...), les flavonoïdes principalement : la lutéoline et l'apigénine et de faibles teneurs en lignanes à savoir : le pinorésinol, l'acetoxypinorésinol (Brenes *et al.*, 1999; Oliveras-Lopez *et al.*, 2007; Bester *et al.*, 2008). Les structures des principaux composés phénoliques de l'huile d'olive sont représentées dans la figure 2.

D'après Tanouti *et al.* (2011) les polyphénols de l'huile d'olive ayant la plus forte activité antioxydante sont ceux appartenant au groupe d'*ortho*-diphénol principalement l'hydroxytyrosol.



**Figure 2 :** Structures des principaux composés phénoliques de l'huile d'olive (Ollivier *et al.*, 2004).



### 3.2.6. Le squalène

Le squalène est l'hydrocarbure majeur de l'huile d'olive et représente plus de 90% de la fraction d'hydrocarbures allant de 1250 à 7500 mg/kg d'huile. Il est considéré comme partiellement responsable des effets bénéfiques de l'huile d'olive contre certains cancers (Quiles *et al.*, 2006). Dans une étude sur le contenu des constituants mineurs de l'huile d'olive italienne, dérivée à partir d'olive de six cultivars de différents degrés de maturité, il a été constaté que la perte de squalène pendant le stockage des échantillons d'huiles à l'obscurité a été supérieure à celle de l' $\alpha$ -tocophérol. Cela a été attribué à une régénération possible de l' $\alpha$ -tocophérol à partir du squalène (Harwood et Aparicio, 2000).

## 4. Intérêt nutritionnel et thérapeutique de l'huile d'olive :

L'huile d'olive est l'une des huiles les plus appréciées des consommateurs pour des raisons organoleptiques (riche en arômes et en saveurs), mais aussi pour des raisons de santé humaine comme agent préventif (Pinelli *et al.*, 2003; Samaniego-Sanchez *et al.*, 2007). L'huile d'olive est riche en substances antioxydantes qui sont impliqués dans la protection contre certaines maladies : maladies cardiovasculaires, certains cancers et maladies neuro-dégénératives (Alzheimer, Parkinson) (Servili *et al.*, 2004). Ces maladies étant liées aux espèces réactives de l'oxygène impliquées dans le stress oxydant, syndrome au cours duquel les éléments pro-oxydants surpassent les capacités antioxydantes de l'organisme (Pincemail *et al.*, 2002; Manach *et al.*, 2004; Hennebelle *et al.*, 2004), il en résulte un déséquilibre entre antioxydants et pro-oxydants en faveur de ces derniers (Favier, 2003; Moffarts *et al.*, 2005; Koechlin-Ramonatxo, 2006).

L'huile d'olive de part sa richesse en acides gras monoinsaturés, principalement l'acide oléique, contribue à l'augmentation du taux des HDL, diminue et empêche l'oxydation des LDL, diminuant ainsi le risque d'athérosclérose et des maladies cardiovasculaires (Jacotot *et al.*, 1985; Delplanque *et al.*, 1999; Visioli *et al.*, 2002). La teneur élevée en acide oléique diminue le risque des cancers du sein, des ovaires, de l'estomac et du colon (Owen *et al.*, 2003; Cololmer et Menéndez, 2006 ; Baccouri *et al.*, 2008a).

La vitamine E, les caroténoïdes et les composés phénoliques sont des antioxydants qui ont démontrés des effets considérables dans la prévention de certains maladies et de vieillissement (Huang *et al.*, 2008).

Selon Berra (1998) et Giuffrida *et al.* (2006), les caroténoïdes sont considérés comme agents préventifs des maladies cardiovasculaires et réduisent les risques d'apparition des

cancers. La lutéine et la zéaxantine préviennent les pathologies dégénératives et la formation de la cataracte (Beltran *et al.*, 2005).

## Chapitre III : La qualité de l'huile d'olive

### 1. Les critères de qualité

#### 1.1. L'acidité

Sa mesure rend compte de l'altération hydrolytique, et concerne principalement la matière première, l'olive. Lorsqu'est atteint le stade de maturité du fruit, les triglycérides subissent une hydrolyse naturelle qui s'accroît avec le temps. Ce phénomène peut être amplifié par de mauvaises conditions de récolte ou de stockage des olives. Ces phénomènes entraînent des lyses cellulaires dans la pulpe des olives et par conséquent provoquent la mise en contact de l'huile, initialement contenue dans les vacuoles, avec les systèmes enzymatiques et l'eau du cytoplasme. Cela conduit alors à la présence anormalement élevée d'acides gras libres et donnant à terme des arômes désagréables à l'huile (pas "acide", mais une autre sensation organoleptique comme le moisi) (Leroy, 2011).

#### 1.2. L'indice de peroxyde

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

#### 1.3. Absorbance spécifique dans l'Ultraviolet

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

#### 1.4. Caractères organoleptiques et analyse sensorielle

L'huile d'olive vierge est un liquide de couleur jaune à vert, transparent, limpide, d'odeur et de saveur spécifiques, exempt d'odeurs ou de saveurs révélant une altération ou une pollution de l'huile. L'analyse sensorielle pour l'huile d'olive est une particularité dans le domaine des corps gras alimentaires, cela de manière à assurer aux consommateurs un produit

de qualité, en particulier sur le plan sensoriel. Au même titre que l'indice de peroxyde ou l'acidité libre, l'analyse sensorielle est utilisée pour le classement des huiles d'olive vierges (Leroy, 2011).

Le but d'une dégustation de l'huile est la recherche et l'évaluation de tous les caractères de finesse, élégance, richesse, équilibre et typicité qui font la différence entre une huile commune et une huile de qualité (Leroy, 2011).

## **2. Les facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive**

L'huile d'olive est très appréciée pour sa saveur caractéristique et sa valeur biologique et nutritionnelle. Ces caractéristiques sont fortement liées à la qualité qui, elle-même, est influencée par plusieurs paramètres tels que la variété, la région de provenance de l'olive (sol, climat...), les techniques culturales, les modes d'extraction... (Amirante, 2006).

### **2.1. Effets du climat**

Les conditions climatiques délimitent les zones de culture de l'olivier. A noter que dans les milieux plus froids, les olives risquent de geler et de donner ainsi une huile de qualité infime. Dans certains pays, l'huile d'olive produite est plus visqueuse en raison des températures moyennes élevées (Çavusoglu et Oktar, 1994).

Les hautes températures au printemps et en été provoquent la chute précoce des fruits et un ralentissement du processus de grossissement de ces derniers à cause de l'effet excessif de l'évapotranspiration. Cela a des retombées négatives sur la qualité et la quantité d'huile extraite (Ouaouich et Chimi, 2007).

### **2.2 Effets de l'entretien du sol**

L'olivier pousse mal sur les sols argileux (< 40%) à cause de l'asphyxie que subissent les racines durant les saisons pluvieuses, sans oublier qu'en été, ce type de sol se caractérise par des fissures qui engendrent un dessèchement des racines et les oliviers souffrent par la suite d'un manque d'eau. Les conséquences néfastes d'un tel sol se résument en une chute importante des fruits et en un calibre réduit des olives, ce qui affecte la qualité et le rendement de l'huile extraite. Au contraire des sols argileux, les sols profonds s'adaptent beaucoup mieux à l'olivier par leur action de rétention d'eau des pluies qui sera épuisée par l'arbre pendant le printemps pour alimenter sa végétation, ce qui améliore la qualité et le rendement en huile (Ouaouich et Chimi, 2007).

### 2.3. Effets des ravageurs

L'action nuisible des insectes ravageurs peut intervenir sous différentes formes et notamment par la destruction ou la détérioration du capital végétal et des fruits. Trois types de dégâts sont causés aux olives à huile (Çavusoglu et Otkar, 1994) :

- ✓ Chute prématurée des fruits attaqués ;
- ✓ Disparition d'une partie de la pulpe ;
- ✓ Diminution de la qualité de l'huile.

Les parasites, telles que la mouche de l'olive *Bactrocera oleae*, sont en général, les principaux agents externes responsables des processus métaboliques de décomposition dans les fruits. Les travaux de Tamendjari *et al.* (2004) et ceux de Gomez-Caravaca *et al.* (2008) ont démontré que l'infestation des olives par *Bactrocera oleae*, induit une augmentation de l'acidité libre, de l'indice de peroxyde et de l'absorbance dans l'UV, accompagnée par une diminution de la teneur en composés phénoliques.

### 2.4. Effets de l'irrigation

En général, l'olivier n'est pas irrigué. Cela ne signifie pas pour autant qu'il n'ait pas besoins d'eau ; en effet, il réagit favorablement à l'irrigation, le bilan hydrique du sol ayant par ailleurs une incidence sur les caractéristiques de l'huile. L'irrigation réduit considérablement le phénomène de la chute physiologique et favorise le déroulement normal du processus de maturation (Çavusoglu et Otkar, 1994).

Les effets de l'irrigation sont positifs et il en ressort que l'irrigation augmente le rendement et la résistance à l'alternance, la teneur en huile dans la matière sèche et le rendement annuel en huile et le poids des olives. L'irrigation a aussi un effet remarquable sur la composition de l'huile. Elle provoque une légère augmentation de l'acide palmitique et une teneur en acide oléique et linoléique différente de celles des huiles des oliviers non irrigués (Ouaouich et Chimi, 2007).

### 2.5. Modalités de récolte et stade de maturation

La modalité de récolte devrait être choisie en tenant compte des différents facteurs et limitation en présence (dimension des arbres, structure, ...) (Çavusoglu et Otkar, 1994).

Pour assurer une production oléicole de qualité, il faut procéder à la récolte à un stade optimal de maturité. L'époque optimale de récolte doit être déterminée pour chaque variété d'olive et par région oléicole, en prenant en considération les objectifs suivants (Ouaouich et Chimi, 2007) :

- ✓ Une teneur maximale en huile dans les fruits ;
- ✓ Une huile de meilleure qualité ;
- ✓ Un coût aussi faible que possible de la récolte.

Le stade de maturation des olives influence la qualité de l'huile et sa composition, à maturité précoce (stade vert), les olives sont peu riches en huile. L'huile issue d'olives vertes est également moins riche en composés phénoliques (El Antari *et al.*, 2000).

La maturité complète (stade noir) favorise la chute des olives, ces derniers donnent des huiles moins aromatisées, moins riches en composés phénoliques à activité antioxydante. Les olives ont tendance à être plus acides en fonction du temps de séjour sur le sol, et absorbent des odeurs étrangères (Ouaouich et Chimi, 2007).

## 2.6. Conditions de stockage

Au cours de stockage, les olives subissent des altérations plus au moins profondes selon la durée et les conditions de stockage. Ces altérations sont dues à l'activité enzymatique propre à la matière elle-même, (lipolyse), mais également au développement microbien durant la période de stockage. Avec l'allongement de la durée de stockage, on assiste à une augmentation de l'acidité, de l'indice du peroxyde et à une détérioration des propriétés organoleptiques de l'huile. Pour atténuer ces altérations, on peut opérer des stockages en silos ventilés ou greniers à olives, en bacs superposés en matière plastique, avec utilisation de fongicides, en saumures, en atmosphère contrôlée, sous froid (Ouaouich et Chimi, 2007).

## 2.7. Effets du système d'extraction

La présence ou l'absence d'eau dans un procédé est le principal facteur responsable de la teneur finale de l'huile d'olive en composés phénoliques et donc de sa qualité nutritionnelle. Cependant, le fait de chercher à éliminer rapidement l'eau par centrifugation peut également présenter des inconvénients puisque cela provoque un déplacement de l'équilibre de partition des composés phénoliques entre la phase aqueuse et la phase lipidique. Une partie des composés phénoliques est ainsi retirée de l'huile et diluée dans l'eau ajoutée au système de production. Le système de séparation à deux phases induisait une meilleure qualité nutritionnelle par rapport au système à trois phases car les volumes d'eau réduits pour le fonctionnement de l'appareil permettent, en effet, une meilleure rétention des composés phénoliques dans la phase lipidique (Veillet, 2010).

Des études montrent que l'acidité libre est légèrement supérieure dans les huiles issues du système à deux phases, mais cette différence n'est pas significative. Contrairement pour

l'indice de peroxyde qui présente une valeur légèrement plus élevée dans les huiles issues du système à trois phases (Veillet, 2010).

### **2.8. Effets de la taille des arbres**

La taille a pour but de maintenir l'équilibre entre la croissance végétative et la fructification. Elle permet de maintenir un équilibre qui assure chez l'olivier une production soutenue, des olives de meilleurs calibre, et une maturité régulière des fruits, facilite la pénétration des produits phytosanitaires à l'intérieur de l'arbre pour une meilleure efficacité de lutte contre les parasites et les maladies de l'olivier, et permet un meilleur fonctionnement de l'appareil photosynthétique constitué par les feuilles et facilite les opérations de cueillette. Elle limite aussi les surfaces évaporantes et réduit ainsi les besoins en eau de l'arbre (Çavusoglu et Oktar, 1994 ; Ouaouich et Chimi, 2007).

