

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de L'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Mouloud MAMMERRI de TIZI-OUZOU

Faculté des Sciences Biologiques et des Sciences Agronomiques

Département des sciences biologiques



MEMOIRE DE FIN D'ETUDES



En vue de l'obtention du

Diplôme du Master académique en biologie

Option : Oléiculture et Oléotechnie

Thème

Étude comparative des caractéristiques physico-chimique des deux variétés d'huile d'olive Azeradj et Chemlal dans deux régions de la wilaya de tizi- ouzou

Réalisé par :

ARARBI Samira

Et

RAHMANI Ghenima

Président : M^r DOUFEN. H

Professeur à 'U.M.M.T.O.

Promoteur : M^r KOURABA. K

M.C.B à l'U.M.M.T.O.

Examinatrices : M^{me} BENTYEB.S

M.A.B à l'U.M.M.T.O.

M^{me} KOURABA. F

Chargée de cours à l'UMMTO

2016 /2017

Remerciements

Dieu merci pour pouvoir achever ce modeste travail.

Les travaux présentés dans ce mémoire ont été réalisés au sein du deux laboratoires de physico-chimie commun I et II de l'université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.

Nous tenons à remercier :

☞ Monsieur le docteur KOURABA K, maitre de conférences a l'UMMTO pour avoir dirigé ce travail ainsi que pour ses conseils et son aide précieux.

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

* M^f DOUFEN. H, d'avoir accepté de présider le jury

* M^{me} KOURABA. F, Chargée de cours à l'UMMTO

* M^{me} BENTYEB.S M.A.A à l'U.M.M.T.O.

☞ A l'I.T.A.F.V de Bejaia pour nous avoir ouvert leur porte et de nous avoir permit de faire notre échantillonnage.

☞ A l'I.T.A.F de Boufarik pour leur aide de réalise certain analyse chimique.

Nous tenons à exprimer toute notre gratitude aux responsables de l'ENSAEL-HARRACH –ALGER de nous avoir bien reçu et mis tous les moyens à notre disposition,.

Nous remercions également toutes les personnes du laboratoire commun I et II d'UMMTO.

Nous remercions également à tous les enseignants du département des Sciences Biologiques et Agronomiques

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

Dédicaces

A mes chers parents

*En témoignage de ma connaissance pour leur patience, leur sacrifices et leur
Soutien tout au long de mes études. que dieu leurs prête sante.*



A mon cher frère Amine

A mes très chères sœurs.



A toute ma grande famille: oncle, cousin, cousine. Tantes.

A tous mes ami(e)s

*Mes spéciales dédicaces pour mon binôme (très chère amie) Ghenima et toute
sa famille*



A tous ceux qui nous ont aidés pour la réalisation de ce travail.



A toute la promotion: Oleiculture 2016/2017.

A tous mes enseignants depuis le prémaire jusqu'à mon cursus universitaire.



*Que Dieu le tout puissant vous procure continuellement santé, bonheur et
tranquillité.*

Samira

Dédicaces

*A ceux qui m'ont donné sans rien en retour,
A ceux qui m'ont encouragé et soutenu dans mes moments les plus difficiles,
Et ceux à qui je dois tant.*



*A mes chers parents pour leur amour et leur support continu,
Je vous dois tous mes succès, tous mes bonheurs et toutes mes joies.
Je suis très heureuse et fière de votre présence à mes côtés.*



*A mes chers frères,
A mes très chères sœurs et à mes beaux-frères.
A mes adorables nièces et neveu.*



*A toute ma famille,
A tous mes enseignants du primaire, du secondaire et du supérieur,
A tous mes ami(e)s
(Nina, Dalila, Lylia, Dihia, Samia, Lydia, Zakia, Nina, Meriem, maleha...)
Mes spéciales dédicaces pour mon binôme (très chère amie) Samira et toute sa
famille*



A mes camarades de spécialité oléiculture et oléotechnie



*Que Dieu le tout puissant vous procure continuellement santé, bonheur et
tranquillité.*

Ghenima

Liste des abréviations

°C : Degré Celsius.

C.O.I : Conseil Oléicole International.

CEE : Communauté Économique Européenne.

DSA : direction des services agricoles.

Ha: Hectares.

HDL: Hight Density Lipoprotéin.

I.T.A.F.V : Institue Technique D'arboriculture Fruitière Et De la vigne.

J .C: Jésus-Christ.

K₂₃₂ : Coefficient d'extinction spécifique à 232nm.

K₂₇₀ : Coefficient d'extinction à 270nm.

LDL : Low Density Lipoprotéin.

Meq : Milliéquivalent

Ppm : Partie Par Million

UE : Union Européenn

UV : Ultra violet

Liste des figures

Figure	Titre	Page
01	la localisation de la région de Mâatkas	30
02	la localisation de la région d'Ait Toudert.	31
03	caractéristiques morphologiques de la variété Chemlal	33
04	caractéristiques morphologiques de la variété Azeradj.	34
05	Valeurs moyennes de la teneur en eau et en matières volatiles des huiles échantillonnées (%).	42
06	Valeurs moyenne de l'extinction spécifique à 232 nm des huiles analysées	44
07	Valeurs moyenne de l'extinction spécifique à 270 nm des huiles analysées.	46
08	Valeurs moyenne du taux d'acidité des huiles analysées.	47
09	Valeurs moyennes de l'indice de peroxyde des échantillons analysés (meqO ₂ /kg).	50
10	Valeurs moyennes de l'indice d'iode des échantillons analysés	52
11	Valeurs moyennes (mg/g) de l'indice de saponification des échantillons analysés.	54
12	Résultats de la teneur en composés phénolique dans huiles analysées	56
13	La teneur moyenne en chlorophylles des échantillons d'huile analysé (ppm).	58
14	La teneur moyenne en caroténoïde des huiles analysées (ppm).	60

Liste des tableaux

Tableau	Titre	Page
01	Les caractéristique des huiles selon le règlement le règlement du COI /C n°3/Rév.8 février 2015.	12
02	Composition de l'huile d'olive en acide gras par chromatographie en phase gazeuse (% d'esters méthyliques) (COI, 1999).	14
03	Composition en triglycérides de l'huile d'olive (%).	15
04	les principaux stérols de l'huile d'olive	17
05	Caractéristiques principales du système d'extraction de l'huile et Paramètres utilisés.	34-35
06	Valeurs de la teneur en eau et en matières volatiles des échantillons analysés (%).	41
07	Résultats de mesure de l'extinction spécifique à 232 nm des huiles analysées	43
08	Valeurs de l'extinction spécifique à 270 nm des échantillons analysés.	45
09	Les Valeurs d'acidité des échantillons analysés	47
10	Résultats de mesure de l'indice de peroxyde des huiles analysées	49
11	Résultats de mesure de l'indice d'iode des huiles analysées	51
12	Résultats de mesure de l'indice de saponification des huiles analysées.	53
13	Résultats de la teneur en composés phénolique dans huiles analysées	55
14	Teneur en chlorophylle des huiles analysées (ppm).	57
15	La teneur en caroténoïde des échantillons de l'huile analyse (ppm).	59
16	composition en acides gras totaux des huiles issues des deux variétés d'huile d'olive chemlal et azeradj (en % des acides gras totaux).	62

Sommaire

Liste des abréviations	
Liste des figures	
Liste des tableaux	

Première partie : Synthèse Bibliographique

Introduction.....	1
-------------------	---

Chapitre I : Généralités sur l'olivier

I.1.Historique	3
I.2. Description botanique de l'olivier	4
I.2.1. La classification botanique.....	4
I.3.Importance de la culture d'olivier dans le monde	5
I.3.1.Superficie.....	5
I.3.2.Production	6
I.3.3.Commercialisation... ..	6
I.4.Importance de la culture d'olivier dans l'Algérie	7
I.4.1.Superficie	7
I.4.2.Production	7
I.4.3.Principales variétés algériennes.....	7
I.5.Importance de la culture d'olivier a Tizi-Ouzou.....	8
I.5.1.Superficie	8
I.5.2.La production.....	8

Chapitre II : L'huile d'olive

I. Historique.....	9
II.1. L'huile d'olive.....	9
II.1.2. Les huiles d'olives vierges	9
II.1.2. Huile d'olive raffinée.....	10
II.1.3. Huile d'olive	10
II.1.4. L'huile de grignon d'olive.....	10
II.2. Critère de qualité de l'huile d'olive	10
II.2.1.L'acidité.....	10
II.2.2. L'oxydation.....	11
II.2.3.L'évaluation sensorielle.....	11
II.2.4.Les attributs positifs	11
II.2.5.Les attributs négatifs	12
III. Composition biochimique de l'huile d'olive.....	13
III.1. La fraction saponifiable	13
III.1.1. Les acides gras.....	13
III.1.2. Les triglycérides.....	14
III.2. La fraction insaponifiable.....	15

Sommaire

III.2.1 Les composés phénoliques	15
III.2.2 Les hydrocarbures.....	16
III.2.3 Les stérols	17
III.2.4 Les tocophérols.....	17
III.2.5 Les pigments	18
III.2.6 Les autres composés	18
IV. Intérêts nutritionnels et thérapeutiques.....	18
Chapitre III : Les facteurs qui influencent sur la qualité d'huile d'olive	
I. 1 Les facteurs pédoclimatique.....	20
I.1.1. Interaction des facteurs climatiques sur la maturation du fruit et la qualité de l'huile.....	20
I.1.2 Effet de l'altitude	20
I.1. Effet de l'irrigation	21
I.1.4 L'effet de fertilisation	21
I.1.5 Influence du sol	22
I.2. Les facteurs propres aux fruits	22
I.2.1 La variété	22
I.2.2 La maturation des olives	23
I.3. L'origine géographique	24
I.4. La technologie d'extraction	24
I.4.2. Incidence du transport.....	24
I.4.3. Le stockage des olives avant transformation.....	25
I.4.4. Incidence du système d'extraction.....	26
I.4.4.1 Effeillage.....	26
I.4.4.2. Lavage.....	26
I.4.4.3. La séparation d'huile et du grignon	27
I.4.4.4. La conservation de l'huile d'olive	28
I.5. L'infestation par les ravageurs	28
I.6. Effet du contrôle phytosanitaire	29

Deuxième partie : Partie expérimentale

Chapitre I : Matériels et méthodes

I. Échantillonnage	30
I.1. Situation géographique des stations d'étude.....	30
I.1.2 Matériel végétal	32
I.1.2.1. Caractéristiques morphologiques de deux variétés étudiées	32
I.1.3 Extraction de l'huile	34
II. Analyse des caractéristiques physico-chimiques des huiles	35
II.1 Analyses physiques.....	35
II.1.1 Tenure en eau et en matières volatiles	35
II.1.2 Détermination de l'absorbance spécifique aux rayonnements Ultraviolet.....	35
III.2. Analyses chimiques	36

Sommaire

III.2.1. L'acidité	36
III.2.3 Indice de peroxyde.....	36
III.2.4 Indice d'iode.....	37
III.2.5 Indice de saponification.....	37
III.3. Analyse de la composition chimique de l'huile d'olive	38
III.3.1. Les composés phénoliques.....	38
III.3.2. les pigments	39
III.3.2.1.La teneur en chlorophylles	39
III.3.2.2.La teneur en caroténoïdes.....	39
III.3.3. La teneur en acide gras.....	39
IV. Analyse statistique	40

Chapitre II: Résultats et discussion

I. Analyses physiques	41
I.1. la teneur en eau et en matières volatiles.....	41
I.2. L'absorbance spécifique aux rayonnements Ultraviolets.....	42
II. Analyses chimiques.....	46
II.1. L'acidité	46
II.2. L'indice de peroxyde.....	48
II.3. Indice d'iode.....	50
II.4. Indice de saponification.....	52
III.3. Analyse de la composition chimique de l'huile d'olive.....	54
III.3.1. Les composés phénoliques.....	54
III.3.2. les pigments.....	56
III.3.2.1.la teneur en chlorophylles.....	56
III.1.2.2. la teneur en caroténoïdes totaux.....	58
III.3.4. composition en acide gras.....	60

Conclusion générale

Références bibliographiques

Annexes

INTRODUCTION GÉNÉRALE

L'olivier, *Olea europea*, est une espèce très cultivée en méditerranée, il est utilisé en gastronomie, mais également pour l'éclairage, en cosmétique et en thérapie... etc.

L'oléiculture s'est répandue avec l'envahissement de la civilisation phénicienne et romaine, presque tout le bassin méditerranéen pour être enfin un symbole de la méditerranée.

L'Algérie fait partie des principaux pays méditerranéens dont le climat est plus propice à la culture de l'olivier. Elle se positionne après l'Espagne, l'Italie, la Grèce, la Turquie, la Syrie, la Tunisie et le Maroc qui sont les plus gros producteurs d'olives et d'huile d'olives. Avec une superficie en constante augmentation notre pays essaie de rattraper son retard et pourquoi ne pas arracher une place plus honorable qui lui est due dans le classement mondial.

Le patrimoine oléicole algérien est représenté par plusieurs variétés. Ces dernières se distinguent entre elles par leurs compositions chimiques qui dépendent du secteur géologique de production, les différents cultivars, la période de récolte et les procédés de collecte ainsi que les conditions météorologiques (**Rotondi, 2004**) ; d'après **Mendil et Sebai, (2006)**. Ce patrimoine oléicole constitué de 164 cultivars autochtones et introduits dans toute la méditerranée et même d'outre-atlantique.

La qualité de l'huile est influencée par une série d'interactions des facteurs : climatiques, géographiques, pédologiques et génétiques, ainsi que par le mode d'extraction, les pratiques culturales et les conditions de stockage. Cette qualité dépend d'abord de la cueillette des olives et par la suite des différentes étapes qui s'étendent de leur conditionnement à la conservation de l'huile (**Cavusoglu et Oktar, 1994**).

Le cultivar joue un rôle important dans la qualité de l'huile. En effet, ce sont les caractères génétiques qui influent sur la résistance ou sur la susceptibilité aux maladies, ravageurs et aléas climatiques du cultivar et qui déterminent largement la qualité de l'huile (**Civantos, 2006**).