# **Partie expérimentale**



# **Matériel et méthodes**

## 1. Matériel végétal

Notre étude porte sur trois variétés qui sont *Chemlal*, *Azaradj* et *Iswal* issues de la région d'Ighil Ali (Akbou).

### 1.1. Récolte

La récolte a été réalisée à la main et autour de l'arbre. Les olives de chaque variété sont effeuillées et bien homogénéisées ; une partie est utilisée pour la détermination de l'indice de maturité, humidité des fruits, le reste est utilisé pour l'extraction de l'huile.

### 1.2. Extraction de l'huile

Après effeuillage et lavage des olives, l'huile est extraite à l'aide d'un oléodenseur (Levi-Dileon-Lerogsame), suivant les étapes ci après :

- Le broyage par un broyeur à marteau ;
- Le malaxage dans des bacs en inox tournant pendant 15 min sans ajout d'eau et 15 min après l'ajout de 50 ml d'eau tiède ( $30^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ ) pour 920 g de pâte d'olive ;
- La centrifugation par une centrifugeuse verticale à panier ayant une vitesse de 4845 tours /min.

Après décantation, les huiles sont recueillies dans des flacons en verre fumé, étiquetés et stockés à  $4^{\circ}\text{C}$  dans l'attente d'être analysées.

### 1.3. Préparation des échantillons d'huile

A coté des trois variétés d'huile (citées auparavant), nous avons préparé des coupages à 50% entre ces différentes variétés d'huiles et qui sont :

- *Chemlal- Azaradj* (*Chem- Azar*);
- *Chemlal-Iswal* (*Chem-Iswal*);
- *Azaradj- Iswal* (*Azar- Iswal*).

Les études réalisées sur ces mélanges sont effectuées après un mois de leur préparation.

## 2. Déterminations réalisées sur les olives

### 2.1. Indice de maturité

L'indice de maturation des olives à été déterminé selon la méthode donnée par Vinha *et al.* (2005). 100 fruits d'olives pour chaque échantillon ont été aléatoirement choisis et classifiés dans les catégories ci-dessous. Les catégories sont :

- 0 : olives avec l'épiderme vert ou vert- foncé intense ;
- 1 : olives avec l'épiderme vert jaune;
- 2 : olives avec l'épiderme jaunâtre avec les taches rougeâtres ;

- 3 : olives avec l'épiderme rougeâtre à violet ;
- 4 : olives avec l'épiderme noir et la pulpe totalement blanche ;
- 5 : olives avec l'épiderme noir et pulpe violette sur moins de la moitié de la pulpe ;
- 6 : olives avec l'épiderme noir et la pulpe violette (plus que 50%) ;
- 7 : olives avec l'épiderme noir et la pulpe totalement violette.

L'indice de maturité (IM) est donné par la formule suivante :

$$IM = [(0*a) + (1*b) + (2*c) + (3*d) + (4*e) + (5*f) + (6*g) + (7*h)]/100$$

Avec a à h comme étant le nombre de fruits dans chaque catégorie.

## 2.2. Humidité des fruits

L'humidité des fruits est déterminée suivant le protocole de Tovar *et al.* (2002). Un échantillon de 70 g (environ 40 fruits entiers) est séché à l'étuve à 105°C pendant 42 h, celui-ci est régulièrement pesé après refroidissement au dessiccateur jusqu'à obtention d'un poids constant. La teneur en eau est alors déterminée selon la formule ci-après :

$$H \% = [(P - P_s) / (P - P_0)] * 100$$

H (%) : humidité des fruits exprimée en pourcentage ;

P et P<sub>s</sub>: poids du creuset plus la prise d'essai avant et après séchage, respectivement ;

P<sub>0</sub>: poids du creuset vide.

## 3. Indices de qualité

### 3.1. L'Acidité

Elle nous renseigne sur le pourcentage d'acides gras libres, elle est déterminée selon la méthode décrite dans le règlement CEE/2568/91. Le principe de la méthode consiste en un titrage des acides gras libres par une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium.

Un échantillon de 5 g est solubilisé dans 20 ml d'un mélange oxyde diéthylique-éthanol à 95% (V/V). Le mélange est titré, en agitant, avec une solution d'hydroxyde de potassium à 0,1 N jusqu'au virage de l'indicateur coloré (la phénolphthaléine), vers le rose, persistant au moins 10 secondes. L'acidité est exprimée en pourcentage en poids d'acide oléique, elle est égale à :

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

Où :

V et V<sub>0</sub> : volume en ml de KOH nécessaire pour neutraliser l'échantillon et le blanc, respectivement ;

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

M : masse molaire (g/ml) de l'acide oléique qui est égale à 282 g/ml ;

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

### **3.2. Indice de peroxyde**

L'indice de peroxyde représente la quantité de substances qui oxydent l'iodure de potassium, exprimé en meq d'O<sub>2</sub> actif /Kg de l'huile (Leroy, 2011).

La méthode utilisée est celle du règlement CEE/2568/91. Un échantillon de 2 g d'huile est introduit dans un becher, 10 ml de chloroforme sont ajoutés, tout en agitant, afin de dissoudre l'huile ; puis 15 ml d'acide acétique glaciale et 1ml d'iodure de potassium saturé sont ajoutés, la fiole est bouchée rapidement, puis agiter vigoureusement pendant 1 minute et laissée à l'obscurité pendant 5 min à température ambiante. 75 ml d'eau distillée sont ensuite ajoutées ainsi que quelques gouttes d'empois d'amidon, le tout est titré avec le thiosulfate de sodium (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) à 0,01 N en agitant vigoureusement. L'indice de peroxyde est donné par l'expression ci après :

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

Où:

N: normalité Na<sub>2</sub> S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (0,01 N);

V, V<sub>0</sub>: volume en ml de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nécessaire pour le titrage de l'échantillon et de l'essai à blanc, respectivement ;

m : masse en gramme de la prise d'essai 2 g.

### **3.3. Absorbance spécifique dans l'Ultraviolet**

L'extinction spécifique est déterminée selon la méthode décrite par le COI (1996). On prépare une solution à 1% d'huile dans du cyclohexane, puis on mesure les absorbances à deux longueurs d'ondes 232 et 270 nm. Les extinctions spécifiques à 232 et 270 nm sont exprimées par l'équation suivante :

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

Où:

K : extinction spécifique à la longueur d'onde  $\lambda$  ;

$A_\lambda$  : absorbance à  $\lambda$  en nm ;

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

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

#### 4. Dosage des pigments

Le protocole décrit par Allalout *et al.* (2009) est adopté pour estimer la teneur en chlorophylles et en caroténoïdes en mesurant l'absorbance des échantillons d'huiles aux longueurs d'ondes 470 et 670 nm pour les chlorophylles et les caroténoïdes respectivement et en utilisant l'hexane comme blanc. Mettre 3 g d'huile dans 10 ml d'hexane, puis faire la lecture de l'absorbance.

##### 4.1. Dosages des chlorophylles

Les teneurs en chlorophylles sont déterminées par la formule suivante :

$$\text{Chlorophylles (mg/Kg)} = A_{670} * 10^6 / 613 * 100 * d$$

Où :

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

613 : coefficient d'extinction pour les phéophytines.

d : épaisseur de la cuve (1cm).

##### 4.2. Dosage des caroténoïdes

Les teneurs en caroténoïdes sont données par la formule suivante :

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

Où :

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

2000 : coefficient d'extinction pour les caroténoïdes.

d : épaisseur de la cuve (1cm).

## 5. Extraction et dosage des composées phénoliques

### 5.1. Extraction

Pour l'extraction des composées phénoliques, on utilise le protocole de Favati *et al.* (1994). Après activation de la colonne C<sub>18</sub> avec 6 ml de méthanol et 10 ml d'hexane, on dissout 1 g d'huile dans 10 ml d'hexane, et on fait passer la solution dans la colonne C<sub>18</sub>. Puis, on lave avec 2x5 ml d'hexane et enfin, l'élution est réalisée avec 2x4 ml du méthanol.

### 5.2. Dosage des polyphénols totaux

La méthode utilisée pour le dosage des polyphénols totaux est celle de Favati *et al.* (1994). Dans des fioles de 20 ml ; on met 2 ml de l'extrait méthanolique, ajouté 5 ml de l'eau distillée et 0,5 ml de réactif de Folin Ciocalteu. Après 3 min d'incubation, on ajoute 4 ml de carbonate de sodium (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) à 10% et on ajuste avec de l'eau distillée jusqu'à 20 ml. Après incubation pendant 90 min à l'obscurité, on filtre et on mesure l'absorbance à 765 nm contre un témoin dont l'extrait méthanolique est remplacé par le même volume du méthanol.

Les concentrations en polyphénols totaux des extraits méthanoliques d'huile d'olive sont exprimées en mg d'E.A.G. / Kg d'huile d'olive, en se référant à une courbe d'étalonnage préparée avec l'acide gallique (annexe 1).

### 5.3. Dosage des *ortho*-diphénols

Selon Bendini *et al.* (2007), le principe de la méthode est basé sur la formation du complexe jaune entre les *ortho*-diphénols et les ions de molybdate. 0,5 ml d'extrait méthanolique est additionné à 5 ml du mélange méthanol /eau (V/V). Après agitation, 4 ml de molybdate de sodium déshydraté à 5% dans l'éthanol /eau (V/V) sont ensuite ajoutés. Après l'incubation à l'obscurité pendant 15 min, on filtre et on mesure l'absorbance à 370 nm, contre un témoin dont l'extrait méthanolique est remplacé par le même volume du méthanol.

Les concentrations en *ortho*-diphénols des échantillons sont déterminées à partir d'une courbe d'étalonnage (annexe 1) réalisée avec l'acide caféique comme standard et les résultats sont exprimés en mg d'E.A.C./Kg d'huile d'olive.

## 6. Détermination de l'indice d'amertume

L'indice d'amertume (K<sub>225</sub>) est évalué par extraction des composés amers de l'huile d'olive, suivant la méthode décrite par Morello *et al.* (2004). L'extraction est réalisée avec une colonne d'octadecyle C<sub>18</sub> préalablement activée (6 ml de méthanol et 10 ml d'hexane).

Un échantillon d'1 g d'huile filtrée est dissout dans 4 ml d'hexane puis introduit dans la colonne, celle-ci est lavée avec 10 ml d'hexane pour éliminer toute trace de gras. La fraction polaire retenue est éluée avec 25 ml du méthanol/eau (V/V). L'absorbance est mesurée à 225 nm, contre un blanc (méthanol/eau). Les résultats sont exprimés en termes d'absorbance.

## **7. Etude statistique**

Chaque test est réalisé en trois essais dans un même intervalle de temps et la moyenne de ces trois essais ainsi que l'écart-type sont présentés dans les différentes figures (partie résultats et discussion).

Une étude statistique a été réalisée pour la comparaison des résultats et la mise en évidence des différences significatives entre les échantillons, et ce, pour chaque paramètre en appliquant une analyse de la variance (ANOVA) à l'aide d'un logiciel STATISTICA 5.5. Le degré de signification des résultats est pris à la probabilité  $p < 0,05$ .

# Résultats et discussion

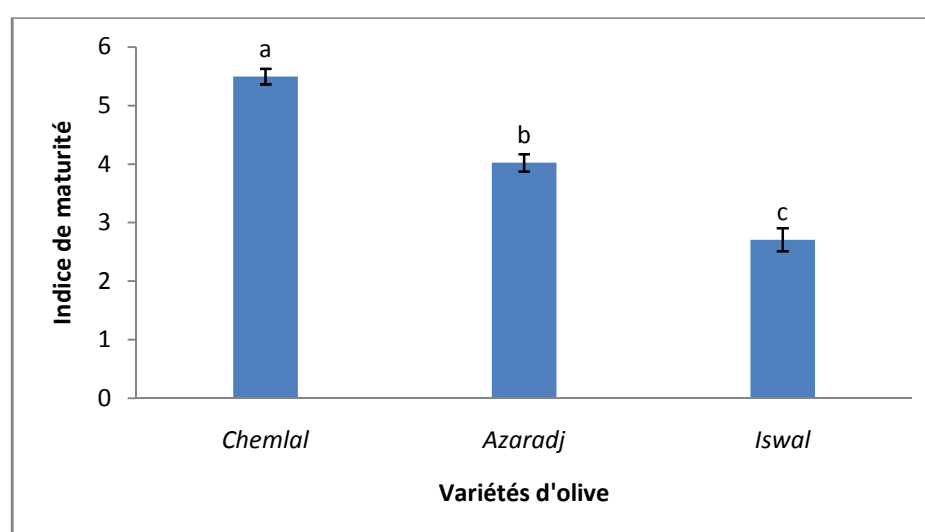


## 1. Déterminations sur les olives

### 1.1. Indice de maturité

L'étude du processus de maturation des olives est fondamentale pour l'obtention d'huile d'olive de qualité. De nombreux processus de transformation chimique et de synthèse de substances organiques ont lieu au cours de la maturation, en particulier la synthèse des triglycérides qui s'accumulent dans les vacuoles qui constituent, presque la totalité de l'huile d'olive (Sanchez Casas *et al.*, 1999).

Les résultats de l'indice de maturité obtenus pour nos échantillons sont représentés dans la figure 3.



**Figure 3 :** Indice de maturité des variétés d'olive étudiées.

\*les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ( $p < 0,05$ ),

\* les barres verticales représentent les écarts types.

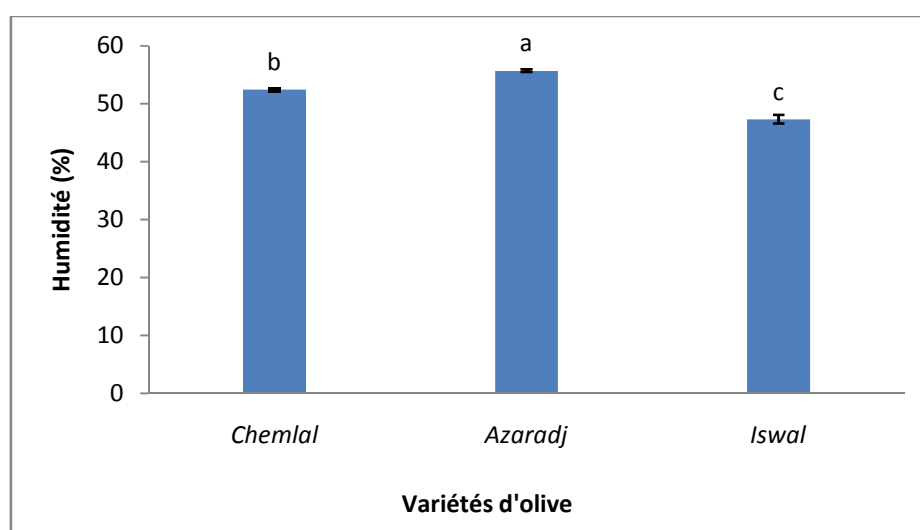
Les valeurs de l'indice de maturité de nos variétés sont comprises entre 2,71 pour *Iswal* et 5,49 pour *Chemlal* et dont les différences sont significatives ( $p < 0,05$ ).

La variation de ces valeurs d'une variété à une autre n'est pas due à l'époque de récolte car toutes les variétés ont été récoltées à la même période mais plutôt à l'effet variétal ; suite à des facteurs génétiques, certaines variétés entrent en maturation plus vite que d'autres. Ces différences dans les valeurs de cet indice peuvent être aussi liées à la variation des charges des oliviers, d'après El Antari *et al.* (2000), la charge des arbres en fruits engendre une compétition entre les fruits.

## 1.2. Humidité des fruits

L'humidité des olives est un facteur important qui contribue généralement à plus de 50% du poids du fruit. Elle est tributaire des conditions environnementales dont la pluviométrie et l'irrigation (Tovar *et al.*, 2002).

La teneur en eau des fruits révèle des différences significatives ( $p < 0,05$ ) entre les différentes variétés d'olives étudiées (figure 4). Ces valeurs varient entre un minimum de 42,32 % enregistrée pour la variété *Iswal* et un maximum de 55,70 % notée pour la variété *Azaradj*.



**Figure 4 :** Teneur en eau des différentes variétés d'olive.

\* les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ( $p < 0,05$ ),

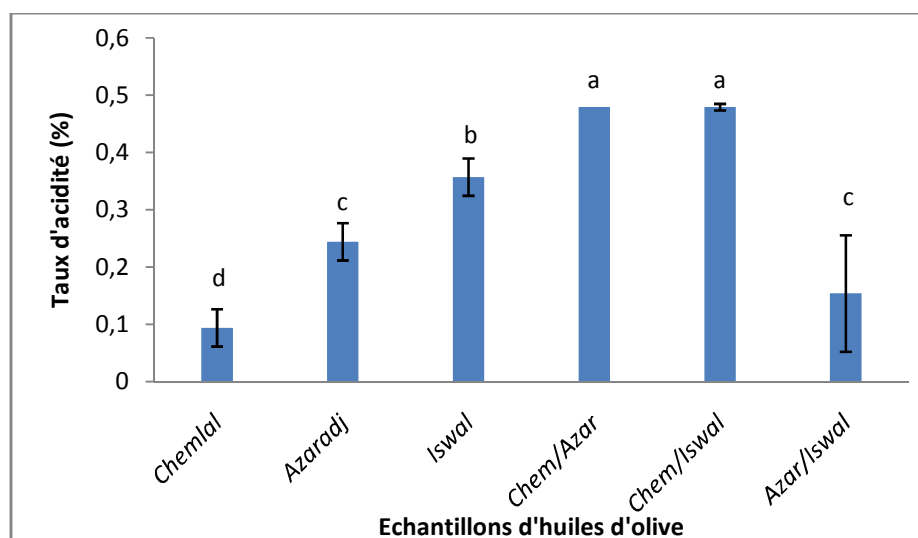
\* les barres verticales représentent les écarts types.

D'après les résultats obtenus, la teneur en eau varie d'un cultivar à l'autre. Cette différence peut être expliquée par la disponibilité de l'eau dans le sol (El Antari *et al.*, 2000).

## 2. Indices de qualité de l'huile d'olive

### 2.1. Acidité

L'acidité libre, facteur qui renseigne sur l'altération de l'huile par hydrolyse, on note des différences significatives entre les variétés d'olives étudiées ( $p < 0,05$ ) sauf entre la variété *Azaradj* et le mélange *Azaradj-Iswal* et entre les mélanges *Chemlal-Azaradj* et *Chemlal-Iswal* (figure 5).



**Figure 5 :** Acidité des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées.

\* les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ( $p < 0,05$ ),  
 \* les barres verticales représentent les écarts types.

L'acidité des huiles étudiées est inférieure à la limite établie par le COI (2010) qui est de 0,8 %, la variété *Chemlal* est intéressante, elle donne l'huile la moins acide avec seulement 0,094 % d'acide oléique alors que la variété *Iswal* donne une acidité de 0,35 %.

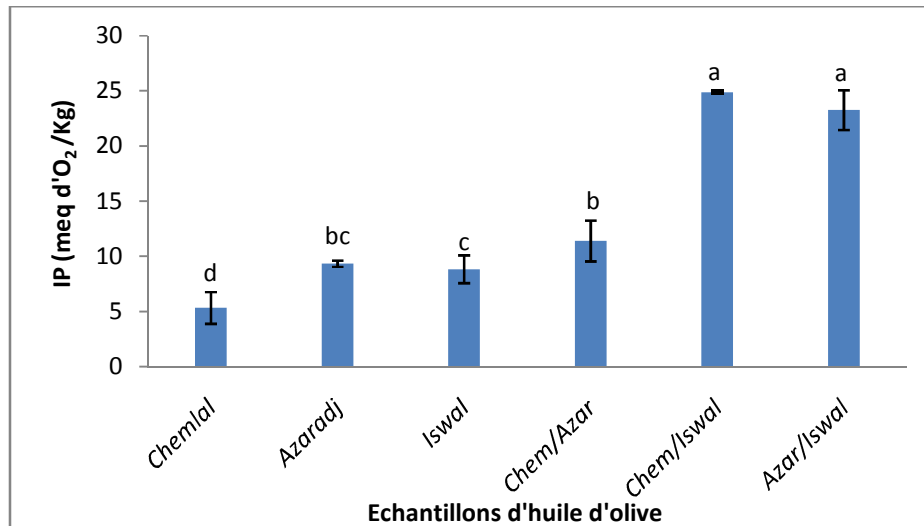
Le coupage entre les différentes variétés a donné des valeurs d'acidité différentes de celles des variétés qui les composent. Pour le mélange *Azaradj-Iswal*, l'acidité est inférieure à celle obtenue pour les variétés *Azaradj* et *Iswal*, pour le mélange *Chemlal-Azaradj*, le taux d'acidité est supérieur à celui des variétés *Azaradj* et *Chemlal*. Cependant, l'acidité du mélange *Chemlal-Iswal* est supérieure à celles qui les forment.

En comparaison, les acidités de nos échantillons sont inférieures à celles obtenues avec la variété espagnole *Cornicabra* (Salvador *et al.*, 2003) ; et à ceux obtenus avec les variétés tunisiennes, *Chemlali*, *Chetoui*, *El Hor* et *Oueslati* (Krichene *et al.*, 2010). Toutefois, ils sont presque identiques aux taux d'acidités révélés chez les autres variétés espagnoles (Pardo *et al.*, 2007).

## 2.2. Indice de peroxyde

Il estime l'état d'autooxydation de l'huile ; c'est un mécanisme lent mais inéluctable. Cette autooxydation ou rancissement aldéhydique conduit dans un premier temps à la formation de peroxydes (ou hydroperoxydes) qui se décomposent ultérieurement en dérivés carbonylés aldéhydes et hydrocétones et en divers produits oxygénés (Tanouti *et al.*, 2011).

Les valeurs des indices de peroxyde des différentes variétés d'huile sont représentées dans la figure 6.



**Figure 6 :** Indice de peroxyde des différents échantillons d'huile.

\* les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ( $p < 0,05$ ),

\* les barres verticales représentent les écarts types.

Les indices de peroxyde enregistrés pour les trois variétés pures et le mélange *Chemlal-Azaradj* sont inférieures à 20 meq d'O<sub>2</sub>/Kg (limite fixée par le COI, 2010), mais les deux autres mélanges ont dépassé cette limite (24,87 meq d'O<sub>2</sub>/Kg pour *Chemlal-Iswal* et 23,25 meq d'O<sub>2</sub>/Kg pour *Azaradj-Iswal*).

Des différences significatives ( $p < 0,05$ ) sont notées entre les différents échantillons d'huiles sauf entre les groupes suivants : *Azaradj* et *Iswal*, *Azaradj* et *Chemlal-Azaradj*, *Chemlal-Iswal* et *Azaradj-Iswal*.

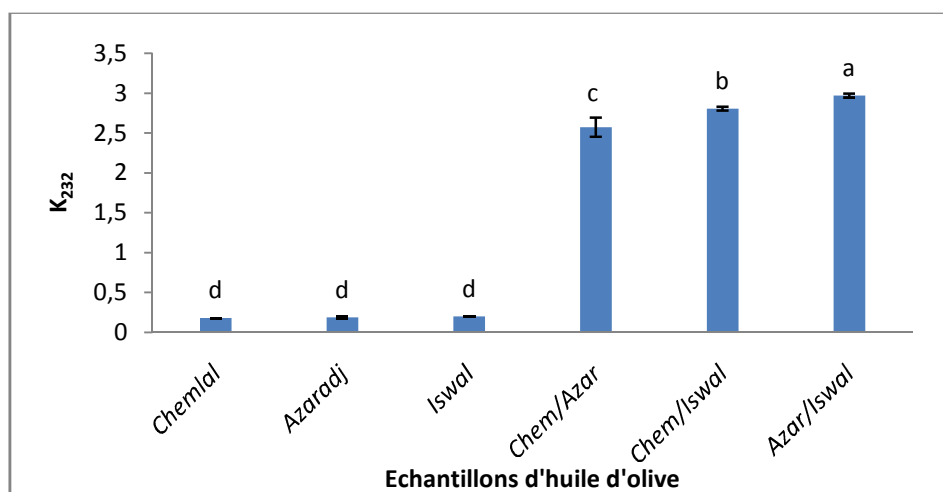
D'après la figure 6, les huiles de nos mélanges présentent des indices de peroxyde différents. Ces indices sont supérieurs à ceux des deux variétés qui les forment.

L'indice de peroxyde enregistré pour les trois variétés indique que les huiles ont été extraites rapidement après la récolte des olives et qu'elles ont été stockées dans de bonnes conditions. Il faut noter que l'indice de peroxyde augmente avec la maturité des olives, et surtout à la suite d'un choc thermique, ou à un processus de fabrication défectueux. Le stockage inadapté ou prolongé est également une des causes d'augmentation de ce paramètre (Tanouti *et al.*, 2011).