Lorsqu'elle est obtenue par des systèmes d'élaborations appropriés et provient de fruits frais et de bonne qualité, sans défauts ou altérations et une maturité appropriée, l'huile d'olive a des caractéristiques exceptionnelles en apparence, parfum et une saveur agréable. Elle est pratiquement la seule parmi les huiles végétales qui peut être consommée crue, en conservant intégralement ses teneurs en vitamines, acides gras et autres produits naturels d'une importance alimentaire (**Alba, 2001**).

L'objet de notre travail a donc été de procéder à un certain nombre de contrôles de paramètres physico-chimiques afin d'évaluer la qualité des huiles d'olives algériennes de deux régions de la Kabylie Maâtkats et Ait Toudert, obtenues à partir de deux variétés différentes (chemlal et azeradj) cultivées dans différents milieux et dans des conditions environnementales différentes. En d'autres termes, ce travail consiste à évaluer dans quelle mesure et de quelle manière cette qualité est influencée par le cultivar.

Le travail est subdivisé en deux parties:

- ♦ Une étude bibliographique portant sur l'olivier et l'olive, l'huile d'olive, les facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive.
- ♦ Une étude expérimentale traitant les caractéristiques physico-chimiques des différents échantillons des variétés locales étudiées.

PREMIÈRE PARTIE
SYNTHÈSE
BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I

Généralités sur l'olivier

I. Généralités sur l'olivier

I.1. Historique

Dans toutes les cultures, l'arbre a une signification symbolique extrêmement puissante. En effet, l'arbre sacré incarne la création qui unit le ciel et le monde souterrain ; l'arbre cosmique forme l'axe du monde.

Dans l'Antiquité, l'olivier était aussi un arbre sacré et un arbre fruitier, symbole de vie et d'abondance. Toutes les parties de l'olivier seront utilisées : feuilles, rameaux, bois, fruits, huile. Par son caractère sacré, l'huile d'olive est utilisée dans des rites religieux, par ses vertus médicinales dans la thérapeutique.

(De Barry N., 1999) indique que les pays méditerranéens furent les premiers foyers de l'olivier sauvage (*Olea europea*). Les fouilles syriennes de l'ancien port d'Ougarit ont permis de trouver de grandes quantités d'amphores d'huiles destinées probablement aux échanges méditerranéens.

Depuis l'antiquité, l'olivier a toujours été un symbole de paix, de prospérité, de sagesse et d'abondance. Étant l'arbre sacré, il était interdit de le couper. Associé à diverses civilisations, l'olivier constitue de nos jours le trait d'union entre les pays méditerranéen.

L'origine mythologique de l'olivier fait toujours de cet arbre un don de dieu. D'après **(Besnard G., 2005)** l'origine de l'olivier reste toujours incertaine, mais la thèse la plus fréquemment retenue désigne la Syrie et l'Iran comme lieux d'origine.

Mais, il est probable que la culture de l'olivier en Afrique du Nord soit antérieure à l'arrivée des phéniciens. En effet, **Camps (1984)** confirme cela en disant qu'à l'arrivée des Romains en Afrique du Nord, les berbères savaient greffer les oléastres, alors que dans le territoire occupé par les carthaginois, une véritable culture avait commencée à répandre. Plus tard, les Romains ont pu étendre la culture sur toute la province.

Sur le pourtour méditerranéen, ce sont d'abord les Phéniciens et les Phocéens qui ont diffusé l'arbre avant que les Grecs et les Romains ne vulgarisent et enseignent sa culture. L'olivier ne se trouve en forte concentration que dans la région méditerranéenne. Sa culture est située entre les latitudes 30° et 45° Nord et sud **(Loussert et Brousse., 1987)**.

D'après **Longman in Fiorino et Grifi (1992)**, l'oléiculture en bordure de la méditerranée remonte au IV^{ème} millénaire avant JC. L'olivier a été introduit dès le seizième siècle dans plusieurs régions (**Baldy,1990**) et plus récemment l'oléiculture c'est développé modestement en Afrique du Sud, en Australie, au Japon et en Amérique du Sud (**Loussert et Brousse., 1978**).

Selon le Conseil Oléicole Internationale (**COI., 1998**), on découvrit en 1957 dans la zone montagneuse du Sahara Central (Tassili dans le Hoggar en Algérie) , des peintures rupestres réalisées au II millénaire avant J .C avec des hommes couronnés de branches d'olivier témoignant ainsi de la connaissance de cet arbre au cours de ces époques anciennes.

La propagation de l'olivier s'est faite par les grecs, les romains et les arabes au cours de leur colonisation.

Dans la religion islamique, le Coran parle de « cet arbre sacré », et produit de l'huile et un condiment (Sourate XXII « les croyants, verset 20 ») et Sourate XXIV « la lumière, verset 35 »).

I.2. Description botanique de l'olivier

I.2.1.La classification botanique

La classification botanique de l'olivier selon **Guignard (2004)**, est la suivante :

Embranchement : Spermaphytes.

Sous embranchement : Angiospermes

Classe : Dicotylédones

Sous classe : Astérides

Ordre : Labiales.

Famille : Oléacées

Genre : *Olea*

Espèce : *Olea europea*

Selon **Taylor (1945) in Fantanazzaet Baldini (1990)**, le nombre chromosomique de base $N=23$ est caractéristique de toutes les espèces du genre *Olea*. Le nombre de $2n=46$ a été confirmé par **Caladoet Fausto (1987)** après une étude faite sur 20 cultivars d'oliviers.

La famille des Oléacées comporte 25 genres, le genre *Olea* serait lui même composé de 30 espèces différentes parmi lesquelles on trouve, *Olea europaea L.* avec deux sous espèces :

- *Oleaoleaster* (oléastre) : qui se présente sous une forme spontanée comme un buisson épineux et à fruit ordinairement petit.
- *Oleasativa* (olivier cultivé) : il est constitué par un grand nombre de variétés améliorées, multipliées par bouturage ou par greffage.

I.3.Importance de la culture de l'olivier dans le monde

L'olivier est aujourd'hui cultivé dans toutes les régions du globe se situant entre les latitudes 30° et 45° des deux hémisphères, des Amériques (Californie, Mexique, Brésil, Argentine, Chili), en Australie et jusqu'en Chine, en passant par le Japon et l'Afrique du Sud. On compte actuellement plus de 900 millions d'oliviers cultivés à travers le monde, mais le bassin méditerranéen est resté sa terre de prédilection, avec près de 95% des oliveraies mondiales (**Benhayoun et Lazzeri, 2007**).

La culture de l'olivier demeure principalement concentrée dans le bassin méditerranéen qui constitue une région oléicole par excellence (**Abdelhussain et Abdelhussain2004**).

I.3.1.La superficie

D'après les statistiques du Conseil Oléicole International (**COI, 2005**), sur les quelques 750 millions d'oliviers plantés de par le monde (sur 8,7 millions d'hectare), un peu plus de 700 millions (sur 8,4 millions d'hectare) le sont dans des pays répartis autour de le bassin méditerranéen. Les pays de la Communauté Économique Européenne (CEE), sont largement majoritaires : Espagne 167 millions, Italie 125, Grèce 120, Portugal 50 et la France 5 millions. Hors CEE, les premières places reviennent à la Turquie avec 83 millions suivie par la Tunisie et le Maroc avec 55 et 33 millions.

Selon le conseil oléicole international, la superficie oléicole mondiale est estimée en 2012 à environ 11 millions d'ha, dont 78% en sec et 22% en irrigué. Sur l'ensemble de cette superficie, 53% reviennent aux pays de l'Union européenne, 27% aux pays du Maghreb, 18% aux pays du Moyen-Orient et 2% aux pays du continent américain et autres.

I.3.2. Production

La production mondiale est estimée en 2012 à 3.408.500 tonne pour l'huile d'olive et 2.526.000 tonne d'olives de table (COI, 2013).

Les dix premiers pays producteurs sont situés dans la zone méditerranéenne et fournissent 95% de la production mondiale.

L'Espagne est le premier pays oléicole. Sa production moyenne d'huile d'olive a augmenté au cours des dernières années et sa production en 2012 est estimée à 1.613.400 tonnes d'huile d'olive. C'est également le premier producteur et exportateur d'olives de table, avec une production de 608.600 tonnes en 2008 (COI, 2013).

I.3.3. La commercialisation

L'oléiculture occupe une part importante dans le marché mondial des produits agricoles qui a connu un développement considérable ces dernières années. Les pays méditerranéens sont les plus grands producteurs et exportateurs, ces principaux pays sont: l'UE, l'Égypte, l'Argentine, le Maroc, la Turquie, la Tunisie et la Syrie qui assurent 95,04% et 91,30% des exportations totales mondiales d'huile d'olive et d'olives de table respectivement. L'UE seul fournit une quantité annuelle de 509.000 tonnes d'huile d'olive et 243.900 tonnes d'olives de table, ce qui représente respectivement 66,36% et 45,47% des exportations totales mondiales. Quant aux importateurs, les USA, l'UE, le Brésil, l'Australie, le Japon, le Canada et la Russie sont les principaux pays avec 78,1% et 76,1% des importations totales mondiales de l'huile d'olive et d'olives de table respectivement. L'USA est le premier importateur avec une moyenne annuelle de 294.000 tonnes d'huile d'olive et 133.000 tonnes d'olives de table qui représentent respectivement 39% et 22,67% des importations totales mondiales.

I.4. Importance de la culture d'olivier dans l'Algérie

L'olivier occupe une place de choix dans le processus de relance économique de notre pays. L'olivier, de par ses fonctions multiples de lutte contre l'érosion, de valorisation des terrains agricoles et de fixation des populations dans les zones de montagne, constitue une des principales espèces fruitières cultivées en Algérie. Cette culture représente plus de 50% du verger arboricole national.

I.4.1. Superficie

L'olivier est principalement cultivé sur les zones côtières du pays à une distance de 8 à 100 km de la mer où il trouve les conditions favorables pour son développement. Il occupait, en 2009, une superficie de 310 000 hectares (**Khoumeri, 2009**).

Selon **Khoumeri (2009)**, la majorité des surfaces oléicoles se localisent dans des régions de montagne et des collines recouvrant une surface de 195 000 hectares (ainsi que dans les plaines occidentales du pays (Mascara, Sig, Relizane..) et dans les vallées comme la Soummam.

La superficie du verger oléicole au cours de la campagne 2015/2016 ; selon les chiffres de la DRDPA (MADRP), s'élève à **471 657** ha. Il est à signaler que 75 % de cette superficie a été réalisée à travers 15 wilayas oléicoles.

I.4.2. Production

La production nationale en olives, en 2015 a été estimée à 6 538 940 Qx dont 2 334 626 Qx destinés pour l'olive de table et 4 204 314 Qx pour la production d'huile (DRDPA, MADRP). Avec une production d'une quantité de 746 780 Hectolitres.

I.4.3. Principales variétés algériennes

L'Algérie dispose d'un patrimoine constitué de 164 cultivars autochtones et introduits dans toute la méditerranée et même d'outre atlantique. Les travaux de caractérisation entamés par **Amirouche et Ouksili (in Mendil et sebai., 2006)**.

❖ Les variétés locales les plus cultivées

- **Chemlal** : c'est la variété la plus dominante en Algérie, elle représente près de 45% du patrimoine oléicole nationale.
- **Sigoise** : c'est une variété auto-fertile, elle représente 20% du verger oléicole national. Généralement, elle se localise à l'Ouest du pays allant de Oued Rhiou jusqu'à Tlemcen. C'est une variété à deux fins.
- **Azeradj et Bouchouk** : elles accompagnent généralement les peuplements de Chemlal dont Azeradj améliore la pollinisation. Elles présentent un gros fruit destiné à la conserverie et même à la production d'huile.
- **Limli** : représente 8% du verger oléicole national, elle se rencontre dans la région d'Oued Soummam.

- **Rougette de Mitidja** : c'est une variété à huile installée dans la plaine de Mitidja et sur le piémont de l'Atlas, à faible altitude.
- **Rougette de Guelma et blanquette de Guelma** : elles se trouvent en association dans la région Est du pays.
- ❖ **Les variétés introduites**
 - **Cornicabra et Sévillane** : le premier est tardif et le deuxième est précoce, d'origine espagnole, elles se localisent à l'Ouest du pays.
 - **Frantoio et Leccino** : introduites récemment, d'origine italienne.
 - **Lucques** : d'origine française, elle est souvent associée à la Sigoise.
 - **Gordal et Verdial** : originaires d'Espagne.

I.5. Importance de la culture d'olivier à Tizi-Ouzou

I.5.1. Superficie

La willaya de Tizi-Ouzou est dotée d'une superficie oléicole totale de **35 912** ha et une superficie en rapport de **30 295** ha (campagne 2015-2016) (**DSA de Tizi-Ouzou, 2016**).

Il est à préciser que la wilaya de Tizi-Ouzou se caractérise par une oléiculture de montagne, ce sont des oliveraies séculaires typiquement extensives dont les pratiques culturales sont presque nulles. Elle reste spécialisée dans la production d'huile d'olive. Ces oliveraies se rencontrent généralement sur des reliefs accidentés, des terres pauvres où la pluviométrie est plus ou moins abondante, présentant un matériel oléicole très varié avec la dominance de la variété Chemlal.

I.5.2. La production

La production de la wilaya est estimée à **534 642** quintaux d'olives et une production d'huile de **102 710** hectolitres durant la campagne 2015/2016 avec un rendement moyen de 19 l/ql (**DSA TO, 2016**). Il est à signaler que la totalité de la production est destinée à la production de l'huile d'olive, la filière olives de table est insignifiante à cause de la nature de la variété utilisée (à dominance Chemlal) qui est une variété d'huile d'olive. Les deux premières daïras productrices sont Maâtkas et Boghni avec 87810Qx et 70 370Qx d'olive respectivement, soit 30% de la production de wilaya. La production est très fluctuante d'une année à une autre à cause du phénomène de l'alternance aggravé par l'absence de l'entretien des oliveraies et les mauvaises conditions climatiques.