### 2.3. Absorbance dans l'UV

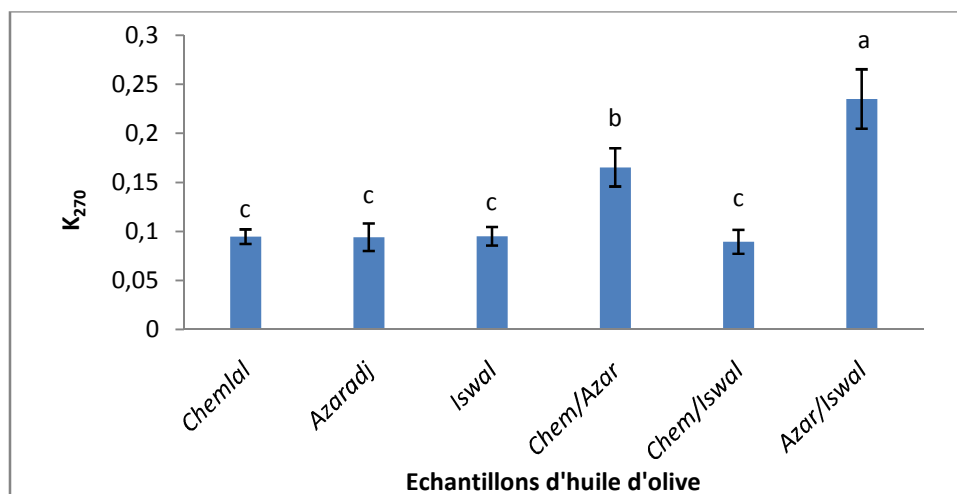
L'absorbance en spectrophotométrie ultraviolette : significative de l'autooxydation de l'huile, cette méthode repose sur la détermination des coefficients d'extinctions spécifiques (K) dans l'ultraviolet à 232 nm et 270 nm des produits de décomposition de l'huile (Leroy, 2011).

Concernant les résultats obtenus (figure 7 et 8, respectivement), on note que toutes les valeurs enregistrées pour le  $K_{270}$  sont inférieures à la norme du COI (2010) et qui est  $\leq 0,25$ . Pour le  $K_{232}$ , les variétés ont enregistré des valeurs inférieures à la norme ( $\leq 2,6$ ), par contre, les différents mélanges ont dépassé cette norme.



**Figure 7 :** Coefficient d'absorption spécifique à 232 nm des différents échantillons d'huiles.

\* les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ( $p < 0,05$ ),  
\* les barres verticales représentent les écarts types.



**Figure 8 :** Coefficient d'absorption spécifique à 270 nm des différents échantillons d'huiles.

\* les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ( $p < 0,05$ ),  
\* les barres verticales représentent les écarts types.

La valeur minimale du coefficient  $K_{232}$  est obtenue pour la variété *Chemlal* (0,180) et la valeur maximale pour la variété *Iswal* (0,201). Et pour les mélanges, la valeur minimale est

enregistrée pour *Chemlal-Azaradj* (2,574) et la valeur maximale pour *Azaradj-Iswal* (2,971). Quant au coefficient  $K_{270}$ , les valeurs se situent entre 0,094 pour la variété *Azaradj* et 0,095 pour *Iswal* et pour les mélanges, les valeurs se situent entre (0,089) pour *Chemlal-Iswal* et (0,235) pour *Azaradj-Iswal*.

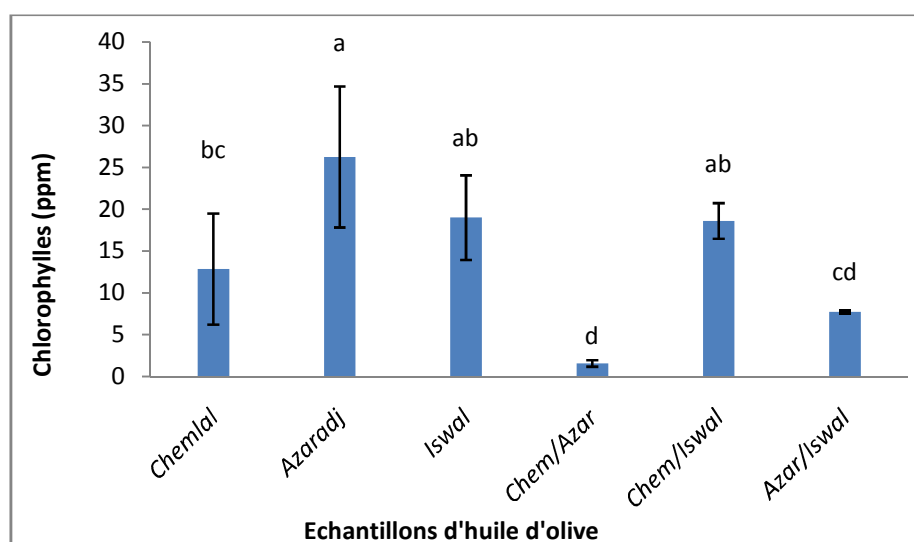
Des différences significatives ( $p < 0,05$ ) sont relevées au sein de nos échantillons pour le coefficient  $K_{232}$ , sauf entre les variétés pures. Aucune différence significative ( $p < 0,05$ ) n'a été notée pour nos échantillons à  $K_{270}$  concernant les trois variétés pures et le mélange *Chemlal-Iswal*.

En effet, l'extinction spécifique à 232 nm et à 270 nm d'une huile peut être considérée comme une image de son état d'oxydation. Plus son extinction à 232 nm est forte, plus elle est peroxydée. De même, plus l'extinction à 270 nm est forte, plus elle est riche en produits d'oxydation secondaires et traduit une faible aptitude à la conservation. Ces valeurs élevées peuvent aussi être liées à l'état sanitaire des olives. Cette oxydation peut être également reliée aux conditions de stockage de l'huile (Tanouti *et al.*, 2010).

### 3. Les pigments

#### 3.1. Les chlorophylles

Les huiles analysées montrent des teneurs en chlorophylles (figure 9) qui varient entre 12,861 ppm pour la variété *Chemlal* et 26,256 ppm pour la variété *Azaradj*, et entre 1,560 ppm (*Chemlal-Azaradj*) et 18,607 ppm (*Chemlal-Iswal*) enregistrées pour les mélanges d'huile.



**Figure 9 :** Teneurs en chlorophylles des différents échantillons d'huiles.

\* les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ( $p < 0,05$ ),

\* les barres verticales représentent les écarts types.

D'après la figure 9, on remarque que la quantité de chlorophylle des mélanges obtenus diminue par rapport aux variétés qui les composent sauf pour le mélange *Chemlal-Iswal*. A titre indicatif, la teneur des chlorophylles dans le mélange *Chemlal-Azaradj* est largement inférieure à celle obtenue pour les variétés *Chemlal* et *Azaradj*.

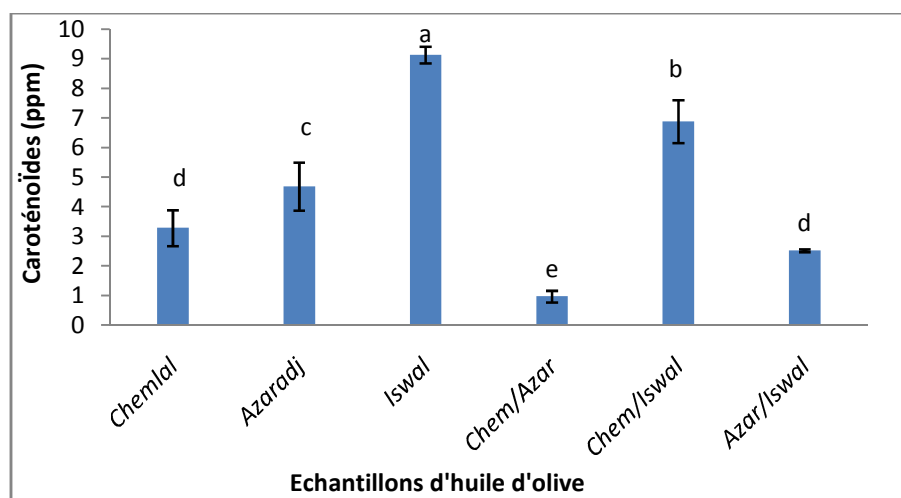
Pas de différence significative ( $p < 0,05$ ) entre les variétés sauf entre *Chemlal* et *Azaradj* et les teneurs des mélange d'huile différent significativement ( $p < 0,05$ ) d'un mélange à un autre sauf entre *Chemlal-Azaradj* et *Azaradj-Iswal*, Roca et Minguez- Mosquera (2001) et Giuffrida *et al.* (2006) ont signalé l'influence de la variété sur la composition quantitative en pigments chlorophylliens dans l'huile d'olive.

Les pigments subissent une dégradation au cours du processus d'extraction de l'huile d'olive, ce qui rend non seulement propice la phéophytinisation des chlorophylles initialement présentes dans les fruits, mais conduit, aussi, à des pertes importantes en chlorophylles. Ces pertes sont associées à la co-oxydation provoquée par les radicaux hydroperoxydes formés sous l'action des lipoxygénases (Gandul-Rojas et Minguez-Mosquera, 1996; Ryan *et al.*, 1998). Au cours de la maturation, les chlorophylles subissent des transformations et se dégradent sous l'action des chlorophyllases, des Mg-déchélatases et des phéophorbides oxygénases donnant des dérivés incolores. Plus la maturation progresse, plus l'activité photosynthétique diminue, accompagnée d'une réduction des concentrations en chlorophylles (Garcia *et al.*, 1996 ; Roca et Minguez-Mosquera, 2001).

La présence des chlorophylles dans l'huile d'olive dépend de la variété, du degré de maturité du fruit, du processus d'extraction et des conditions de stockage (Tanouti *et al.*, 2010).

### 3.2. Les caroténoïdes

Les teneurs les plus faibles en caroténoïdes sont enregistrées pour la variété *Chemlal* (3,285 ppm) et pour le mélange d'huiles *Chemlal-Azaradj* (0,97 ppm), tandis que les teneurs les plus élevées sont obtenues pour la variété *Iswal* (9,134 ppm) et pour le mélange d'huiles *Chemlal-Iswal* (6,883 ppm) (figure 10).



**Figure 10 :** Teneurs en caroténoïdes des différents échantillons d'huiles.

\* les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ( $p < 0,05$ ),  
 \* les barres verticales représentent les écarts types.

Des différences significatives sont relevées ( $p < 0,05$ ) entre les variétés et entre les mélanges d'huile; néanmoins, aucune différence significative ( $p < 0,05$ ) n'est relevée entre la variété *Chemlal* et le mélange *Azaradj-Iswal*.

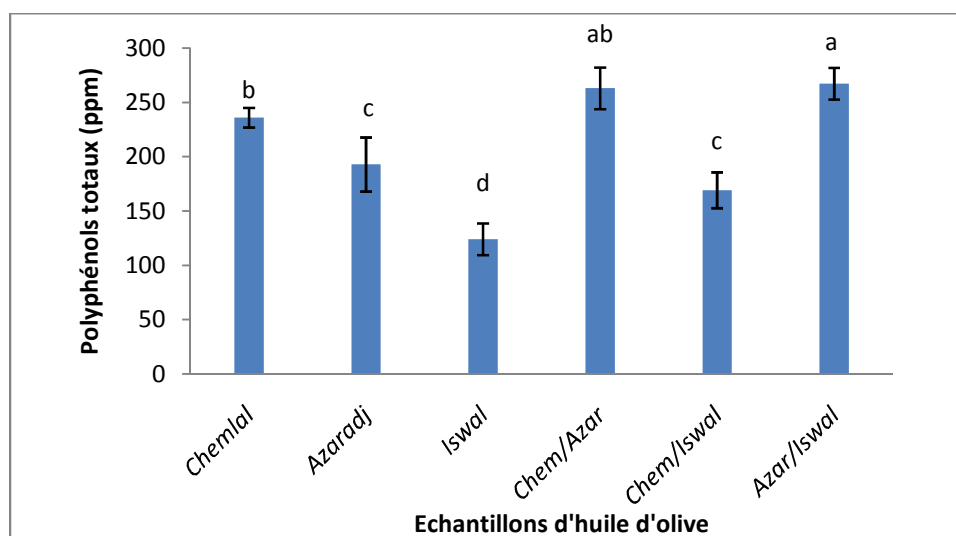
Selon Minguez-Mosquera *et al.* (1990), Ait Yacine *et al.* (2001) et Criado *et al.* (2007), les teneurs en chlorophylles et caroténoïdes varient en fonction du cultivar et diminuent au cours de la maturation, cette diminution est plus prononcée pour les chlorophylles. Nous remarquons que la variété *Iswal* qui présente l'indice de maturité le plus faible enregistre la teneur la plus élevée en caroténoïdes, ce qui implique qu'en plus de l'effet variétal, la maturation influe sur la composition quantitative en pigments.