CHAPITRE II

L'huile d'olive

I. L'huile d'olive

1. Historique

L'huile d'olive est connue depuis la préhistoire puisque des amphores qui devaient contenir le liquide doré ont été retrouvées autour du bassin méditerranéen. Les Phéniciens cultivaient l'olivier en Syrie et en Palestine, puis les grecs ont diffusé sa culture tout autour du bassin méditerranéen. Christophe Colomb l'emporta avec lui et à la fin du 18^{ème} siècle l'huile d'olive Californienne était commercialisée. Aujourd'hui on peut trouver des oliviers jusqu'en Afrique, au Japon et en Chine. (Cnuced, 2004).

I.1. L'huile d'olive

Le Conseil Oléicole International (COI, 2003) définit l'huile d'olive comme étant une huile provenant uniquement du fruit de l'olivier (*Olea europaea. L*) à l'exclusion des huiles obtenues par solvants ou par des procédés de ré-estérification et de tout mélange avec les huiles d'autre nature.

I.1.1. Les huiles d'olives vierges

Ce sont les huiles obtenues du fruit de l'olivier uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions, thermiques notamment, qui n'entraînent pas d'altération de l'huile, et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration (COI, 2003).

➤ Les huiles d'olives vierges propres à la consommation

a). L'huile d'olive vierge extra

C'est une huile dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,8g pour 100g (COI, 2003).

b). L'huile d'olive vierge

C'est une huile dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 2g pour 100g et dont les autres caractéristiques correspondent à celles fixées pour cette catégorie (COI, 2003).

c). L'huile d'olive vierge courante

C'est une huile dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 3,3g pour 100g (COI, 2003).

➤ **L'huile d'olive vierge impropre à la consommation en l'état (lampante) :** dénommée « huile d'olive vierge lampante » : huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est supérieure à 3,3g pour 100g (COI, 2003).

I.1.2 Huile d'olive raffinée

Huile d'olive obtenue à partir des huiles d'olives vierges par des techniques de raffinage qui n'entraînent pas de modification de la structure glycéridique initiale, son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,3g/100.

I.1.3 Huile d'olive

Huile constituée par le coupage d'huile d'olive raffinée et d'huile d'olive vierge propre à la consommation humaine, son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 1g/100g.

I.2 L'huile de grignon d'olive

Huile obtenue par traitement aux solvants des grignons d'olive à l'exclusion des huiles obtenues par des procédés de ré-estérification et de tout mélange avec des huiles d'autres natures.

II. Critère de qualité de l'huile d'olive

La qualité est la somme d'un certain nombre de caractéristiques ou attributs individuels qui sont importants pour mesurer le degré d'acceptation d'un produit par le consommateur (Christopoulou et al., 1995).

Le COI définit la qualité de l'huile d'olive en se basant sur des paramètres qui incluent l'acidité, l'indice de peroxyde, l'absorption dans l'UV et la qualité sensorielle (Kalua et al., 2006).

- **L'acidité**

L'acidité, est le premier critère de qualité déterminée objectivement, elle prend compte de l'altération hydrolytique et concerne principalement la matière première, elle se développe avec des fruits, à la suite de mauvaises conditions de stockage, éventuellement avec des huiles mal préparées (décantation, filtration), précisant que pour une huile vierge, l'acidité n'est pas nulle, les valeurs les plus faibles étant de l'ordre de 0.2% (Mordret et al., 1997). L'acidité est un critère important aux fins de la destination de l'huile d'olive à la consommation alimentaire et constitue une caractéristique fondamentale de la qualité (Kalua et al., 2006).

- **L'oxydation**

L'oxydation et l'ensemble des modifications que l'huile d'olive subit pendant son exposition à l'oxygène, ce phénomène est responsable de la dégradation de l'huile (**Psyllakis et al., 1980**).

L'oxydation de l'huile d'olive est due à une réaction qui s'effectue entre les molécules d'oxygène avec les lipides, cette oxydation implique la fixation de l'oxygène sur les doubles liaisons des acides gras libres (**Cheftel, 1980**).

Au début de l'oxydation, divers composés commencent à se produire, les premiers qui se forment sont les peroxyde, ou produits d'oxydation primaire dont l'évaluation s'effectue au moyen de l'indice de peroxyde, qui peuvent également être quantifiés par leur absorption de la lumière dans la zone UV du spectre aux environs de 232 nm (**Gutierrez et Izquierdo, 1999**). En ce qui concerne l'absorbance UV à 270nm, elle est la résultante de la présence de composés secondaires d'oxydation (aldéhydes, cétones, etc) qui peuvent se former au cours du processus d'auto-oxydation d'huile (**Mordret et al., 1997**).

- **L'évaluation sensorielle**

Le COI a mis au point en 1987 une méthode d'évaluation sensorielle des huiles d'olive par un jury d'experts. Cette méthode a été reprise par la communauté européenne en 1991. Longtemps controversée cette méthode a été revue et corrigée en 1994 (**Roehly, 2000**).

Les propriétés organoleptiques sont les critères les plus anciennement utilisés pour distinguer la qualité d'une huile (**Salvador et al, 2000**).

L'évaluation organoleptique d'huile d'olive vierge est fonction des attributs positifs et négatifs. Le classement des huiles d'olive vierges en fonction de ces attributs est déterminé par un jury de dégustateurs sélectionnés et entraînés (**Ouaouich et Chimi, 2007**).

- **Les attributs positifs**

- **Fruité** : ensemble des sensations olfactives de l'huile par voie directe ou rétronasale, dépendant de la variété des olives, provenant des fruits sains et frais, verts ou mûrs.
- **Amer** : goût caractéristique de l'huile obtenu d'olives vertes ou au stade de la véraison.
- **Piquant** : sensation tactile de picotement, caractéristique des huiles produites au début de la campagne à partir des olives vertes.

➤ **Les attributs négatifs**

- **Chômé** : flaveur caractéristique de l'huile extraite d'olives entassées dans un état avancé de fermentation anaérobie.
- **Moisi-humide** : flaveur caractéristique de l'huile obtenue d'olive attaquées par des moisissures et levures par suite d'un stockage des olives pendant plusieurs jours dans l'humidité.
- **Lies** : flaveur caractéristique de l'huile restée en contact avec les « boues » de décantation dans les piles et les caves.
- **Vineux-vinaigre** : flaveur caractéristique de certaines huiles rappelant le vin ou le vinaigre. Cette flaveur est due à un processus de fermentation des olives qui donne de l'acide acétique, acétate d'éthyle et éthanol.

D'autres attributs négatifs peuvent exister par exemple : cuit ou brûlé, margines, saumure, terre, etc... (**Ouaouich et Chimi ,2007**).

Tableau N°1 : les caractéristiques des huiles selon le règlement le règlement du COI /C n°3/Rév.8 février 2015.

Huile	Huile d'olive vierge extra	Huile d'olive vierge	Huile d'olive vierge courante	Huile d'olive vierge lampante
Paramètres				
Caractéristiques physico-chimique				
Acidité libre (% m /m exprimée en acide oléique)	≤0.8	≤2	≤3.3	>3.3
Indice de peroxyde (meq O ₂ des peroxydes par kg d'huile)	≤20	≤20	≤20	Non limité
Absorbance dans l'UV -à 270nm cyclohexane -à 232nm cyclohexane -ΔK	- ≤0.22 -≤2.50 - ≤0.01	- ≤0.25 - ≤2.60 - 0.01	≤0.30 -	- -
Caractéristiques organoleptiques				
Médiane du défaut organoleptique	=0	≤3.5	-	-
Médianes du fruité	≥0	≥0		

Parmi les huiles végétales alimentaires, l'huile d'olive occupe un rang privilégié notamment par le fait que cette huile, soit consommée surtout à l'état vierge. Le Conseil Oléicole International (COI, 2015) a classé l'huile d'olive en quatre catégories selon un ensemble de paramètres reportés dans le tableau1.

III. Composition biochimique de l'huile d'olive :

L'huile d'olive représente une composition biochimique très variable en fonction de la variété (**Salvador et al., 1998**), des conditions climatiques et des pratiques de culture (**Biggia et al., 2002**).

Elle est constituée d'un mélange d'acides gras saturés et insaturés et uniquement par une fraction de composés divers dite insaponifiable qui sont responsables des aspects liés à l'arôme, au goût, à la couleur et à la stabilité (**Inglese, 1994**).

III.1. La fraction saponifiable

Elle représente 99% de l'huile, elle est constituée essentiellement de triglycérides, le reste représenté par une petite quantité de mono, de diglycérides et d'acides gras libres. (**Bouderba, 2004**).

III.1.1. Les acides gras

L'huile d'olive a un profil d'acides gras caractéristiques, dominé par l'acide oléique (**Ryan et Kevin, 1998**).

Les variations dans la composition en acides gras de l'huile d'olive dépendent essentiellement des variétés mais également du climat, de la latitude et du degré de maturation des olives au moment de la récolte (**Ryan et Kevin, 1998**).

Les limites de la composition en acides gras fixées par le conseil oléicole international (COI) sont représentées dans le tableau N°2(**COI, 2003**).

Les acides gras présents dans l'huile d'olive se trouvent sous forme d'ester de glycérol ou sous forme libre. Ce sont des monoacides linéaires à nombre pairs (majoritaires) et impairs d'atomes de carbone dont le nombre varie de 14 à 24. Leur chaîne aliphatique est soit saturée soit mono ou polyinsaturée. Ils se composent en moyenne de 72% d'acides gras mono insaturés, de 14% d'acides gras polyinsaturés et de 14% d'acides gras saturés (norme européenne).

La prédominance de l'acide oléique constitue la principale originalité de l'huile d'olive et lui confère les caractéristiques d'un corps gras mono-insaturé.

Tableau N°2 : Composition de l'huile d'olive en acide gras par chromatographie en phase gazeuse (% d'esters méthyliques) (COI, 1999).

Acides gras	% m/m d'esters méthyliques	la longueur de la chaîne et le nombre d'insaturation
Acide myristique	≤ 0.05	C14 :0
Acide palmitique	7.5 – 20.0	C16 :0
Acide palmitoléique	0.3 – 3.5	C16 :1
Acide héptadécanoïque	≤ 0.3	C17 :0
Acide héptadécénoïque	≤ 0.3	C17 :1
Acide stéarique	0.5 – 5.0	C18 :0
Acide oléique	55.0 – 83.0	C18 :1
Acide linoléique	3.5 – 21.0	C18 :2
Acide linoléique	≤ 0.9	C18 :3
Acide arachidique	≤ 0.6	C20 :0
Acide gadoléique (eicosénoïque)	≤ 0.4	C20 :1
Acide béhénique	≤ 0.2	C22 :0
Acide lignocérique	≤ 0.2	C24 :0

III.1.2 Les triglycérides

L'huile d'olive est constituée de 97% à 98% de triglycérides de 2 à 3% de diglycérides et 0,1 à 0,25 de mono glycérides, ces deux derniers augmentent avec l'acidité jusqu'à atteindre respectivement 20% et 4% (**Cimato, 1990**).

Ils proviennent de l'estérification des trois fonctions alcools du glycérol par des acides gras. La présence d'une part des différents acides gras et d'autre part des trois possibilités d'estérification sur le glycérol conduit à un grand nombre de combinaisons possibles pour les triglycérides de l'huile d'olive.

Les triglycérides sont couramment désignés par trois lettres correspondant aux abréviations des acides gras qui estérifient le glycérol (tableau n° 3). Ainsi à titre d'exemple, OOO est le trioléoyl glycérol ou trioléine et POO, le pami-toyl, dioléoyl glycérol ou palmitoyldioléine.

Tableau N°3 : Composition en triglycérides de l'huile d'olive (%) (**Ryan et al.1998**).

Nature	% triglycérides
OOO	40-60
POO	10-20
OOL	10-20
POL	5-7
SOO	3-7

O = acide oléique, L= acide linoléique, P= acide palmitique, S= acide stéarique

III.2. La fraction insaponifiable

Les substances insaponifiables représentent l'ensemble des constituants (naturels) qui ne réagissent pas avec un hydroxyde alcalin pour donner des savons et qui, après saponification restent solubles dans des solvants classiques des corps gras (hydrocarbures saturés, éthers diéthylique ou disopropylique, solvants chlorés, etc.).

Comprend de nombreux composés mineurs à fonctions diverses :

- 0.3 à 0.7 Les hydrocarbures.
- 0.005 à 0.015 Les tocophérols (vitamine E).
- 0.1 à 0.3 Les alcools triterpéniques et aliphatiques.
- 0.1 à 0.2 Les phytostérols.

et moins de 1 mg / 100g, les chlorophylles et caroténoïde (**Fedeli, 1997**).

Les composés polaires (polyphénols) et la fraction insaponifiable notamment la composante stérolique et alcoolique présentent un intérêt accru aux fins de la caractérisation variétale des huiles (**Inglese, 1994**).

III.2.1 Les composés phénoliques

L'huile d'olive est une source d'au moins 30 composés phénoliques (**Tuck et Hayball, 2002**).

D'après **Hamia (2007)**, les composés phénoliques constituent un ensemble de molécules très largement répandues dans le règne végétal. On les trouve dans les plantes, depuis les racines jusqu'aux fruits. Le terme « composé phénolique » désigne de nombreuses substances regroupées en famille. Les différents composés d'une même famille se différencient par la nature et la position des substituants fixés sur un squelette aromatique commun, les deux classes principales des polyphénols sont : les composés non flavonoïdes et les composés flavonoïdes.

L'huile d'olive est quasiment la seule huile contenant des quantités notables de substances phénoliques naturelles. Ces composés sont des antioxydants à l'échelle cellulaire. Ils ont un pouvoir de « scavenger » (piégeage) des radicaux libres et confèrent à l'huile des caractéristiques sensorielles et nutritionnelles intéressantes (**Manai, 2006**).

La classe des phénols regroupe toute une gamme de substances diverses dont des composés phénoliques simples (4.2 mg/100g dans l'huile d'olive vierge) comme l'acide caféique, le tyrosol et l'hydroxytyrosol.

Par ailleurs, l'huile d'olive contient des secoiridoïdes (2.8mg/100g dans l'huile vierge extra) Comme l'oleuropéine et le ligstroside, ou des molécules plus complexes comme les lignanes (4.15mg/100g dans l'huile vierge extra) et des flavonoïdes comme l'apigénine ou la lutéoléine (**Owen et al., 2000**).

III.2.2 Les hydrocarbures

Ce sont quantitativement les principaux composants de la fraction insaponifiable. Le composant majeur est le squalène qui consiste 30 à 50% de cette fraction.

C'est un hydrocarbure polyénique dont la teneur est plus élevée que dans n'importe quelle autre huile végétale ou animale. Le squalène est un précurseur métabolique du cholestérol et autres stérols (**Benrachou al., 2013**).

On estime que plus de 70 composés participent à l'amélioration du parfum et au goût de l'huile d'olive (**Assman et Wahrburg, 2000**).

Ces composés se développent après extraction de l'huile à partir des fruits d'olives (Kalua *et al*, 2007).

III.2.3 Les stérols

Les stérols sont des composés tétra cycliques comportant les plus souvent 27-28 ou 29 atomes de carbone. Ils constituent une fraction importante de l'insaponifiable (10 à 15%). Le patrimoine en phytostérols d'huile d'olive est singulier. En effet, c'est la seule huile qui contient une quantité particulièrement élevée de beta-sitostérol ; substance qui s'oppose à l'absorption intestinale du cholestérol (Sekour, 2012).

Les principaux stérols de l'huile d'olive sont présentés dans le tableau ci-après

Tableau N°4 : les principaux stérols de l'huile d'olive

Stérols	Pourcentage des stérols totaux (%)
β -sitostérol	70-90
Δ -5 avenastérol	5-20
Campestérol	1-5
Stigmastérol	0,5-2
Cholestérol	<0,5

Les stérols sont un constituant essentiel des membranes cellulaires, et on les trouve aussi bien chez les animaux que chez les végétaux. La quantité totale des stérols dans l'huile d'olive vierge extra varie selon les équipes de chercheurs de 113 à 265mg/100g. Parmi les facteurs qui influent sur cette teneur, figure la variété des olives et leur degré de maturité. (Gutierrez, 1999).

Les stérols présentent un paramètre très important pour la détection des fraudes prévenant du mélange d'autre huiles de valeurs moins importantes (Casas *et al.*, 2003).

III.2.4 Les tocophérols

Les tocophérols sont des composés importants de l'huile d'olive, ils contribuent à la stabilité oxydative et à la qualité nutritionnelle de l'huile (Douzan et Bellal, 2005). Parmi les

tocophérols présents dans l'huile d'olive on dénombre quatre formes (α , β , γ , δ) dont l' α -tocophérol est le plus dominant (**Assman et Wahrburg, 2000**) avec un pourcentage près de 88 % des tocophérols totaux (**Kiritsakis, 1998**).

La concentration en tocophérols dans l'huile d'olive varie entre 5 et 300 ppm (**Douzan et Bellal, 2005**).

Le contenu en tocophérols de l'huile d'olive dépend étroitement de la variété et atteint son niveau maximal durant la première étape de la récolte.

III.2.5 Les pigments

L'huile d'olive contient deux types de pigments :

- a. Les chlorophylles et les phéophytines
- b. Les caroténoïdes

Les chlorophylles a et b se dégradent facilement en phéophytines (de couleur marron). Ce sont les chlorophylles et les phéophytines qui donnent la couleur caractéristique de l'huile d'olive (**Ryan et al., 1998**).

Les principaux caroténoïdes présents dans l'olive sont la lutéine, le β -carotène (provitamine A) et les xanthophylles (**Ryan et al., 1998**). Ces caroténoïdes peuvent retarder la photo-oxydation de l'huile d'olive en désactivant l'oxygène singulier (**Kiritsakis, 1995**).

III.2.6 Les autres composés

L'huile d'olive contient de nombreux autres composants qui sont les alcools terpéniques, les phospholipides, et les glycolipides (**Ryan et al., 1998**).

IV. Intérêts nutritionnels et thérapeutiques

L'huile d'olive est caractérisée d'une part par sa composition en acides gras, d'autre part par la présence des composés mineurs notamment par des teneurs non négligeables d'antioxydants. La consommation de l'acide oléique a en effet un indiscutable intérêt dans la médecine préventive. Les substances mineures de l'huile d'olive sont suffisantes pour lui conférer des propriétés particulièrement importantes, notamment dans son usage thérapeutique (**Jacoto, 1997**).

- L'huile d'olive diminue les niveaux de cholestérol total;

- L'huile d'olive a un effet protecteur contre la lésion des cellules par les radicaux libres et contre la formation de cancer;
- Elle diminue la tension artérielle;
- Elle permet de prévenir ou de retarder l'apparition du diabète sucré ;
- Elle permet de renforcer le système immunitaire ;
- Elle réduit le risque de reflux d'acidité de l'estomac vers l'œsophage et inhibe partiellement la motilité gastrique ;
- Elle permet un meilleur développement post-natal ;
- Elle ralentit le vieillissement (**COI, 2004**).

CHAPITRE III

Les facteurs qui influencent sur la qualité d'huile d'olive

I. Les facteurs qui influencent sur la qualité d'huile d'olive

Les caractéristiques qualitatives de l'huile d'olive dérivent de l'action concomitante des facteurs agronomiques et des facteurs technologiques employés au cours du processus d'élaboration de l'huile (**Pannelli et al., 1994**).

La qualité de l'huile d'olive commence au moment de la plantation de telle ou telle variété, continue à travers la conduite culturale de l'olivier, l'époque et les modalités de récolte, les travaux préliminaires et la durée de stockage au niveau de l'olivieraie, les conditions de transport des fruits à l'unité, la durée de stockage avant transformation, la conduite technologique d'extraction, ainsi que les conditions de stockage et de distribution de l'huile. Donc ce sont les facteurs agronomiques, climatiques et technologiques qui influencent la qualité de l'huile d'olive.

I.1. Les facteurs pédoclimatiques

I.1.1. Interaction des facteurs climatiques sur la maturation du fruit et la qualité de l'huile

Les facteurs climatiques affectent les stades de maturation du fruit et par voie de conséquence la composition chimique et la qualité des huiles (**Aparico et al., 1994**). Dans le cadre d'une étude sur les effets des conditions climatiques sur la production des olives et sur les caractéristiques des huiles ont démontré que particulièrement la pluviométrie influence la qualité de l'huile, et les composés affectés sont les alcools aliphatiques, les composés phénoliques et les arômes.

Par ailleurs, **Uzzan, (1992)** a rapporté que les huiles produites en Europe renferment des taux plus élevés en acide oléique et des taux plus bas en acide linoléique. Les huiles des zones chaudes de la méditerranée ont des valeurs réduites en acide oléique par rapport à celles du Nord de la méditerranée (**Kiritsakis et al., 1985**).

Le climat exerce une influence sur la maturation du fruit et donc sur la composition chimique et sur la qualité de l'huile grâce à l'hétérogénéité des conditions climatiques (température, humidité, pluviométrie...etc.) (**Ryan et al., 1998**).

I.1.2 Effet de l'altitude

L'effet de l'altitude sur la qualité de l'huile reste un sujet de controverse. Cette observation est fondée sur les travaux **Moussa et Gerasopoulos (1996)** qui ont montré qu'il

Il y a une variation dans la composition des huiles d'olive vierges produites à partir des fruits d'oliviers plantés à des altitudes différentes essentiellement en ce qui concerne certains stérols, alcools triterpéniques et hydrocarbures. Ils ont aussi mis en évidence que les huiles obtenues à une altitude élevée (800 m) ont une plus grande stabilité à l'oxydation que les huiles obtenues à une basse altitude (100 m).

Par contre, les résultats de **Osman et al., (1994)** sont différents aux précédents. Les huiles produites par la variété Koroneiki cultivée à basse altitude (100 m) ont une teneur en phénols et une stabilité à l'oxydation plus élevées comparées aux huiles produites par la même variété à 400 m d'altitude. Les taux des acides oléique et linoléique sont similaires dans les deux types d'huile.

I.1.3 Effet de l'irrigation

L'olivier est une plante connue pour sa résistance au déficit hydrique. Cette caractéristique est due essentiellement à la forme des feuilles de la plante qui sont de petite taille et menues d'une membrane protectrice sur leur face dorsale, sans oublier les stomates qui sont profondes avec des orifices très réduits qui s'opposent à l'évapotranspiration. L'olivier cultivé en sec a besoin de 10 à 15 ans pour fructifier, alors qu'en conditions favorables il n'a besoin que de 4 à 5 ans pour fructifier. Les besoins de l'olivier en eau varient suivant la nature du sol, par sa perméabilité et sa capacité de rétention d'eau, la pluviométrie et la température.

La période d'irrigation influe beaucoup sur la floraison. En effet, c'est au printemps qu'il faut éviter les déficits hydriques, parce que c'est la période de production des fleurs et le déficit en eau conduit à une augmentation de l'avortement ovarien.

L'influence de l'irrigation sur la composition chimique et les caractéristiques sensorielles de l'huile d'olive est étudiée par **Aparicio et Luna (2002)**.

En effet les huiles issues des variétés irriguées sont moins stables, mais de bonne qualité sensorielle (**Aparicio et Luna, 2002**).

I.1.4 L'effet de fertilisation

La fumure a pour but d'améliorer la plante en lui apportant les éléments dont elle a besoin, notamment les éléments minéraux (azote, phosphore, potassium...) et les oligo-éléments tels que le magnésium et le fer. L'azote est un facteur stimulant de la croissance et de

l'activation de tous les autres phénomènes (la fécondation, le développement du fruit...). Les effets positifs de cet élément se résument en l'augmentation du taux de croissance de l'arbre (ce qui entraîne l'augmentation de la surface productrice) et du calibre des olives. Le potassium joue également un rôle de régulateur de la migration des acides (acide uronique), produits de dégradation des pectines et pro-pectines, et permet ainsi la synthèse des acides aminés et des acides phénoliques.

L'utilisation du sulfate de potassium comme engrais permet la réduction du développement de la surface morte de la plante, le changement de la couleur du vert clair au vert foncé et l'augmentation du calibre du fruit et par la suite l'augmentation du rendement. Quant au phosphore, il favorise l'absorption d'autres éléments (azote, magnésium, calcium et le bore), et est donc indispensable lors du développement du méristème.

I.1.5 Influence du sol

L'environnement physique d'implantation du verger peut avoir une incidence sur la qualité de l'huile. En général, les terres grasses produisent, comparativement des huiles moins aromatiques que les terres maigres avec des arbres moins productifs (**Çavusogluet Oktar, 1994**).

Les conséquences néfastes d'un sol argileux 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.

I.2. Les facteurs propres aux fruits

I.2.1 La variété

La variété de l'olive est l'un des principaux facteurs qui déterminent la teneur et le profil en composés phénoliques de l'huile d'olive vierge (**Fregapane et Salvador, 2013**). Plusieurs travaux de recherche ont signalé que la composition en polyphénols de l'huile d'olive est largement influencée par le cultivar (**Vekiari et al., 2010**). Cette composition constitue une propriété intrinsèque de la variété permettant la caractérisation variétale des huiles d'olives (**Gómez-Alonso et al., 2002**).

L'huile d'olive est un produit issu du métabolisme de la plante, donc elle est fortement

influencée par le cultivar dont l'influence sur les caractéristiques des fruits (taille, rapport pulpe/noyau, cycle de maturation ...), sur la lipogenèse et sur les constituants principaux et secondaires de l'huile (**Civantos, 2006**).

Le cultivar est un facteur déterminant sur la composition en polyphénols de l'huile d'olive. Cette composition varie selon le patrimoine génétique du cultivar (**Ortega-Garcia et Peragon, 2009**).

Plusieurs auteurs ont suggéré que le profil en phénols peut être utilisé pour classer les huiles d'olive vierges en fonction de la variété du fruit (**Gómez-Alonso et al., 2002**). En effet, **Gómez-Alonso et al. (2002)** ont proposé une classification variétale par le profil HPLC des composés phénoliques des principales variétés commerciales d'huile d'olive espagnole à savoir : Cornicabra, Arbequina, Picual et Hojiblanca.

I.2.2 La maturation des olives

La période de récolte appropriée est un facteur clé dans la détermination de la balance entre la quantité et la qualité de l'huile d'olive (**Dağdelen et al., 2013**).

L'effet négatif de la maturation du fruit d'olive sur la concentration des composés phénoliques de l'huile d'olive est particulièrement clair (**Servili et al., 2004**). **Brenes et al., (1999)** ont noté que les olives sur mûrées donnaient des huiles avec les teneurs les plus basses en composés phénoliques. Plusieurs auteurs ont signalé que la teneur de l'huile d'olive en composés phénoliques diminue fortement au cours de la maturation des olives (**G Bengana et al., 2013**).

Pendant la maturation, plusieurs processus métaboliques ont lieu dans les olives avec des variations suivant les profils de quelques composés. Ces changements sont réfléchis sur la classe de qualité, caractéristique sensorielle, stabilité oxydante et /ou valeur nutritive du produit obtenu. Les polyphénols, les tocophérols, les colorants, les caroténoïdes et les chlorophylles sont des exemples des composés impliqués dans ce phénomène, aussi bien que la composition en acides gras et en stérols. (**Mastaset et al., 2007**).

Selon **Boskou (2000)**, les olives saines récoltées lorsque la couleur de l'épiderme change de la verte pale au marron foncé, qui sont rapidement transportées au moulin, broyées et pressées immédiatement avec un matériel propre à une température inférieure à 30°C conduisent à une huile d'olive de haute qualité et riche en composés phénoliques.

I.3.L'origine géographique

La région de production du cultivar affecte significativement la concentration en phénols totaux de l'huile d'olive des variétés espagnoles Cornicabra (**Salvador et al., 2003**) et Arbequina (**Criado et al., 2004**), des variétés italiennes Frontoio et Leccino (**Ranalli et al., 1997**), de la variété tunisienne Chetoui (**Ben Temime et al., 2006**) et des variétés turques (**Arslan et al., 2013**). D'autres travaux de recherche ont montré que le profil en composés phénoliques se trouve aussi affecté par l'origine géographique de la variété de l'huile d'olive (**Arslan et al., 2013**).

I.4 La technologie d'extraction

I.4.1 La récolte

La récolte des olives doit s'effectuer à une période optimale permettant à la fois un bon rendement en huile et les meilleures caractéristiques qualitatives.

La récolte est un moment important qui nécessite une particulière attention étant donné ses répercussions sur la qualité de l'huile d'olive (**Argenson, 1999**).