## 4. Les composés phénoliques

### 4.1. Les polyphénols totaux

Les teneurs en polyphénols totaux exprimées en ppm d'acide gallique sont représentées dans la figure 11.





**Figure 11** : Teneurs en polyphénols totaux des différents échantillons d'huiles.

\* les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ( $p < 0,05$ ),

\* les barres verticales représentent les écarts types.

L'huile de la variété *Chemlal* (236,114 ppm) et le mélange *Azaradj-Iswal* (267,393 ppm), sont les plus riches en phénols totaux. En revanche, la variété *Iswal* et le mélange *Chem-Iswal* donnent des huiles à teneurs inférieures (124,121 et 169,239 ppm, respectivement).

Des différences significatives ( $p < 0,05$ ) sont relevées entre les échantillons d'huiles étudiées, néanmoins, aucune différence significative ( $p < 0,05$ ) n'est notée entre la variété *Chemlal* et le mélange *Chemlal-Azaradj*.

Les teneurs en polyphénols totaux enregistrées pour nos échantillons d'huiles sont proches de celles des variétés italiennes étudiées par Tura *et al.* (2007), pour les quelles les teneurs oscillent entre 115 et 377 ppm; et des variétés turques étudiées par Ocakoglu *et al.* (2009) (entre 75,46 et 333,37 ppm). Mais supérieures aux teneurs enregistrées par Dhiffi *et al.* (2006) sur des variétés tunisiennes (*Chetoui*, *Chemlali*, *Meski* et *Sayali*), caractérisées par des teneurs en polyphénols variant de 18,2 à 162,8 ppm.

Dans les coupages, on a obtenu des teneurs en polyphénols qui diffèrent de celle des variétés qui les constituent. En effet, le mélange *Azaradj-Iswal* a enregistré une valeur supérieure à celle des variétés qui les composent. Alors que pour *Chemlal-Iswal*, la teneur est intermédiaire entre les variétés qui les composent.

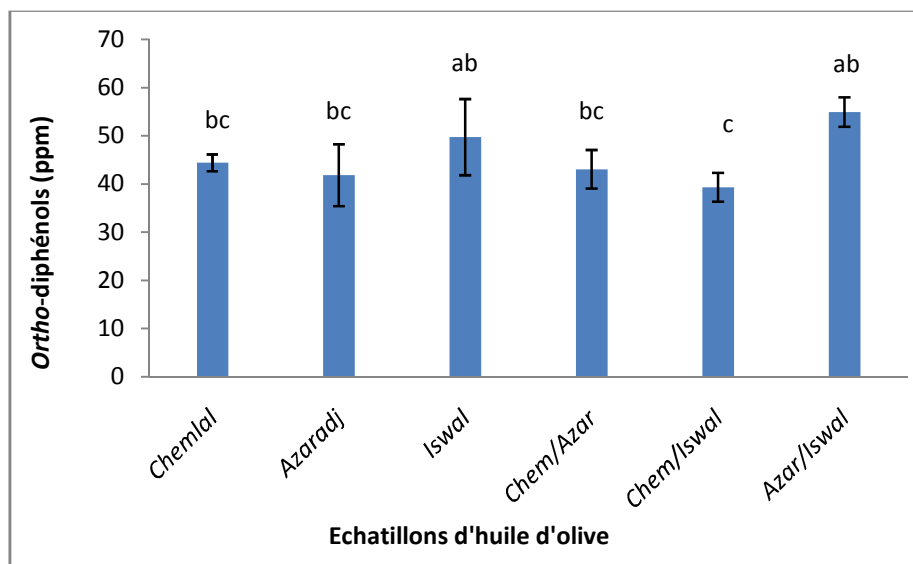
Les composés phénoliques sont des composés hydrosolubles à propriétés amphiphathiques, présents en quantité variable dans la pulpe de l'olive (Leroy, 2011). D'après nos résultats, il ressort que le cultivar est un facteur important qui influence la composition en

polyphénols totaux, tel que déjà observé par plusieurs auteurs Dugo *et al.* (2004), Zarrouk *et al.* (2008) et Ocakoglu *et al.* (2009). Cette composition n'est pas seulement liée à la variété, mais c'est le résultat d'une interaction complexe entre plusieurs facteurs à savoir :

- ✓ Le degré de maturité des olives (Rovellini et Cortesi, 2003; Gómez-Rico *et al.*, 2008) ;
- ✓ L'état sanitaire des olives (Caruso *et al.*, 2000; Tamendjari *et al.*, 2004);
- ✓ La saison et les conditions climatiques (Paz Romero *et al.*, 2003; Salvador *et al.*, 2003);
- ✓ Le système d'extraction de l'huile (Gimeno *et al.*, 2002 ; Leroy, 2011);
- ✓ Les paramètres d'extraction (temps et température de malaxage) (Caponio *et al.*, 1999; Angerosa *et al.*, 2001).
- ✓ L'activité de la polyphénole-oxydase et de la peroxydase qui sont responsables de l'oxydation des polyphénols durant l'extraction de l'huile d'olive, induisant une diminution de leur teneur (Zanoni *et al.*, 2005).

#### 4.2. Les *ortho*-diphénols

L'analyse des teneurs en *ortho*-diphénols, exprimées en ppm d'acide caféique des différentes huiles étudiées (figure 12), montre des différences significatives ( $p < 0,05$ ) entre les variétés et les mélanges d'huiles sauf entre la variété *Chemlal* et le mélange *Chemlal-Azaradj*.



**Figure 12 :** Teneurs en *ortho*-diphénols des différents échantillons d'huiles.

\* les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ( $p < 0,05$ ),

\* les barres verticales représentent les écarts types.

D'après nos résultats, la variété *Iswal* présente la quantité la plus élevée en *ortho*-diphénols (49,733 ppm), contrairement aux polyphénols totaux, alors que la variété *Azaradj*

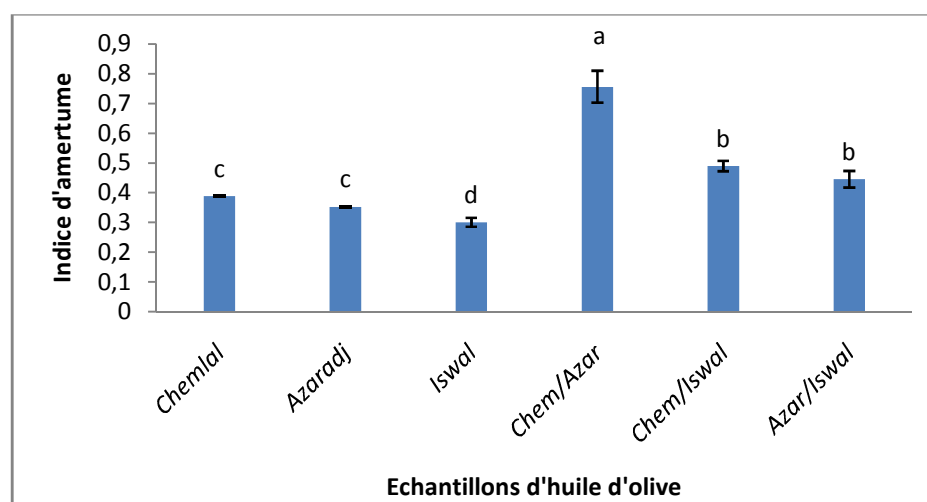
montre la teneur la plus faible (41,866 ppm). Pour les coupages, on enregistre une quantité importante des *ortho*-diphénols dans le mélange *Azaradj-Iswal* (54,933 ppm) tandis que le coupage *Chemlal-Iswal* a enregistré la teneur la plus faible (39,333 ppm).

Pas de différence significative ( $p < 0,05$ ) entre les variétés, quant les mélanges d'huile différent significativement ( $p < 0,05$ ) d'un mélange à un autre sauf entre *Chemlal-Azaradj* et *Chemlal-Iswal*. échantillons d'huiles

Les teneurs enregistrées en *ortho*-diphénols pour nos sont largement inférieures à celles des variétés tunisiennes rapportées par Zarrouk *et al.* (2008) qui sont de l'ordre de 188,12 à 213,62 ppm. Cependant, elles sont supérieures à celle de la variété *Cornicabra* rapporté par Salvador *et al.* (2000); mais elles sont proches de celles des variétés tunisiennes (*Chemlali*, *El Hor* et *Oueslati*) analysées par Krichene *et al.* (2010).

### 5. Indice d'amertume

La mesure de l'indice d'amertume nous permet d'évaluer le degré d'amertume de nos échantillons d'huiles.



**Figure 13 :** Indices d'amertume des différents échantillons d'huiles.

\* les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ( $p < 0,05$ ),

\* les barres verticales représentent les écarts types.

D'après nos résultats représentés dans la figure 13, l'huile de la variété *Chemlal* s'avère être plus amère que les autres, elle enregistre l'indice d'amertume le plus élevé (0,388). Tandis que la variété *Iswal* donne une huile avec l'indice d'amertume le moins élevé, soit 0,300. Quant aux mélanges d'huile, c'est les échantillons *Chemlal-Azaradj* et *Azaradj-Iswal* qui donnent l'indice le plus et le moins élevé (0,756 et 0,445 respectivement).

Des différences significative ( $p < 0,05$ ) sont enregistrées entre les échantillons sauf entre la variété *Chemlal* et *Azaradj*, ainsi que entre le mélange *Chemlal-Iswal* et *Azaradj-Iswal*.

D'après ces résultats, on remarque que les intensités d'amertume des mélanges sont supérieures à l'intensité des variétés qui les composent.

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

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

**Conclusion**

## Conclusion

L'huile est la résultante d'une série d'interactions entre facteurs génétiques, environnementaux et technologiques qui marquent aussi bien la phase de développement et de maturation du fruit que sa transformation (Inglese, 1994).

Le travail réalisé nous a permis de voir l'effet variétal sur les caractères de qualité de l'huile d'olive à travers quelques caractéristiques physico-chimiques propres aux huiles de quelques variétés algériennes (*Chemlal*, *Azaradj*, *Iswal*).

En se référant aux résultats obtenus, on peut tirer les remarques suivantes :

- La différence en indice de maturation des trois variétés étudiées n'est pas due à l'époque de la récolte mais c'est à l'effet variétal ; la variété *Chemlal* présente un indice de maturation plus élevé (5,49).
- Concernant les pigments, ils sont également affectés par le facteur variétal ;
  - La variété *Azaradj* était plus pigmentée en chlorophylles (26,256 ppm) et la variété *Chemlal* contient seulement 12,861 ppm en ces pigments.
  - Pour les caroténoïdes totaux, inhibiteurs très efficaces de la photo-oxydation induite par les pigments chlorophylliens, la variété qui présente la valeur maximale est *Iswal* (9,134 ppm) et la valeur minimale est enregistrée chez *Chemlal* (3,285 ppm).
- La teneur en polyphénols dépend du cultivar. La variété *Chemlal* est la plus riche en ces composés, ce qui lui accorde une grande résistance aux ravageurs qui attaquent les fruits et une stabilité contre l'oxydation et l'hydrolyse des lipides de l'huile d'olive.
- En général, la réalisation des coupages a pour objectif d'équilibrer la composition chimique des mélanges et de remédier à certains défauts en vue d'une amélioration de la qualité des huiles.
- En ce qui concerne les coupages réalisés dans cette étude, nous avons noté que :
  - Le coupage entre *Azaradj* et *Iswal* a donné un mélange d'huile moins acide.
  - Concernant les pigments, le coupage entre *Chemlal* et *Iswal* a conduit à l'obtention d'une huile dont la teneur en chlorophylles et en caroténoïdes est intermédiaire.
  - Le coupage entre *Azaradj* et *Iswal* présente une teneur plus élevée en polyphénols totaux et en *ortho*-diphénols.

Pour une meilleure évaluation de la qualité des huiles et afin de compléter ce travail, il serait souhaitable de poursuivre notre étude par les analyses sensorielles, la

détermination de la composition en acides gras, l'identification des composés phénoliques par des méthodes plus performantes (HPLC, RMN), comme il est intéressant d'augmenter le nombre d'échantillons en réalisant des coupages avec d'autres variétés de même région ou des régions différentes et à différentes proportions.

# Références bibliographiques



## A

**Ait Yacine Z., Hilali S. et Serhrouchni M. 2001.** Etude de quelques paramètres déterminants de la date de récolte des olives dans le périmètre du Tadla. *Olivae*, 88 : 39-45.

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

**Ajana H., El Antari A. et Hafidi A. 1998.** Fatty acids and sterols evolution during the ripening of olives from the Moroccan Picholine cultivar. *Grasas y Aceites*, 49 (5-6): 405-410.