Les modalités de récolte dépendent essentiellement des techniques de culture, des dimensions et de la forme des arbres, de la conformation des sols :

- La récolte au sol des olives : les olives tombées soit naturellement, soit lors d'utilisation de la gaule subissent des lésions qui facilitent la pénétration et le développement des micro-organismes ce qui conduit à la dégradation de la qualité d'huile d'olive qui se traduit par une augmentation de l'acidité (**Chimi, 2001**).
- La cueillette manuelle : à la main par le détachement sur l'arbre constitue le système rationnel qui assure l'obtention d'une huile de bonne qualité (**Digiovacchino, 1997**).

I.4.2 Incidence du transport :

La dernière opération qui correspond à l'agriculture c'est celle du transport de l'olive, le fruit doit arriver à l'huilerie le moins altéré possible. Le système le plus approprié et le transport dans les caisses permettant la circulation de l'air et évitant des réchauffements

préjudiciables causés par l'activité catabolique des fruits (**Barranco et al., 2001**). Il est important de séparer les olives qui se trouvent par sol et celles fraîchement cueillies (**Lopez-Villalta, 1999**).

La cueillette terminée, les olives devraient être transportées immédiatement au moulin afin de préserver leur qualité, dans des conditions assurant les moindres dégâts et altérations. A partir des fruits abîmés lors de la chute ou du transport, on tire en effet une moindre quantité d'huile qui est d'ailleurs de mauvaise qualité.

I.4.3 Le stockage des olives avant transformation

Il serait souhaitable de réaliser l'extraction au fur et à mesure des apports de fruits à l'huilerie afin que toutes les caractéristiques de l'olive puissent demeurer intactes. Le stockage des olives dans des sacs en plastique étant le moyen le plus communément utilisé pour le transport et le stockage des olives, celui-ci a des conséquences négatives sur la qualité des huiles extraites (**Koprivnjak et al., 2002**).

Au cours du 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 d'huile. Pour atténuer ces altérations, on peut opérer des stockages en silos ventilés ou grenier à olives, ou bacs superposés en matière plastique.

La durée du stockage non respectée peut causer les altérations suivantes : l'hydrolyse spontanée due à l'activité d'eau élevée des olives, l'action défavorable de la lipolyse enzymatique et l'effet néfaste de la lipolyse microbienne produite par la microflore d'olive. Le stockage inadéquat a aussi l'inconvénient d'affecter négativement les caractéristiques organoleptiques de l'huile. C'est ainsi que les huiles des olives fermentées sont caractérisées par le défaut « chaumé » alors que les huiles en provenance d'olives qui ont chaumé pendant plusieurs jours à une humidité élevée, se caractérisent par le défaut « moisi humide ». La durée de stockage des olives avant transformation doit être aussi réduite que possible. Et dans tous les cas inférieures à 3 jours car un stockage prolongé représente une cause principale de détérioration de la qualité de huile (**Ouaouichet Chimi, 2007**).

Les conditions de stockage inadéquat, température, lumière influencent sur le processus de dégradation des bisphénols en des phénols simple. En effet plusieurs auteurs ont signalé une élévation des taux de l'hydrosol et l'hydroxytyrosol dans les premier mois de stockage de huile (**Gomez Alonso et al., 2007**).

Les basses températures du stockage à 5°C retardait la disparition des composés phénoliques par rapport à des températures emboites 12°C. (**Maestro et al., 1993**). De même l'obscurité réduit considérablement le taux de perte des composés phénoliques de l'huile (**Okogeri et Tasioula-Margari, 2002**).

I.4.4 Incidence du système d'extraction

I.4.4.1 Effeillage

Cette opération est nécessaire pour éviter une coloration trop verdâtre de l'huile, se traduisant par un excès d'amertume et par une moindre aptitude à la conservation de l'huile. Le poids des feuilles à tolérer ne doit pas dépasser 1% du poids du lot d'olive à triturer. L'opération est effectuée par des machines effeuilleuse-laveuse en même temps (**Ouaouich et Chimi, 2007**).

I.4.4.2 Lavage

Il s'agit d'une opération fondamentale pour éviter les problèmes suivants :

- Une interférence des terres avec la couleur et les autres propriétés organoleptiques (odeur, goût) de l'huile.
- Une baisse du rendement d'extraction, sachant que les terres accompagnant les olives absorbent près du quart (25%) de leur poids en huile.
- Une durée de conservation réduite de l'huile dépend aussi de certaines traces métalliques dans les terres qui sont des catalyseurs de l'oxydation de l'huile.

Une augmentation de la proportion des « fonds de pile » qui entravent une bonne séparation des phases liquides (**Ouaouich et Chimi, 2007**).

Le système d'extraction influe sur la qualité de l'huile d'olive, d'où il s'est avéré nécessaire d'examiner le cycle d'extraction au cours des différentes phases :

Au cours du broyage des olives, les marteaux se sont avérés les meilleurs car ils permettent d'éliminer la rugosité de la pâte et d'élever les teneurs en pigments, tocophérols et également en composants mineurs polaires.

Utilisation des broyeurs métalliques présente plusieurs aspects négatifs notamment l'augmentation de la température de la pâte, un goût de métal est souvent communiqué à l'huile à cause de l'usure considérable des parties métalliques (**Khlf et al, 2003**). L'utilisation des broyeurs à meule assure une meilleure préparation de la pâte avec un bon rendement à l'extraction (**DI-Giovacchino, 1996**).

Au cours du malaxage, des temps et des températures élevées de la pâte peuvent affecter les processus enzymatiques, d'hydrolyse, d'oxydation et de dégradation. Pour cela, il faut maintenir une température de malaxage réduite avec une durée comprise entre 30 et 40 min. Les systèmes de séparation utilisés sont soit par pression (sans l'ajout de l'eau), soit par centrifugation (avec l'ajout de l'eau). Lors de cette phase, l'adjonction de l'eau semble avoir une incidence sensible sur la diminution du niveau des composés mineurs.

I.4.4.3 La séparation d'huile et du grignon

Pour l'unité équipée de chaîne continue avec centrifugation (système à deux phases), le rendement est meilleur et le temps de séparation est réduit à moins d'une heure. L'huile élaborée est de meilleure quantité et riche en polyphénols naturels, particulièrement les diphenol, qui sont des bons inhibiteurs contre l'oxydation de cette huile produite.

La centrifugeuse, tournant à une vitesse 3000 à 4000 tours par minute, permet de séparer l'huile et le grignon riche en eau de végétation des olives.

Cette unité disposant de centrifugeuse horizontale, n'est pas polluante car l'effluent ou l'eau de végétation n'est pas produit par contre le grignon se trouve humidifié. Pour la valorisation, il faut abaisser son humidité à 50% d'eau. Ce sous-produit doit être éloigné de l'unité pour ne pas contaminer l'huile produite qui risque d'absorber les mauvaises odeurs par la fermentation du grignon (**Ouaouich et Chimi, 2007**).

La dilution des pâtes d'olives avec de l'eau chaude au cours du système de centrifugation se traduit par une réduction de la teneur en antioxydant naturels (phénol totaux, O-diphénols) des huiles produites (**Angerosa et al, 2004**).

Les huiles produites par système de pression et de percolation sont plus riches en antioxydant naturel, mais présentent des caractéristiques sensorielles indésirables (odeur de ferment, moisi...etc) (**Aparicio et Luna, 2002**).

I.4.4.4 La conservation de l'huile d'olive

L'huile d'olive vierge, une fois extraite, doit être conservée soigneusement à tous les stades, jusqu'au moment où elle est mise à la consommation. Les conditions de stockage (matériaux utilisés, durée, température, etc.) ont un effet sur l'acidité, l'indice de peroxyde, la composition chimique de l'huile, mais également sur ses caractéristiques organoleptiques.

Les conditions défavorables durant le stockage et la conservation de l'huile réduisent sa qualité. La modification la plus importante est l'oxydation pendant laquelle les acides gras insaturés sont détruits. Ainsi, l'huile aura une odeur et un goût désagréable (**Psyllaskis et al, 1992**).

L'oxydation de l'huile s'accélère en présence de certains facteurs :

- L'oxygène : l'exposition à l'air augmente les risques d'altération oxydative et fait baisser l'indice d'iode (**Mochelakis, 1992**).
- La température : une température élevée dans les dépôts d'huile accélère l'oxydation, le stockage à une température de 10° à 15° c'est considéré comme idéal.
- La lumière : elle accélère l'oxydation en activant la chlorophylle contenue dans l'huile (**Psyllakis et al, 1980**).
- Les métaux : les métaux en principe, le fer et le cuivre agissent comme catalyseurs à l'oxydation de l'huile (**Psyllakis et al, 1980**).

1.5 L'infestation par les ravageurs

L'état sanitaire des olives revêt une grande importance concernant les caractéristiques quantitatives des composés phénoliques de l'huile d'olive (**Çavusoglo et Oktar, 1994**). L'un des principaux ravageurs des olives dans le bassin méditerranéen est la mouche de l'olive (*Bactrocera olea*) (**El Riachy et al., 2011**). Cette insecte a une influence négative sur les paramètres de qualité de l'huile d'olive ainsi que sa composition (**Tamendjari et al., 2004**).

I.6 Effet du contrôle phytosanitaire

Le non-contrôle des attaques parasitaire peut provoquer des altérations importantes sur les olives et par conséquent l'huile. Ces dégâts se manifestent par une détérioration de la qualité de l'huile, les plus habituels sont : *Bactroceraoleae*, la cochenille de l'olivier, l'œil de paon, ...etc (**Ouaouich et Chimi , 2007**) .

L'action nuisible des insectes ravageurs tels que : *bactroceraoleae* ainsi que les maladies parasitaires affectent la qualité et la quantité des deux principaux produits de l'olivier : l'huile d'olive et les olives de table (**Çavusoglu et Ohtar, 1994**). Trois types de dégâts sont causés aux olives à huile : chute prématurée des fruits attaqués, disparition d'une partie de la pulpe et diminution de la qualité de l'huile (**Michelakis, 1990**).

DEUXIÈME PARTIE

Partie expérimentale

CHAPITRE I

Matériels et méthodes

Matériels et méthode

I. Échantillonnage

Les échantillons de l'huile d'olive, utilisés dans notre étude, ont été prélevés au niveau de deux (2) régions déférentes à savoir communes de Mâatkas et Ait Toudar de la wilaya de Tizi-Ouzou, et de deux variétés différentes Chemlal et Azeradj. Notre travail expérimental est réalisé au niveau de laboratoire commun I et II du département de biologie et au niveau de l'ITAFV de Boufarik, où nous avons effectué les différentes analyses physico-chimiques.

I.1.1 Situation géographique des stations d'étude

➤ Maâtkas

Elle est située dans la daïra de Maâtkas à 30km de la ville de Tizi-Ouzou, se caractérise par un climat typiquement méditerranéen, en été, chaud, sec et doux, humide et pluvieux en hiver. Les précipitations annuelles varient entre 800 mm et 1100 mm.

La commune de Maâtkas est située au Sud-ouest de la wilaya de Tizi-Ouzou, avec une altitude de 543 m. Elle est délimitée géographiquement comme suit:

- Au Nord: par les communes de Tizi-Ouzou et Tirmatine;
- Au Sud: par les communes de Mechtras et Boghni;
- Au l'Est: par les communes de Beni Zmenzer, Beni Douala et Tizi N'Tleta;
- A l'Ouest: par la commune d'AïnZaouia.



Figure N°1 : la localisation de la région de Mâatkas

➤ Ait Toudert

Ait Toudert est l'une des communes de la daïra de Ouacif, elle s'étale sur une superficie de 34,58 Km² située à 24 Km environ de la ville de TiziOuzou.

Jouit d'un climat méditerranéen : assez chaud et sec en été froid et humide en hiver à quelques gelées matinales, la pluviométrie est assez importante (800 mm par an environs, en période printanière, le taux de la pluviométrie peut atteindre 650 mm et en été les précipitations sont de l'ordre de 130 mm), qui permet une activité agricole assez remarquable, vu l'altitude considérable de 686 m, elle est sujette à des chutes de neige des fois importantes. Du point de vue hydrographique, il s'agit d'une zone dense, car elle est située au piémont du Djurdjura bien arrosé,

La commune d'Ait Toudert est délimitée comme suit :

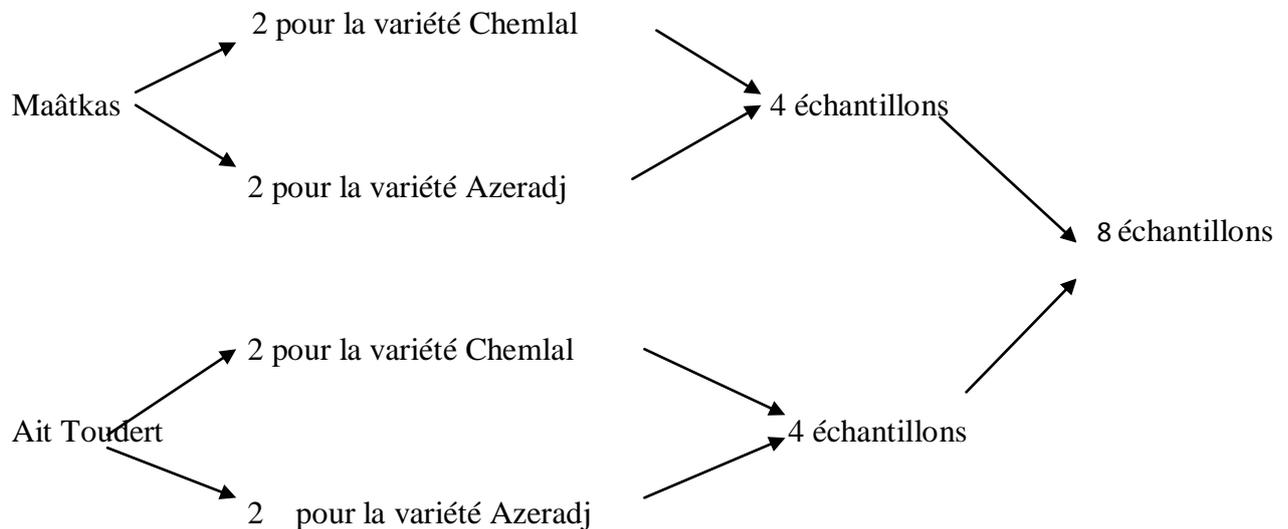
- Au Nord, par la commune de Beni Yenni ;
- A l'Est, par la commune d'Ouacif ;
- Au Sud, par les communes d'Ait Boumehdi et AgouniGueghrane ;
- A l'Ouest par les communes d'AgouniGueghrane et Ouadhias



Figure N°2 : la localisation de la région d'Ait Toudert

I.1.2 Matériel végétal

L'étude est portée sur huit (8) échantillons d'huiles d'olive (E1 à E8), issus de deux variétés d'olivier Chemlal et Azeradj, implantées dans des vergers différents de deux régions différentes, comme suit:



La récolte des olives a été effectuée au mois de septembre et l'extraction de l'huile et juste après trois jour.

I.1.2.1. Caractéristiques morphologiques des deux (2) variétés étudiées

(Source : Mendil M, Sebai A (2006) catalogue des variétés Algérien de l'olivier)

- **Chemlal**

Variété rustique et tardive, autostérile et toujours associée à d'autres variétés qui assurent sa pollinisation comme Azeradj et Sigoise. Productivité élevée et peu alternante.

Synonymes : achamlal, achamli, achemlal.

Origine : Kabylie

Diffusion : occupe 40% du verger oléicole national.

Utilisation : huile

Taux d'enracinement faible

Rendement en huile : 18 à 22%

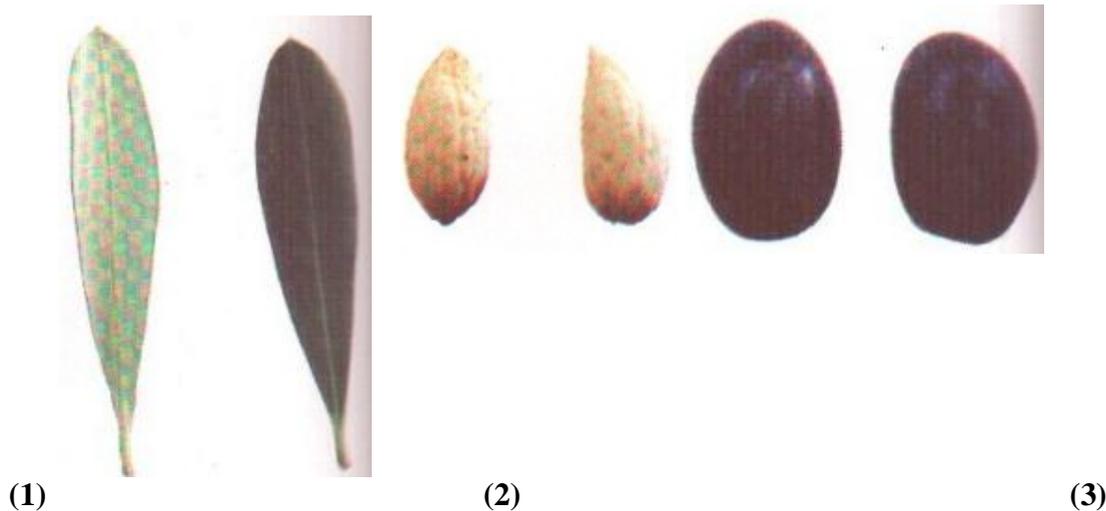


Figure (03) : caractéristiques morphologiques de la variété Chemlal.

(1) : feuille de Chemlal, (2) : forme de l'endocarpe d'olive de Chemlal, (3) : la forme d'olive de Chemlal.

▪ **Variété Azeradj :**

Variété de saison

Résistante à la sécheresse

Floraison précoce avec une intensité faible

Taux de nouaison faible 0,7%

Rapport pulpe noyau élevé 8,7

La pulpe se sépare difficilement du noyau

Productivité moyenne et alternante

Synonymes : Aradj, Adjerez.

Origine : Kabylie (Seddouk-Bejaia) :

Diffusion : occupe 10% de la superficie oléicole nationale, souvent en association avec la variété Chemlal dont elle est le pollinisateur.

Utilisation : double aptitude (huile et olives de table).

Rendement en huile : 24 à 28%

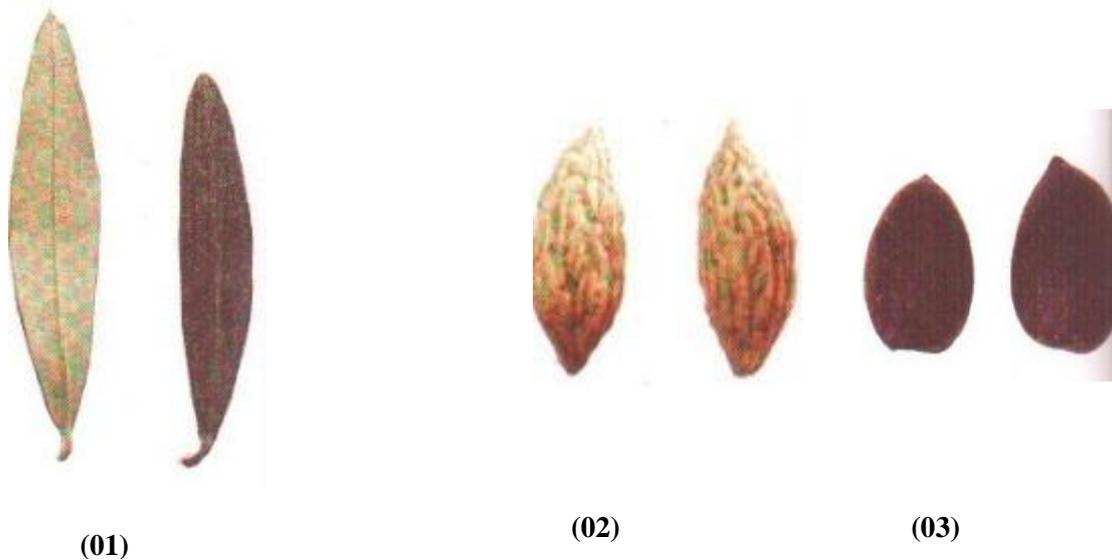


Figure (04) : caractéristiques morphologiques de la variété Azeradj.

(1) : la feuille d'Azeradj, **(2) :** la forme de l'endocarpe d'Azeradj, **(3) :** la forme d'olive d'Azeradj.

I.1.3 Extraction de l'huile

L'extraction de l'huile est réalisée au niveau du laboratoire de la pépinière de l'ITAFV de Takerietz au moyen d'un oleodoseur qui est un système de centrifugation à deux phases. Après décantation, les huiles ont été recueillies dans des flacons en verre étiquetés et mises à l'abri de la lumière à une température basse en attendant d'être analysées.

➤ Les étapes de l'extraction des huiles

-Lavage

Cette opération a pour but de débarrasser les olives de toutes impuretés, qu'elles soient d'origine végétale (feuilles, brindilles, ...) ou minérale (terre, poussières, pierres et d'autres matières solides). Ces impuretés contribuent à augmenter le taux d'acidité des huiles et à en déprécier leurs qualités organoleptiques (odeur, saveur).

Tableau N°05: Caractéristiques principales du système d'extraction de l'huile et paramètres utilisés :

Type de décanteur	A deux phases : huile et grignon humide
Broyage	A été effectué à l'aide d'un broyeur à marteau, a eu lieu dans des conditions constantes pour tous les essais;
Malaxage	Est effectué dans des bols, il a durée 30 minute ;

Centrifugation	Centrifugation; une centrifugeuse verticale à pâmer ayant une vitesse de 4845 tours/min est utilisée, durée 1 minute ;
Conservation	Après décantation naturelle, les huiles ont été recueillies dans des flacons en verre fumés étiquetés.

II. Analyse des caractéristiques physico-chimiques des huiles

Les huiles d'olive obtenues à partir des variétés objet de cette étude, ont subi des analyses physico-chimiques :

II.1 Analyses physiques

II.1.1 Teneur en eau et en matières volatiles

La teneur en eau et en matières volatiles est déterminée par la mesure de la perte en masse de l'échantillon chauffé à 103 ± 2 °C, pendant un temps suffisamment court pour éviter l'oxydation, mais suffisamment long pour permettre l'élimination total de l'eau.

❖ Expression des résultats

L'humidité est donnée par la relation suivant :

$$H (\%) = \frac{(M1-M2)}{(M1-M0)} * 100$$

Où :

H (%) : l'humidité est exprimée en pourcentage de la masse ;

M0 : le poids de la capsule vide ;

M1 : le poids de la capsule et la prise d'essai ;

M2: le poids de la capsule et la prise d'essai après le séchage.

II.1.2 Détermination de l'absorbance spécifique aux rayonnements Ultraviolet

Les extinctions spécifiques d'une huile d'olive à 232nm et à 270nm reflètent l'état d'oxydation de l'huile, plus elles augmentent plus l'huile est riche en peroxydes et en produits secondaires d'oxydation.

❖ **Expression des résultats**

L'extinction spécifique est calculée selon la formule suivante :

$$E_{1\text{cm}}(\lambda) = \frac{A\lambda}{C \times D}$$

Où :

E_{1cm}(λ): extinction spécifique à la longueur d'onde ;

Aλ: densité optique à la longueur d'onde λ ;

D : épaisseur de la cuve en cm ;

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

III.2. Analyses chimiques**III.2.1. L'acidité**

Les corps gras s'hydrolysent naturellement au cours du stockage en donnant comme résultats des acides gras libres et du glycérol. La mesure de la quantité d'acides gras libres d'un corps gras est l'un des meilleurs moyens pour déterminer son altération par hydrolyse.

❖ **Expression des résultats**

L'acidité est donnée par la relation suivante :

$$\text{Acidité (\%)} = \frac{C \cdot V \cdot M}{m \cdot 10}$$

Où :

C : concentration exacte de la solution de potasse KOH (mol/l) ;

V : volume de titrage de KOH en ml ;

M : poids moléculaire de l'acide oléique (282.5 g/mole) ;

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

III.2.2 Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde nous renseigne sur le degré d'oxydation du corps gras, il est exprimé en mg d'oxygène actif pouvant être libéré d'un échantillon de lipide.

Il consiste en un traitement d'une quantité d'huile dans de l'acide acétique et du chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI) saturée ; puis on titre l'iode libéré

par le thiosulfate de sodium (0,01N) en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré (A.O.C.S, méthode off 1960 réadaptée en 1992).

❖ Expression des résultats

L'indice de peroxyde est donné par la relation suivante :

$$IP \text{ (még/kg)} = \frac{(V-V_0)}{P} * N * 1000$$

Où :

IP : indice de peroxyde ;

V : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour la prise d'essai ;

V₀ : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc ;

P : poids en en gramme de la prise d'essai utilisée ;

N : normalité de la solution de thiosulfate de sodium (0.01N).

III-2-3 Indice d'iode

I₂ ou la quantité d'iode en gramme qui se fixe sur 100 gramme de matière grasse. Il renseigne sur la présence de doubles liaisons et le degré d'insaturation de l'huile.

❖ Expression des résultats

L'indice d'iode est donné par la relation suivante :

$$I_2 = \frac{(V_0-V)*N}{P} * 12.69 \text{gd'iode}$$

Où :

V₀ : volume en ml de la solution Na₂S₂O₃ utilisé pour l'essai à blanc ;

V : volume en ml de la solution Na₂S₂O₃ utilisée (titrations) ;

P : poids en gramme de la prise d'essai ;

N : normalité de thiosulfate (0.1N).

III.2.4 Indice de saponification

La quantité de KOH en mg qui réagit avec les acides gras libres d'1g d'huile. Le principe de cette méthode est basé sur la saponification d'une prise d'essai du corps gras par

KOH alcoolique sous réfrigérant à reflux pendant une heure et titrage de KOH par une solution d'acide chlorhydrique HCL en présence de phénophtaléine comme indicateur coloré.

❖ Expression des résultats

L'indice de saponification est donné par la relation suivante :

$$IS = \frac{(V1 - V2) * 28.05}{M}$$

Où :

V1 : ml d'Hcl 0.5 N utilisé pour l'essai à blanc ;

V2 : ml d'Hcl utilisé pour l'échantillon ;

28.05 : mg de KOH contenus dans 1ml de la solution éthanolique de potasse 0.5 N ;

M : poids de l'échantillon d'huile.

III.3. Analyse de la composition chimique de l'huile d'olive

III.3.1 Les composés phénoliques

L'huile d'olive contient des composés phénoliques simples et complexes qui augmentent sa stabilité et lui confèrent des propriétés anti oxydantes et modulent sa saveur (**Brenes et al., 2002**) et (**Visioli et al., 1998**). Les composés phénoliques contribuent fortement au goût piquant, à l'astringence et à l'amertume des huiles (**Brenes et al., 2000**).

La technique utilisée pour l'extraction des composés phénoliques est celle utilisée par **Vasquezroncero et al., 1973**. Celle-ci consiste en une extraction par une solution aqueuse à 40% de méthanol.

La courbe d'étalonnage, ainsi que les valeurs des absorbances à 750 nm obtenues par spectrophotomètre UV-Visible des solutions analysées, nous permettent de déterminer leur teneur en composés phénoliques.

III.3.2 les pigments

La détermination de la teneur en chlorophylles et en caroténoïdes a été effectuée conformément à la méthode décrite par **Minguez-mosquere et al.,(1991)**.

III.3.2.1. La teneur en chlorophylles

Il est réalisé dans les huiles vierges telles que l'huile d'olive en raison de la stimulation par les chlorophylles des phénomènes oxydatifs et d'apparition de radicaux libres sur les doubles liaisons des acides gras. Les chlorophylles jouent un rôle important dans la stabilité oxydative de l'huile d'olive, grâce à leur activité antioxydante dans l'obscurité et pro-oxydante dans la lumière.

La méthode de dosage de chlorophylle est basée sur l'existence d'une bande d'absorbance spécifique pour ces composés donnée par un spectrophotomètre visible. Mesure l'absorbance à 670 nm pour les chlorophylles.