**Alba-Mendoza J. A. 1999.** Séparation des phases solide et liquide (Analyse des différentes méthodes). Séminaire international sur les innovations scientifiques et leurs applications en oléiculture et oleotechnique, Florence, 10, 11 et 12 mars 1999. Conseil Oléicole International, 1-20.

**Allalout A., Krichène D., Methenni K., Taamalli A., Oueslati I., Daoud D et Zarrouk M. 2009.** Characterization of virgin olive oil from super Intensive Spanish and Greek varieties grown in northern Tunisia. *Scientia Horticulturae*, 120:77-83.

**Amirante. 2006.** Advance technology in virgin olive oil production from traditional and de-stoned pastes: Influence of the introduction of a heat exchanger on oil quality. *Food Chemistry* 98(4): 797-805.

**Angerosa F. et Di Giovacchino L. 1996.** Natural antioxidants of virgin olive oil obtained by two and tri-phase centrifugal decanters. *Grasas y Aceites*, 47 (4): 247-254.

**Angerosa F., Mostallino R., Basti C. et Vito R. 2001.** Influence of malaxation temperature and time on the quality of virgin olive oils. *Food Chemistry*, 72: 19-28.

**Artajo Medina L.S. 2006.** Phenolic Compounds: Their Role During Olive Oil Extraction and in Flaxseed – Transfer and Antioxidant Function. Thèse doctorat Technologie des aliments. Pp : 21.

**Assmann G. et Wahrburg U. 2000.** Effets des composants mineurs de l'huile d'olive sur la santé. Institut de recherche sur l'athérosclérose, université de Mûnste, Allemagne : 1-8.

## B

**Baccouri O., Guerfel M., Baccouri B., Cerretani L., Bendini A., Lercker G., Zarrouk M. et Ben Miled D. D. 2008a.** Chemical composition and oxidative stability of Tunisian monovarietal virgin olive oils with regard to fruit ripening. *Food Chemistry*, 109:743-754.

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

**Baldioli M., Servili M., Perretti G. et Montedoro G. F. 1996.** Antioxydant activity of tocopherols and phenolic compounds of virgin olive oil. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 73 (11): 1589-1593.

**Beltran G., Paz Aguilera M., Del Rio C., Sanchez S. et Martinez L. 2005.** Influence of fruit ripening process on the natural antioxidant content of Hojiblanca virgin olive oils. *Food Chemistry*, 89: 207–215.

**Bendini A., Cerretani L., Carrasco-Pancorbo A., Gomez-Caravaca A.M., Segura Carretero A., Fernandez-Gutiérrez A. et 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: 1679-1719.

**Ben Tekaya I. et Hassouna M. 2005.** Étude de la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge extra tunisienne au cours de son stockage. *Oléagineux Corps gras Lipides*, 12 (5-6) : 447-453.

**Benyahia N. et Zein K. 2003.** Analyse des problèmes de l'industrie de l'huile d'olive et solutions récemment développées. contribution spéciale de sustainable Business (Suisse) : 1-8.

**Berra B. 1998.** Les composants mineurs de l'huile d'olive : aspects biochimiques et nutritionnels. *Olivae*, 73: 29-30.

**Bester E., Butinar B., Bucar-Miklavcic M. et Golob T. 2008.** Chemical changes in extra virgin olive oils from Slovenian Istra after thermal treatment. *Food Chemistry*, 108: 446–454.

**Bianchi G. 2003.** Lipids and phenols in table olives. *European Journal of Lipids and Science Technology*, 105: 229-242.

**Brenes M., Garcia A., Garcia P., Rios J.J. et Garrido A. 1999.** Phenolic Compounds in Spanish Olive Oils. *Journal of Agricultural Food Chemistry*, 47: 3535-3539.

## C

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

**Caruso D., Colombo R., Patelli R., Giavarini F et Galli G. 2000.** Rapid Evaluation of Phenolic Component Profile and Analysis of Oleuropein Aglycon in Olive Oil by Atmospheric Pressure Chemical Ionization-Mass Spectrometry (APCI-MS). *Journal of Agricultural Food Chemistry*, 48: 1182-1185.

**Çavusoglu A. et Oktar A. 1994.** Les effets des facteurs agronomiques et des conditions de stockage avant la mouture sur la qualité de l'huile d'olive. *Olivae*, 52 :18-24.

**Chimi H. 2001.** Qualité des huiles d'olive au Maroc. Transfert de Technologie en Agriculture. Bulletin Mensuel d'Information et de Liaison du Programme National de Transfert de Technologie en Agriculture, 79: 1-4.

**Chimi H. 2006.** Technologies d'extraction de l'huile d'olive et gestion de sa qualité. Bulletin Mensuel d'Information et de Liaison du Programme National de Transfert de Technologie en Agriculture, 141 : 1-4.

**Christopoulou E., Lazaraki M. et Alexiou F. 1995.** La qualité de l'huile d'olive vierge grecque : critères chimiques et organoleptiques. *Olivae*, 56: 54-59.

**Cichelli A. et Pertesana G. P. 2004.** High-performance liquid chromatographic analysis of chlorophylls, pheophytins and carotenoids in virgin olive oil: chemometric approach to variety classification. *Journal of Chromatography*, 1046:141-146.

**Cololmer R. et Menéndez J.A. 2006.** Mediterranean diet, olive oil and cancer. *Clin Transl Oncol*, 8 (1):15-21.

**Cortesi N., Rovellini P. et Fedeli E. 2000a.** Cultivars, technologie et qualité des huiles d'olive. *Olivae*, 81: 26-35.

**Cortesi N., Fiorino P. et Ponzetti A. 2000b.** La composition de l'huile d'olive : rapport entre cultivar et systèmes d'extraction. *Olivae*, 81: 36-38.

**Criado M.N., Motilva M.J., Goni M. et Romero M.P. 2007.** Comparative study of the effect of the maturation process of the olive fruit on the chlorophyll and carotenoid fractions of drupes and virgin oils from Arbequina and Farga cultivars. *Food Chemistry*, 100: 748–755.

**Cossentini M. et Khlif M. 1997.** Etude physico-chimique de l'effet de la lumière sur l'huile d'olive extraite par super-pressé et chaîne continue. *Revue ezzaitouna* 3 (1 et 2) : 15-25.

## D

**De Stefano G., Piacquadio P., Servili M., Di Giovacchino L. et Sciancalepore V. 1999.** Effect of extraction systems on the phenolic composition of virgin olive oils. *Fett/Lipid*, 101 (9): 328-332.

**Del Caro A., Vacca V., Poiana M., Fenu P. et Piga A. 2006.** Influence of technology, storage and exposure on components of extra virgin olive oil (Bosana cv) from whole and destined fruits. *Food Chemistry*, 98: 311–316.

**Delplanque B., Jusselin I., Le Roy B. et Motta C. 1999.** Intérêt nutritionnel des huiles d'olive. *Oléagineux Corps gras Lipides*, 6 (1) : 86-89.

**Dhifi W., Angerosa F., Serraiocco A., Oumar I., Hamrouni I. et Marzouk B. 2005.** Virgin olive oil aroma: Characterization of some Tunisian cultivars. *Food Chemistry*, 93: 697-701.

**Dhifi W., Ben Khedher M., Elyes Kechouk M. et Marzouk B. 2006.** Etude qualitative et quantitative des arômes et des polyphénols de quelques huiles d'olive de Tunisie. *Olivae*, 105 : 36-40.

**Di Giovacchino L. 1991.** L'extraction de l'huile des olives par les systèmes de la pression, de la centrifugation et de la percolation : incidence des techniques d'extraction sur les rendements en huile. *Olivae*, 21 (10) : 15-37.

**Di Giovacchino L. 1999.** La technologie d'élaboration de l'huile d'olive vierge : Opérations préliminaires en huilerie et préparation de la pâte d'olives. Séminaire international sur les innovations scientifiques et leurs applications en oléiculture et oleotechnique. Florence, 10, 11 et 12 mars 1999. Conseil Oléicole International, 1-39.

**Dugo G., Lo Turco V., Pollicino D., Mavrogeni E. et Pipitone F. 2004.** Caractérisation d'huiles d'olive vierges siciliennes. Variation qualitative des huiles des fruits des cultivars « *Biancolilla* , *Nocellara del Belice* , *Cerasuola* , *Tonda Iblea* et *Crastu* » en fonction des techniques et de l'époque de récolte des olives. *Olivae*, 101 : 44-52.

## **E**

**El Antari A., Hilal A., Boulouha. et El Moudni A. 2000.** Etude de l'influence de la variété, de l'environnement et des techniques culturales sur les caractéristiques des fruits et la composition chimique de l'huile d'olive vierge extra au Maroc. *Olivae*, 80 : 29-36.

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

**El Antari A., El Moudni A. et Ajana H. 2003b.** Evolution comparative de la qualité et de la composition acide de l'huile d'olive chez quelques variétés méditerranéennes cultivées au Maroc. *Olivae*, 95 : 26-31.

## **F**

**Favier A. 2003.** Le stress oxydant : Intérêt conceptuel et expérimental dans la compréhension des mécanismes des maladies et potentiel thérapeutique. Mécanismes biochimiques. L'actualité chimique, 108-115.

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

**Fedeli E. 1997.** Technologie de production et de conservation de l'huile. In : Encyclopédie mondiale de l'olivier. Ed. Plaza et Janes, pp. 253-273.

**Fedeli E. 1999.** Qualité (stockage, conservation et conditionnement de l'huile), réglementation et contrôle. Séminaire international sur les innovations scientifiques et leurs applications en oléiculture et oleotechnique. Florence, 10, 11 et 12 mars 1999. Conseil Oleicole International, 1-20.

## **G**

**Gandul-Rojas B. et Minguez-Mosquera I. 1996.** Chlorophyllase activity in olive fruits and its relationship with the loss of chlorophyll pigments in the fruits and oils. *Journal of Science and Food Agriculture*, 72: 291-294.

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

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

**Giuffrida D., Salvo F., Salvo A., Pera L.L. et Dugo G. 2006.** Pigments composition in monovarietal virgin olive oils from various Sicilian olive varieties. *Food Chemistry*, doi: 10.1016/j.foodchem.2006.12.030.

**Gomez-Caravaca A.M., Cerretani L., Bendini A., Seguera-Carretero A., Fernandez-Gutierry A., Del Carlo M., Compagnone D. et Cechelli A. 2008.** Effect of fly attack (*Bactrocera oleae*) on the phenolic profile and selected chemical parameters of olive oil. *Journal of Agricultural Food Chemistry*, 56: 4577- 4583.

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

## H

**Hennebelle T., Sahpaz S. et Bailleul F. 2004.** Polyphénols végétaux, sources, utilisations et potentiel dans la lutte contre le stress oxydatif. *Phytothérapie*. 1: 2-5.

**Huang C.L. et Sumpio B.E. 2008.** Olive oil, the Mediterranean Diet, and Cardiovascular Health. *America College of Surgeons*, 207(3): 407-416

**Harwood J.L. et Aparicio R.2000.** Handbook of olive oil. Analysis and properties. Gaithersburg. Aspen publications : 1-56.

## I

**Iibert H. 2005.** Produit de terroir méditerranéens : condition d'émergences, d'efficacité et modes de gouvernance (ptm : CEE et MG). Edition: CIHEAM-IAMM, FEM (22-35):2-281.

**Inglese P.1994.** L'influence de la variété sur les caractéristiques qualitatives de l'huile d'olive. *Olivae*, 54 : 42-47.

## J

**Jacotot B., Lasserre M., Osteva O., Baudet M.F. et Dachet C. 1985.** corps gras alimentaires et prévention des maladies vasculaires. Etude chez le sujet sain. *Revue Française des Corps Gras*, 85 (2) : 11-16.

**Jahouach-Rabai W., Trabelsi M., Van Hoed V., Adams A., Verhé R., De Kimpe N. et Frikha M.H. 2008.** Influence of bleaching by ultrasound on fatty acids and minor compounds of olive oil. Qualitative and quantitative analysis of volatile compounds (by SPME coupled to GC/MS). *Ultrasonics Sonochemistry*, 15 (4): 590-597.

## K

**Kafatos A.G. 1995.** La consommation d'huile en Crète : Une des principales caractéristiques du régime alimentaire méditerranéen- crétois. *Olivae*, 56 : 22-24.

**Keceli T. et Gordon M.H. 2001.** The antioxidant activity and stability of the phenolic fraction of green olives and extra virgin olive oil. *Journal of Science and Food Agriculture*, 81: 1391-1396.

**Krichene D., Allalout A., Moncebo-campos V., Salvador M. D., Zarrouk M. et Fregapane G. 2010.** Stability of virgin olive oil and behavior of its natural antioxidants under medium temperature accelerated storage conditions. *Food Chemistry*, 121: 171-177.