❖ Expression des résultats

La teneur en chlorophylle, exprimée en mg/kg, est donnée par la formule suivante :

$$\text{Chlorophylle en (mg/kg)} = \frac{A_{670} \times 10^6}{613 \times 100 \times d}$$

Où :

A: absorbance à la longueur d'onde indiquée

d: épaisseur de la cuve.

III.3.2.2. La teneur en caroténoïdes

Les caroténoïdes, en particulier le β -caroténoïdes, sont des antioxydants efficaces en raison de leur capacité à éteindre les espèces radicalaires de l'oxygène. (**Van den berg *et al.*, 2000**).

❖ Expression des résultats

La teneur en caroténoïde, exprimée en mg /kg, est donnée par la formule suivante :

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

Où :

A: absorbance à la longueur d'onde indiquée

d : épaisseur de la cuve.

III.3.3 La teneur en acide gras

Les acides gras des huiles sont analysés par chromatographie en phase gazeuse (CPG) sous forme d'esters méthyliques préparée conformément à la norme NF T60-233 Mai 1977.

➤ Principe

Le corps gras est estérifié en présence de méthanol. Les esters méthyliques d'acides gras sont séparés sur une colonne polaire et sont enlevées en fonction de leur poids moléculaires. La surface correspondant à chacun d'eux est calculée et rapportée à la surface totale des différents acides gras pour obtenir un pourcentage.

IV. Analyse statistique

L'interprétation des résultats d'analyses obtenues est basée sur une analyse statistique par l'utilisation d'un logiciel Stat Box.

L'analyse statistique consiste en une analyse de la variance à deux facteurs (la région et la variété).

CHAPITRE II

Résultats et discussion

I. Analyse physique

I.1 la teneur en eau et en matières volatiles

L'huile peut renfermer des traces d'eau ayant pour origine les procédés d'extraction ainsi que les tissus végétaux. Cette eau constitue un facteur limitant de la conservation de l'huile d'olive et susceptible d'avoir une incidence sur sa qualité, pour cette raison l'eau doit se présenter à un seuil minimum ou complètement absente dans l'huile. Quant aux matières volatiles, elles proviennent essentiellement du stockage suite à une altération oxydative (Karleskind., 1992).

Le tableau 6 et la figure 5 illustrent les résultats de la teneur en eau et en matière volatiles des échantillons d'huile d'olives étudiées.

Tableau N° 6 : Valeurs de la teneur en eau et en matières volatiles des échantillons analysés (%).

Région	Variété	Valeur maximale	Valeur minimale	Moyenne \pm E
Maâtkas	Chemlal	0,011	0,003	0,006 \pm 0,003
	Azeradj	0,004	0,001	0,002 \pm 0,001
Ait Toudert	Chemlal	0,171	0,002	0,034 \pm 0,067
	Azeradj	0,021	0,005	0,011 \pm 0,005

Ces résultats montrent que les échantillons présentent des valeurs $<$ à 0.2 conformes à la limite établie par le COI (2015). Ces teneurs varient entre 0.002 à 0.171% et de 0.001 à 0.021% pour la variété Chemlal et Azeradj respectivement.

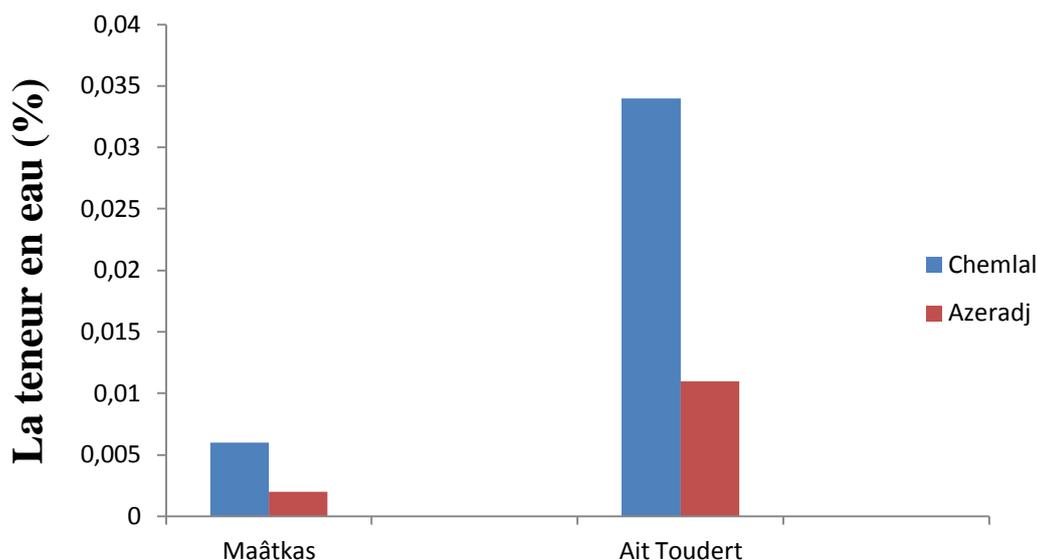


Figure N° 5 : Valeurs moyennes de la teneur en eau et en matières volatiles des huiles échantillonnées (%).

La figure 5, illustre des teneurs moyennes en eau et matières volatiles plus élevées dans l'huile produite des deux variétés de la région d'Ait Toudert comparativement aux variétés de la région de Maâtkas, cette différence peut être expliquée par l'influence des conditions environnementales dominantes notamment la pluviosité (Alves *et al.*, 1995).

La teneur en eau pour la variété Chemlal est plus élevée comparativement à celle de la variété Azeradj.

La présence de l'eau dans l'huile est considérée comme impureté et susceptible d'avoir une incidence sur sa qualité (Romain *in j et al.*, 2006).

L'analyse de la variance à deux facteurs a montré que l'effet de la variété ($p=0,36125$) et l'effet de la région ($p=0,19746$) ainsi que l'interaction entre les deux facteurs ($p=0,49921$), montrent un effet non significatif sur la teneur en eau des huiles étudiées. Cela est vérifié par le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% (Annexe 11).

I.2. l'absorbance au rayonnement UV

L'absorbance de la lumière UV par les huiles est en relation avec la nature, le nombre et la position des doubles liaisons. Les hydro peroxydes absorbent au voisinage de 232 nm et les produits secondaires d'oxydation tels que les aldéhydes et les cétones sont quantifiés à 270 nm (Karlskind., 1992).

Les absorbances dans l'UV à 232 nm sont donc significatives de l'auto oxydation et du degré de stabilité de l'huile au cours de stockage (Sifi *et al.*, 2001).

I.2.1.L'extinction spécifique à 232 nm

Les diènes conjugués et les produits primaires d'oxydation des acides gras se forment par réarrangement des doubles liaisons du radical alkyle des acides gras polyinsaturés, lorsqu'ils ont une structure diénique conjuguée tel que l'hydro peroxyde linoléique, absorbent la lumière au voisinage de 232 nm.

Tableau 7 : Résultats de mesure de l'extinction spécifique à 232 nm des huiles analysées.

Région	Variété	Valeur maximale	Valeur minimale	Moyenne $\pm E$
Maâtkas	Chemlal	3,125	2,998	3,074 \pm 0.08
	Azeradj	3,334	3,217	3,282 \pm 0.05
Ait Touder	Chemlal	3,505	3,393	3,447 \pm 0.06
	Azeradj	3,283	2,95	3,109 \pm 0.17

Les absorbances des huiles testées à 232 nm oscillent entre 2.95 à 3.505 pour les deux variétés des deux régions. Ces résultats sont supérieurs à la norme du **COI (2015)** ≤ 2.5 .

Les résultats des extinctions UV à 232 nm des échantillons analysés sont représentés dans l'histogramme suivant :

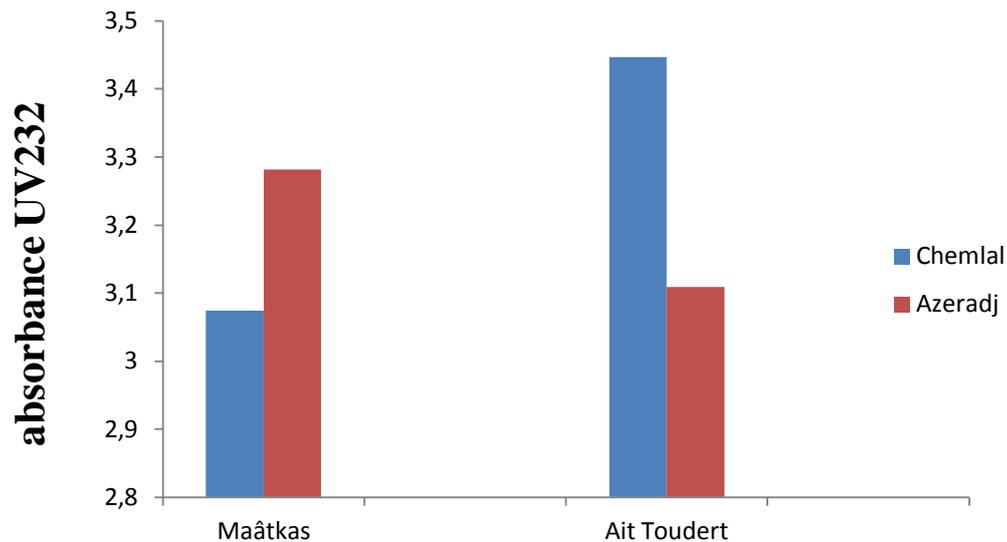


Figure 6 : Valeurs moyennes de l’extinction spécifique à 232 nm des huiles analysées.

Les valeurs moyennes de l’extinction spécifique à 232 nm varient selon la région et la variété (figure 6). En effet les valeurs moyennes enregistrées pour la variété Chemlal augmentent de façon linéaire jusqu’à atteindre la valeur maximale pour la région d’Ait Toudert ($3,447 \pm 0,013$). Contrairement aux valeurs obtenues pour la variété Azeradj, elles sont plus faibles mais restent toujours supérieures aux normes fixées par le **COI (2015)**. Ceci nous permet de dire que toutes les huiles échantillonnées sont riches en produits d’oxydation primaires.

(**Kiritsakis et al.,1998**), signalent que l’origine géographique n’a aucune influence significative sur ces paramètres analytiques qui, sont fondamentalement affectés par des facteurs endommageant les fruits tels que l’attaque par les mouches, le matériel de la récolte, le transport et le stockage des olives.

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 (**Tanouti, 2010**).

L’analyse de la variance à deux facteurs ressort que le facteur variété agit d’une façon non significative ($p= 0,24492$). Aussi l’effet de la région sur cet indice est non significatif ($p= 0,08231$). Cela est vérifié par le test de **NEWMAN-KEULS** au seuil de 5%.

L'interaction entre les deux facteurs, montre un effet très hautement significatif ($p=0,00029$) sur l'extinction spécifique à 232 nm des huiles étudiées. Cela est vérifié par le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% regroupant les échantillons d'huiles d'olive dans 3 groupes homogènes (Annexe12).

I.2.2 L'extinction spécifique à 270 nm

Les triènes conjugués (dans le cas de la présence d'acides gras à trois doubles liaisons) et les produits secondaires d'oxydation tels que les aldéhydes et cétone α - insaturés, absorbent la lumière vers 270 nm.

Tableau N° 8 : Valeurs de l'extinction spécifique à 270 nm des échantillons analysés.

Région	Variété	Valeur maximale	Valeur minimale	Moyenne $\pm E$
Maâtkas	Chemlal	0,217	0,161	0,182 \pm 0,026
	Azeradj	0,176	0,163	0,169 \pm 0,005
Ait Toudert	Chemlal	0,172	0,151	0,162 \pm 0,010
	Azeradj	0,884	0,202	0,541 \pm 0,381

Les absorbances à 270 nm des huiles analysées oscillent entre 0.151 à 0.217 pour la variété Chemlal qui sont dans la norme du **COI (2015)** ≤ 0.22 , et entre 0.163 à 0.884 pour la variété Azeradj.

Dans ce cas, on remarque que tous les échantillons étudiés sont dans la norme du **COI (2015)**, seulement le deuxième échantillon de la région d'Ait Toudert est supérieur à la norme du **COI (2015)**, et se traduit par sa richesse en produits secondaires d'oxydation.

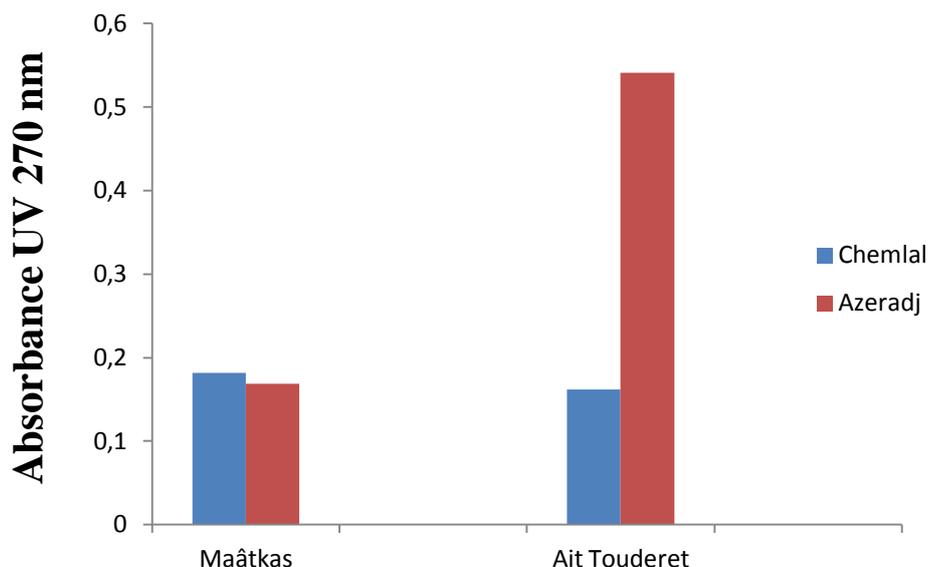


Figure N° 7: Valeurs moyennes de l’extinction spécifique à 270 nm des huiles analysées.

Les Valeurs moyennes de l’extinction spécifique à 270 nm pour la variété Azeradj sont plus élevées comparativement à celles de la variété Chemlal.