**Kiritsakis A. et Osman M. 1995.** Effets du carotène et de l' $\alpha$ - tocophérol sur la stabilité photo- oxydative de l'huile d'olive. *Olivae*, 56 : 25-28.

**Kiritsakis A.K. 1998.** Flavor Components of Olive Oil. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 75 (6): 673-681.

**Koechlin-Ramonatxo C. 2006.** Oxygène, stress oxydant et suppléments antioxydants ou un aspect différent de la nutrition dans les maladies respiratoires. *Nutrition Clinique et Métabolisme*, 20: 165-177.

**Koutsaftakis A. et Stefanoudakis E. 1995.** L'extraction de l'huile d'olive par un décanteur à deux phases : résultats obtenus. *Olivae*, 56 : 44-47.

## L

**Laurent A. et Barnouin A. 2000.** L'olive. Ed. Minevra, 140p.

**Lerma-Garcia M.J., Herrero-Martinez J.M., Ramis-Ramos G. et Simo-Alfonso. 2008.** evaluation of the quality of olive oil using fatty acid profiles by direct infusion electrospray ionization mass spectrometry. *Food Chemistry*, 107: 1307-1313.

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

**Lesage-Messen L., Navarro D., Maunier S., Sigoillot J-C., Lorquin J., Delattre M., Simon J-L., Asther M. et Labat M. 2001.** Simple phenolic content in olive oil residues as a function of extraction systems. *Food Chemistry*, 75: 501-507.

**Luna G., Morales M.T. et Aparicio R. 2006.** Characterisation of 39 varietal virgin olive oils by their volatile compositions. *Food chemistry*, 98: 243-252.

## **M**

**Manach C., Scalbert A., Morand C., Rémésy C. et Jiménez L. 2004.** Polyphenols: food sources and bioavailability. *American Journal of Clinical Nutrition*, 79 (5): 727-747.

**Mariani C. et Fedeli E. 1993.** La chromatographie en phase gazeuse pour l'analyse de l'huile d'olive. *Olivae*, 45: 34-39.

**Matos L.C., Cunha S.C., Amaral J.S., Pereira J.A., Andrade P.B., Seabra R.M. et Oliveira B.P. 2007a.** Chemometric characterization of three varietal olive oils (Cvs. *Cobrançosa*, *Madural* and *Verdeal Transmontana*) extracted from olives with different maturation indices. *Food Chemistry*, 102: 406-414.

**Matos L.C., Pereira J.A., Andrade P.B., Seabra R. M. et Oliveira M.B.P. 2007b.** Evaluation of a numerical method to predict the polyphenols content in monovarietal olive oils. *Food Chemistry*, 102: 976-983.

**Medina E., De Castro A., Romero C. et Brenes M. 2006.** Comparison of the Concentrations of Phenolic Compounds in Olive Oils and Other Plant Oils: Correlation with Antimicrobial Activity. *Journal of Agricultural Food Chemistry*, 54: 4954-4961.

**Miliauskas G., Venskutonis P.R. et Van Beek T.A. 2004.** Screening of radical scavenging activity of some medicinal and aromatic plant extracts. *Food Chemistry*, 85: 231-237.

**Minguez-Mosquera M.I., Gandul-Rojas B., Garrido-Fernandez J., et Gallardo- Guerrero L. 1990.** Pigments present in virgin olive oil. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 67 (3):192-196.

**Moffarts B., Kirschvink N., Pincemail J. et Lekeux P. 2005.** Impact physiologique et pathologique du stress oxydant chez le cheval. *Annal de Médecine Vétérinaire*, 149:1-9.

**Montedoro G., Servili M., Baldioli M., Selvaggini R., Miniati E. et Macchioni A. 1993.** Simple and Hydrolyzable Compounds in Virgin Olive Oil. 3. Spectroscopic Characterizations of the Secoiridoid Derivatives. *Journal of Agricultural Food Chemistry*, 41: 2228-2234.

**Monti S.M., Ritieni A., Sacchi R., Skog K., Borgen E. et Fogliano V. 2001.** Characterization of Phenolic Compounds in Virgin Olive Oil and Their Effect on the Formation of Carcinogenic/Mutagenic Heterocyclic Amines in a Model System. *Journal of Agricultural Food Chemistry*, 49: 3969-3975.

**Morales M.T., Luna G. et Aparicio R. 2005.** Comparative study of virgin olive oil sensory defects. *Food Chemistry*, 91: 293-301.

**Mordret F.1999.** Évolution des critères de qualité des huiles d'olive verges. *Oléagineux Corps gras Lipides*, 6 (1): 69-75.

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

## N

**Naudet M. 1992.** Acides gras. In : Manuel des corps gras. Lavoisier, ed. Technique et Documents, pp.65-78.

**Nissiotis M. et Tasioula-Margari M. 2002.** Changes in antioxidant concentration of virgin olive oil during thermal oxidation. *Food Chemistry*, 77: 371–376.

## O

**Ocakoglu D., Tokatli F., Ozen B. et Korel F. 2009.** Distribution of simple phenols, phenolic acids and flavonoids in Turkish monovarietal extra virgin olive oils for two harvest years. *Food Chemistry*, 113: 401–410

**Oliveras-Lopez M.J., Innocenti M., Giaccherini C., Ieri F., Romani A. et Mulinac N. 2007.** Study of the phenolic composition of spanish and italian monocultivar extra virgin olive oils: Distribution of lignans, secoiridoidic, simple phenols and flavonoids. *Talanta*, 73: 726–732.

**Ollivier D., Boubault E., Pinatel C., Souillol S., Guérère M. et Artaud J. 2004.** Analyse de la fraction phénolique des huiles d'olive vierges. Annales des falsifications, de l'expertise chimique et toxicologique, 2ème Semestre, 965:169-196.

**Ouaouich A. et Chimi H. 2007.** Guide du producteur de l'huile d'olive. Projet de développement du petit entrepreneuriat agro-industriel dans les zones périurbaines et rurales des régions prioritaires avec un accent sur les femmes au Maroc, Vienne. p 8.

**Owen R.W., Haubner R., Mier W., Giacosa A., Hull W.E., Spiegelhalder B. et Bartsch H. 2003.** Isolation, structure elucidation and antioxidant potential of the major phenolic and flavonoid compounds in brined olive drupes. *Food and Chemical Toxicology*, 41:703–717.

## P

**Pardo J.E., Cuesta M.A. et Alvarruiz A. 2007.** Evaluation of potential and real quality of virgin olive oil from the designation of origin “Aceite Campo de Montiel”(Ciudad Real, Spain). *Food Chemistry*, 100: 977–984.

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

**Perrin J.L. 1992.** Les composés mineurs et les antioxygènes naturels de l'olive et de son huile. Etude et recherche, 4 : 25-31.



**Phillips K.M., Ruggio D. M., Toivo J. I., Swank M. A. et Simpkins A.H. 2002.** Free and Esterified Sterol Composition of Edible Oils and Fats. *Journal of Food Composition and Analysis*, 15:123–142.

**Pincemail J., Bonjean K., Cayeux K. et Defraigne J.O. 2002.** Mécanismes physiologiques de la défense antioxydante. Physiological action of antioxidant defences. Nutrition et Stress Oxydant. *Nutrition Clinique et Métabolisme*, 16: 233–239.

**Pinelli P., Galardi C., Mulinacci N., Vincieri F.F., Cimato A. et Romani A. 2003.** Minor polar compound and fatty acid analyses in monocultivar virgin olive oils from Tuscany. *Food Chemistry*, 80: 331–336.

**Poisson J.P. et Norce M. 2003.** Corps gras alimentaires: Aspects chimiques, biochimiques et nutritionnels. In. Lipides et corps gras alimentaires. Ed. Technique et Documents, 1-50.

**Pokorny J., Kalinova L. et Dysseler P. 1995.** Determination of chlorophyll pigments in crude vegetable oils. *Pure and Applied Chemistry*, 67 (10): 1781-1787.

## Q

**Quiles J.L., Ramirez-Tortosa M C., Gomez J. A., Huertas J. R. et Mataix J. 2002.** Role of vitamin E and phenolic compounds in the antioxidant capacity, measured by ESR, of virgin olive, olive and sunflower oils after frying. *Food Chemistry*, 76: 461–468.

**Quiles J. L., Ramirez-Tortosa M.C. et Yaqoob P. 2006.** Olive oil health. CABI publishing 1 57.

## R

**Rahmani M. et Saari Csallany A. 2000.** Etude de stabilité des huiles d'olive vierge marocaines. *Olivae*, 82 : 37-40.

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

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

**Runcio A., Sorgona L., Mincione A., Santacaterina S. et Poiana M. 2008.** Volatile compounds of virgin olive oil obtained from Italian cultivars grown in Calabria. Effect of processing methods, cultivar, stone removal, and antracnose attack. *Food Chemistry*, 106: 735–740.

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

## S

**Salas J.J., Sanchez J., Ramli U.S., Manaf A.M., Williams M. et Harwood J.L. 2000.** Biochemistry of lipid metabolism in olive and other oil fruits. *Progress in Lipid Research* 39: 151-180.

**Salvador M.D., Aranda F., Gomez-Alonso S. et Fregapane G. 2000.** Quality characteristics of cornicabra virgin olive oil. *Oil Chemistry* 1: 31-38.

**Salvador M.D., Aranda F. et Fregapane G. 2001.** Influence of fruit ripening on 'Cornicabra' virgin olive oil quality: A study of four successive crop seasons. *Food Chemistry*, 73: 45-53.

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

**Samaniego-Sanchez C., Troncoso Gonzalez A.M., Garcia-Parrilla M.C., Quesada Granados J.J., L'opez Garcia de la Serrana H. et Lopez Martinez M.C. 2007.** Different radical scavenging tests in virgin olive oil and their relation to the total phenol content. *Analytica Chimica Acta*, 593:103–107.

**Sanchez Casas J.J., De Miguel Gordillo C. et Marin Exposito J. 1999.** La qualité de l'huile d'olive provenant de variétés cultivées en Estrémadure en fonction de la composition et de la maturation de l'olive. *Olivae*, 75 : 31-36.

**Schwartz H., Ollilainen V., Piironen V. et Lampi A M. 2008.** Tocopherol, tocotrienol and plant sterol contents of vegetable oils and industrial fats. *Journal of Food Composition and Analysis*, 21:152–161.

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

**Sihadj A. 2006.** L'huile d'olive algérienne cherche sa voie. Olive 101. pp : 2.

**Soulier J. et Fariune M. 1992.** L'insaponifiable. In : Manuel des corps gras. Lavoisier, Ed. *Technique et Documents*, pp.95-112.

## T

**Tamendjari A., Bellal M.M. Laribi R. et Angerosa F. 2004.** Impact de l'attaque de *Bactrocera oleae* et du stockage des olives de la variété *Chemlal* sur la qualité de l'huile. *La Rivista Italiana delle Sostanze Grass*, 81: 23-27.

**Tanouti K., Elamrani A., Serghini-Caid H., khalid A., Bahetta Y., Benali A., Harkous M. et Khiar M.2010.** Caractérisation d'huiles d'olive produites dans des coopératives pilotes

(lakrama et kenine) au niveau du Maroc oriental. *Les technologies de laboratoire*. 5(18) : 18-26.

**Tanouti K., Serghini-Caid H., Chaieb E., Benali A., Harkous M. et Elamrani A. 2011.** Amélioration qualitative d'huiles d'olive produites dans le Maroc oriental. *Les technologies de laboratoire*. 6 (22): 1-12.

**Tovar M.J., Paz Romero M., Girona J. et Motilva M.J. 2002.** L-Phénylalanine ammonia-lyase activity and concentration of phenolics in developing olive (*Olea europaea* L cv *Arbequina*) fruit grown under different irrigation regimes. *Journal of Science of Food and Agriculture*, 82: 892-898.

**Tura D., Gigliotti C., Pedo S., Failla O., Bassi D. et Serraiocco A. 2007.** Influence of cultivar and site of cultivation on levels of lipophilic and hydrophilic antioxidants in virgin olive oils (*Olea europaea* L.) and correlations with oxidative stability. *Scientia Horticulturae*, 112 : 108–119.

## U

**Uzzan A. 1992.** Olive et huile d'olive. In : Manuel des corps gras. Lavoisier, Ed. Technique et Documents, pp. 221-229.

**Uzzan A. 1994.** Huile d'olive. In : manuel des corps gras. Lavoisier, Ed. Technique et Documents, pp. 763-766.

## V

**Veillet S. 2010.** Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : Entre Tradition et Innovation. Thèse présentée pour obtenir le grade de Docteur en Sciences, Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse. Thèse de doctorat. 3-42.

**Vinha A.F., Ferreres F., Silva B.M., Valentao P., Alves A.G., Pereira J.A., Oliveira M.B., Seabra R.M., et Andrade P.B. 2005.** Phenolic profiles of Portuguese olive fruits (*Olea europaea* L.). Influences of cultivar and geographical origin. *Food Chemistry*, 89: 561-568.

**Visioli F., Poli A. et Galli C. 2002.** Antioxidant and other biological activities of phenols from olives and olive oil. *Medicinal Research Reviews*, 22 (1): 65-75.

## Z

**Zanoni B., Bertuccioli M., Rovellini P. et Marotta F. 2005.** A preliminary approach to predictive modelling of extra virgin olive oil stability. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 85: 1492-1498.

**Zarrouk M., Marzouk B., Ben Miled Daoud D. et Chérif A. 1996.** Accumulation de la matière grasse de l'olive et l'effet du sel sur sa composition. *Olivae*, 61 : 41-45.

**Zarrouk W., Haddada F.M., Baccouri B., Oueslati I., Taamalli W., Fernandez Z., Lizzani-Cuvelier L., Daoud D. et Zarrouk M. 2008.** Characterization of virgin olive oil from Southern Tunisia. *European Journal of Lipids Science and Technology*, 110: 81–88.

**Zunin P., Boggia R., Lanteri S., Leardi R., De Androis R. et Evangelisti F. 2004.** Direct thermal extraction and gas chromatographic- mass spectrometric determination of volatile compounds of extra-virgin olive oils. *Journal of chromatography*, 1023: 271-276.

### **Normes et textes règlementaires**

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

**C.O.I. 1996.** Analyse spectrophotométrique dans l'Ultraviolet. Conseil Oléicole International/ T20/Doc 19 juin 1996, Madrid. Espagne.

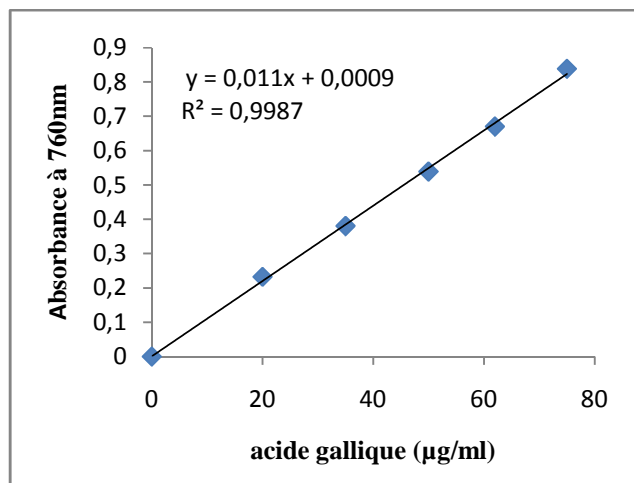
**C.O.I. 2003.** Classification des huiles d'olive. Normes internationales applicables à l'huile d'olive et à l'huile de grignon d'olive. Conseil Oléicole International.

**C.O.I. 2010.** Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. Conseil Oléicole International / T.15/NC n° 3/Rév. 5, Novembre 2010.

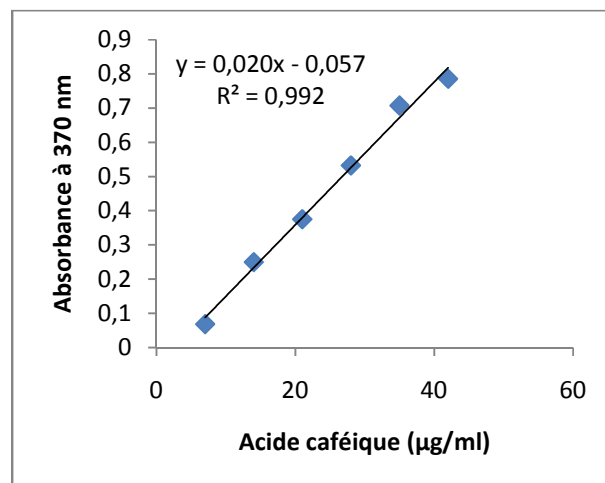
### **Sites numériques :**

**Anonyme 1.2011.** 14<sup>ème</sup> fête de l'huile d'olive à Akbou.

# **Annexes**



(a)



(b)

**Figure 1** : Courbes d'étalonnage pour le dosage des composés phénoliques (a), des *Ortho*-diphénols (b).

**Tableau III** : Résultats des différents échantillons d'huiles avec leur écart type ainsi que leur analyse statistique.

Echantillons	Résultat	Ecart type	Analyse statistique
<b>1- Indice de maturité</b>			
<i>Chemlal</i>	5,49	0,13	a
<i>Azaradj</i>	4,02	0,14	b
<i>Iswal</i>	2,71	0,19	c
<b>2- Humidité des fruits</b>			
<i>Chemlal</i>	52,43	0,21	b
<i>Azaradj</i>	55,70	0,25	a
<i>Iswal</i>	47,32	0,75	c
<b>3- Acidité</b>			
<i>Chemlal</i>	0,09	0,03	d
<i>Azaradj</i>	0,24	0,03	c
<i>Iswal</i>	0,35	0,03	b
<i>Chemlal- Azaradj</i>	0,47	0	a
<i>Chemlal- Iswal</i>	0,47	0,005	a
<i>Azaradj- Iswal</i>	0,15	0,10	c
<b>4- Indice de peroxyde</b>			
<i>Chemlal</i>	5,33	1,44	d
<i>Azaradj</i>	9,33	0,28	bc
<i>Iswal</i>	8,83	1,25	c
<i>Chemlal- Azaradj</i>	11,39	1,85	b
<i>Chemlal- Iswal</i>	24,87	0,12	a
<i>Azaradj- Iswal</i>	23,25	1,80	a
<b>5- Absorbance dans l'UV à 232 nm</b>			
<i>Chemlal</i>	0,18	0,001	d
<i>Azaradj</i>	0,18	0,011	d
<i>Iswal</i>	0,20	0,001	d
<i>Chemlal- Azaradj</i>	2,57	0,120	c
<i>Chemlal- Iswal</i>	2,80	0,024	b
<i>Azaradj- Iswal</i>	2,97	0,025	a
<b>6- Absorbance dans l'UV à 270 nm</b>			
<i>Chemlal</i>	0,09	0,00	c
<i>Azaradj</i>	0,09	0,01	c
<i>Iswal</i>	0,09	0,00	c
<i>Chemlal- Azaradj</i>	0,16	0,01	b
<i>Chemlal- Iswal</i>	0,08	0,01	c
<i>Azaradj- Iswal</i>	0,23	0,03	a
<b>7- Teneurs en chlorophylles</b>			
<i>Chemlal</i>	12,86	6,64	bc
<i>Azaradj</i>	26,25	8,43	a
<i>Iswal</i>	19,00	5,05	ab
<i>Chemlal- Azaradj</i>	1,56	0,38	d
<i>Chemlal- Iswal</i>	18,60	2,12	ab
<i>Azaradj- Iswal</i>	7,74	0,16	cd

<b>8- Teneurs en caroténoïdes</b>			
<i>Chemlal</i>	3,28	0,60	d
<i>Azaradj</i>	4,68	0,81	c
<i>Iswal</i>	9,13	0,28	a
<i>Chemlal- Azaradj</i>	0,97	0,19	e
<i>Chemlal- Iswal</i>	6,88	0,72	b
<i>Azaradj- Iswal</i>	2,51	0,04	d
<b>9- Les polyphénols totaux</b>			
<i>Chemlal</i>	236,114	9,08	b
<i>Azaradj</i>	192,969	24,92	c
<i>Iswal</i>	124,121	14,55	d
<i>Chemlal- Azaradj</i>	263,181	19,20	ab
<i>Chemlal- Iswal</i>	169,239	16,52	c
<i>Azaradj- Iswal</i>	267,393	14,56	a
<b>10- Les ortho-diphénols</b>			
<i>Chemlal</i>	44,4	1,74	bc
<i>Azaradj</i>	41,86	6,41	bc
<i>Iswal</i>	49,73	7,90	ab
<i>Chemlal- Azaradj</i>	43,06	4,00	bc
<i>Chemlal- Iswal</i>	39,33	3,00	c
<i>Azaradj- Iswal</i>	54,93	3,05	ab
<b>11- Indice d'amertume</b>			
<i>Chemlal</i>	0,38	0,002	c
<i>Azaradj</i>	0,35	0,001	c
<i>Iswal</i>	0,30	0,01	d
<i>Chemlal- Azaradj</i>	0,75	0,05	a
<i>Chemlal- Iswal</i>	0,48	0,01	b
<i>Azaradj- Iswal</i>	0,44	0,02	b



# **Glossaire**

## **Glossaires**

- ❖ **Alzheimer** : Maladie neurodégénérative du tissu cérébral qui entraîne la perte progressive et irréversible des fonctions mentales.
  
- ❖ **Athérosclérose** : Perte d'élasticité des artères dus à la sclérose provoquée par l'accumulation des corps gras, essentiellement le cholestérol LDL, au niveau d'une des trois tuniques constituant la paroi des gros et moyens artères (l'intima), ce dépôt se traduit par la formation d'une plaque jaunâtre, qui se nome « l'athérome ».
  
- ❖ **Cardiovasculaire** : Relatif au coeur et aux vaisseaux sanguins.
  
- ❖ **Cataracte** : Affection des yeux due au développement d'opacité sur le cristallin.
  
- ❖ **Cholestérol HDL** : Appelé "bon cholestérol", est une lipoprotéine qui ramène le cholestérol au foie.
  
- ❖ **Cholestérol LDL** : Appelé "mauvais cholestérol", est une lipoprotéine qui amène le cholestérol aux tissus.
  
- ❖ **Neuro-dégénératives** : Sous groupe de maladies dégénératives (dans lesquelles un ou plusieurs organes sont progressivement dégradés), qui affecte le fonctionnement du cerveau ou plus généralement le système nerveux.
  
- ❖ **Parkinson** : Maladie neurologique chronique affectant le système nerveux central responsable de troubles essentiellement moteurs d'évolution progressive.
  
- ❖ **Stress oxydant** : Situation où la cellule ne contrôle plus la présence excessive de radicaux oxygénés toxiques.

## Résumé

Ce présent travail a été entrepris dans le but d'évaluer la qualité physico-chimique de trois variétés d'huile d'olive (*Chemlal*, *Azarad* et *Iswal*) récolté à Ighil Ali (Akbou), ainsi que de réaliser des coupages entre ces différentes variétés. D'après les résultats obtenus, pour les indices de qualité, en se référant aux normes établies par le Conseil Oléicole International (2003 et 2010), nous pouvons classer nos échantillons dans la catégorie d'huile d'olive extra vierge. Les teneurs en pigments, en composés phénoliques totaux et en *ortho*-diphénols de ces échantillons sont fortement influencées, notamment, par le cultivar et le stade de maturité des olives, dont la variété *Azaradj* se distingue des autres variétés par sa richesse en chlorophylles, la variété *Iswal* est la plus riche en caroténoïdes et la variété *Chemlal* est la plus riche en composés phénoliques, contrairement à la variété *Iswal* qui révèle la plus faible teneur en ces substances et la plus riche en *ortho*-diphénols. Concernant les mélanges, en effet, l'échantillon *Azaradj-Iswal* donne une quantité importante en polyphénols par rapport aux autres, toutefois, la teneur la plus élevée en *ortho*-diphénols et enregistrée par l'échantillon issu de coupage entre *Azaradj-Iswal*. Néanmoins, ce travail reste inachevé d'où la nécessité de le compléter par d'autres études à différents niveaux.

**Mots clés :** Huile d'olive, qualité, variétés, coupage d'huile.

## ABSTRACT

This present work was undertaken with an aim of evaluating the physicochemical quality of three varieties of olive oils (*Chemlal*, *Azarad* and *Iswal*) collected in Ighil Ali (Akbou), like carrying out cutting between these different varieties. According to the results obtained, for the indices of quality, while referring to the standards established by the International Olive Oil Council (2003 and 2010), we can classify our samples in the category of extra virgin olive oil. The contents of pigments, total phenolic compounds and *ortho*-diphenols of these samples are strongly influenced, in particular, in the cultivar and the stage of maturity of the olives, of which *Azaradj* variety is richest in chlorophylls, the *Iswal* variety is richest in caroténoïdes and the *Chemlal* variety is richest in phenolic compounds, contrary to the *Iswal* variety which reveals the lowest content of these substances and richest in *ortho*-diphenols. Concerning the mixtures, indeed, the *Azaradj-Iswal* sample gives a significant quantity out of polyphenols compared to the others, however the highest content *ortho*-diphenols is recorded by the sample resulting from cutting between the *Azaradj-Iswal*. Nevertheless this work remains unfinished from where need for supplementing it by other studies at various levels.

**Keywords:** Olive oil, quality, varieties and oil cutting.