Les produits secondaires d’oxydation augmentent avec la quantité d’eau présente dans l’huile. Ceci peut être dû à une matière première de qualité inférieure (ex : olives piquées) et un stockage inadéquat ou prolongé. Comme il existe d’autres facteurs tels que les pigments chlorophylliens, les métaux provenant d’impuretés. Ainsi que les olives abimées ou blessées en contact prolongé avec l’air, qui favorisent l’oxydation des huiles. (Chimi, 2006).

L’analyse de la variance à deux facteurs a montré que l’effet de la variété est non significatif ($p=0,07775$). Aussi l’effet de la région représente une influence non significative ($p= 0,08799$). Cela est vérifié par le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% (Annexe13). Ainsi que l’interaction entre les deux facteurs ($p=0,06051$), montrent un effet non significatif sur l’extinction spécifique 270 nm.

II. Analyses chimiques

II. L’acidité

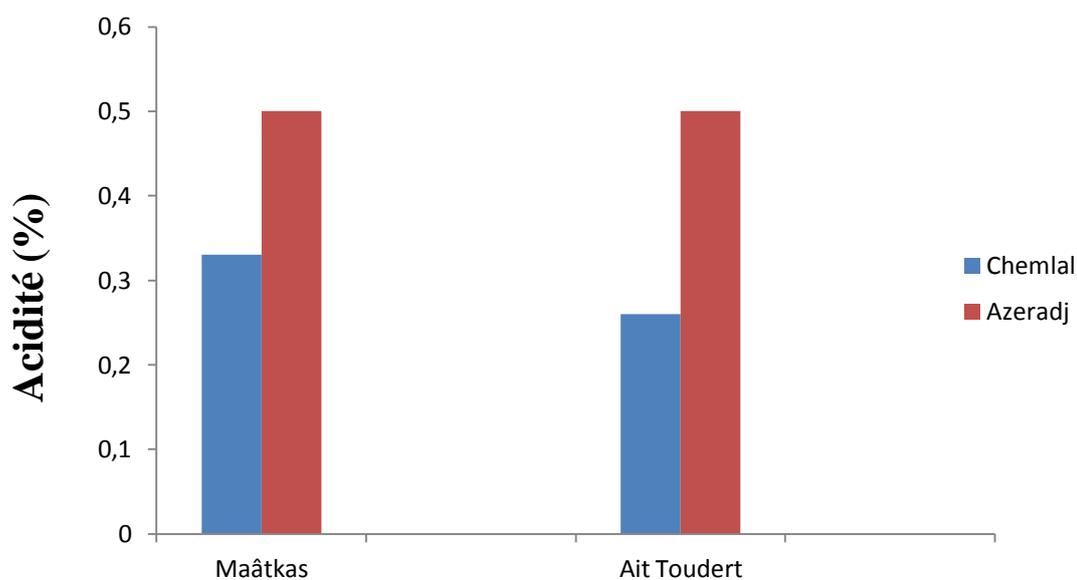
L’acidité est un critère important, permet de classer les huiles en différentes catégories en fonction de leur teneur en acides gras libres (Manai et al., 2006). Elle nous renseigne principalement sur l’altération des triglycérides à la suite d’une hydrolyse chimique ou enzymatique lorsqu’ils se trouvent dans des conditions propices (Adriain et al., 1998).

Tableau N° 9 : Les Valeurs d'acidité des échantillons analysés.

Région	Variété	Valeur maximale	Valeur minimale	Moyenne \pm E
Maâtkas	Chemlal	0,5	0,2	$0,33 \pm 0,13$
	Azeradj	0,7	0,3	$0,5 \pm 0,15$
Ait Toudert	Chemlal	0,4	0,2	$0,26 \pm 0,08$
	Azeradj	0,7	0,4	$0,5 \pm 0,1$

Le tableau 9 nous montre que les valeurs des huiles produites à partir des deux variétés étudiées de deux régions sont sans exception des huiles d'olives vierge extra, dont les valeurs d'acidité sont comprises dans l'intervalle stipulé par la norme du **COI (2015)** toujours inférieures ou égales à 0.8 %. C'est une conséquence directe d'une récolte effectuée à la main et une extraction à l'oléodoseur sans procéder au stockage des olives, tout en préservant le fruit à l'état sain.

La figure ci- dessous illustre la différence entre l'huile d'olive des deux cultivars Azeradj et Chemlal :

**Figure N° 8** : Valeurs moyennes du taux d'acidité des huiles analysées.

L'acidité pour la variété Azeradj est plus élevée comparativement à celle de la variété Chemlal.

Le cultivar Azeradj peut être distingué par rapport au cultivar Chemlal par une valeur légèrement supérieure (0.5%). Selon **Garcia et al., (1996)**, il est possible d'expliquer cette augmentation par rapport aux autres échantillons par l'hydrolyse des triglycérides lors de la maturation sous l'activité des lipases endogènes naturellement présentes dans les fruits, étant donné qu'elle présente un stade de maturation plus avancé.

Selon **Tanouti et al., (2011)**, les facteurs responsables d'acidité élevée sont liés au non respect des bonnes pratiques de récolte et de fabrication d'huile d'olive. Par ailleurs, et selon (**Garcia, 1996**) les conditions de stockage des olives (température et humidité) favorisent une hydrolyse des triglycérides et apparition des acides gras libres.

Plus une huile d'olive sera extraite avec des olives de moindre qualité, plus son taux d'acides gras libres sera élevé (**Milhau, 2013**).

Nos résultats sont soumis à une analyse de la variance à deux facteurs: la variété et région. Il en ressort de ce traitement statistique que le facteur variété agit d'une façon hautement significative ($p=0,006$), par contre, la région a une influence non significative ($p=0,5$) sur l'acidité des huiles étudiées ; cela est vérifié par le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5%, regroupant les échantillons d'huiles d'olive dans 2 groupes homogènes. L'interaction entre les deux facteurs, montre un effet non significatif ($p=0,5$) (Annexe 14).

II. Indice de peroxyde

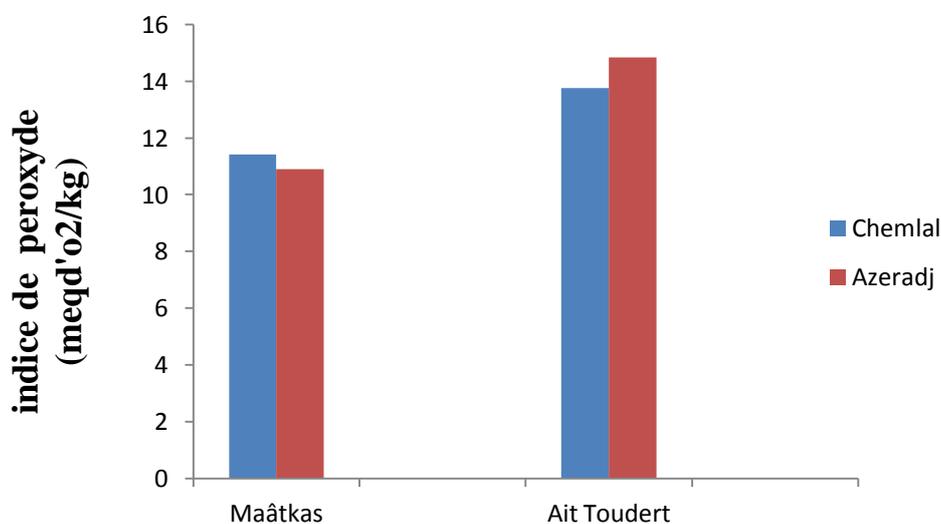
La détermination de la teneur en peroxyde ou en hydro peroxydes dans les huiles permet d'évaluer le niveau d'oxydation primaire produite au cours du stockage et/ou la transformation de l'huile. La formation des peroxydes est due à la présence de l'oxygène dissout dans l'huile et de certains catalyseurs (UV, eau, enzymes, trace de métaux, etc) (**Osawa et al., 2007**).

Les teneurs moyennes, minimales, maximales de l'indice de peroxyde des huiles analysées (még d'O₂) sont présentées dans le tableau ci-dessous :

Tableau N° 10 : Résultats de mesure de l'indice de peroxyde des huiles analysées.

Région	Variété	Valeur maximale	Valeur minimale	Moyenne $\pm E$
Maâtkas	Chemlal	18,5	4,5	11,41 \pm 6,22
	Azeradj	13	8	10,91 \pm 1,74
Ait Toudert	Chemlal	17,5	9,5	13,75 \pm 3,32
	Azeradj	19	10	14,83 \pm 3,72

Les valeurs des indices de peroxyde varient de 4.5 à 18.5 (**méq d'O₂/Kg**) pour la variété Chemlal et de 8 à 19 pour la variété Azeradj, qui reste toujours inférieure à **20 méq d'O₂/kg**, limite maximale fixée par le **COI** pour l'huile d'olive vierge.

**Figure N°09** : Valeurs moyennes de l'indice de peroxyde des échantillons analysés (meqO₂/kg).

D'après nos résultats présentés dans l'histogramme au dessus, on remarque qu'il y'a une légère différence entre les valeurs moyennes de l'indice de peroxyde des huiles échantillonnées au niveau de deux variété (Chemlal et Azeradj) pour les deux régions.

La moyenne la plus élevée est celle d'Azeradj d' Ait Toudert, et la plus faible enregistrée au niveau de Maâtkas de la variété Chemlal.

L'indice de peroxyde pour la variété Azeradj est plus élevé comparativement à celle de la variété de Chemlal.

Il faut noter que l'indice de peroxyde augmente avec la maturité des olives, et surtout à la suite d'un choc thermique, consécutivement à un gel 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**).

Selon (**Perrin, 1992**), plus la durée de stockage se prolonge, plus l'indice de peroxyde est élevé et cette élévation est due aux peroxydes, formés lors de l'oxydation des AGI.

Les métaux de transition (Fe, Cu) provenant des impuretés (terre, poussières) en contact des olives, se comportent comme des initiateurs et favorisent l'oxydation des triglycérides et des acides gras insaturés (**Chimi, 2006**)

Selon **Ouaini (2005)**, les procédés d'extraction ont un impact direct sur la qualité de l'huile produite. Par exemple, une température supérieure à 28°C au cours du malaxage risque d'altérer sérieusement la qualité de l'huile.

L'analyse de la variance à deux facteurs a montré que l'effet de la variété ($p=0.85754$) et l'effet de la région ($p=0.03715$) ainsi que l'interaction entre les deux facteurs ($p=0,64516$), montrent un effet non significatif sur l'indice de peroxyde des huiles étudiées. (Annexe 15).

II.3 Indice d'Iode

L'indice d'iode mesure la richesse des huiles en acides gras insaturés, c'est la quantité d'iode fixée en gramme par 100 g de graisse (**Derache R., 1977**). L'évolution de cet indice est une bonne mesure des huiles face à l'oxydation.

Toutes les valeurs obtenues indiquent que l'indice d'iode des huiles analysées est conforme aux normes fixées par le **COI (2006)**, qui prévoit des valeurs comprises entre 75 et 94 pour les huiles d'olives vierge.

Les résultats de l'indice d'iode des huiles analysées sont présentés dans le tableau suivant :

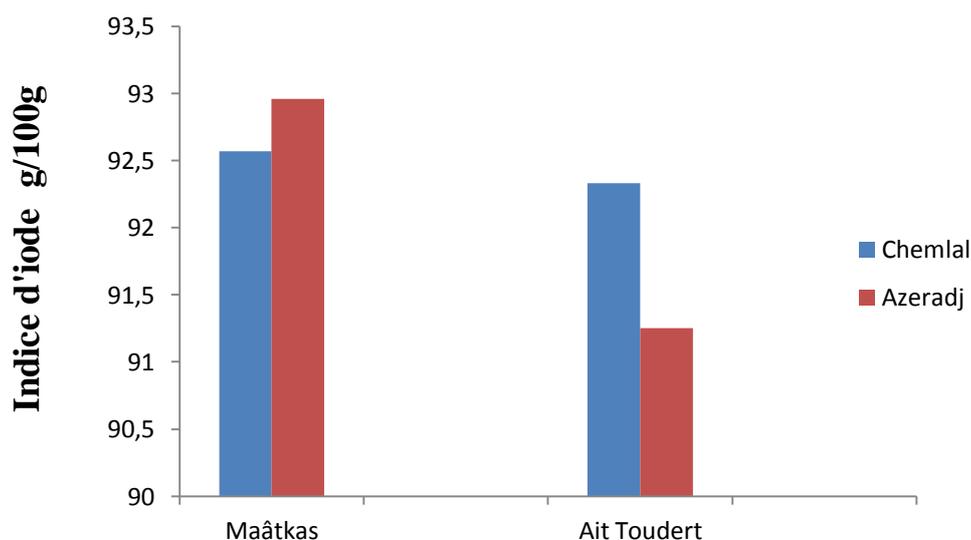
Tableau N° 11 : Résultats de mesure de l'indice d'iode des huiles analysées.

Région	Variété	Valeur maximale	Valeur minimale	Moyenne \pm E
Maâtkas	Chemlal	94	90,73	92,57 \pm 1,35
	Azeradj	94	90,73	92,96 \pm 1,32
Ait toudert	Chemlal	94	90,73	92,33 \pm 1,07
	Azeradj	93,27	89,46	91,25 \pm 1,47

D'après les valeurs dressées dans le tableau 11 et illustrées par la figure 10, nous remarquons que les valeurs moyennes d'indice d'iode des huiles étudiées sont presque les mêmes pour les deux variétés (Chemlal et Azeradj) dans les deux régions, qui restent des valeurs conformes aux normes fixées par le **COI (2006)**, qui prévoit des valeurs comprises entre 75 et 94 pour les huiles d'olive vierge.

Il n'ya pas une différence entre la variété Azeradj et la variété Chemlal pour l'indice d'iode.

Les résultats de l'indice d'iode sont illustrés dans l'histogramme suivant :

**Figure N° 10**: Valeurs moyennes de l'indice d'iode des échantillons analysés.

Les valeurs de l'indice d'iode sont influencées par le stockage. En effet, un stockage inadéquat et prolongé des olives conduit à un rancissement par oxydation des huiles extraites qui se manifeste surtout quand le fruit est blessé et en présence d'air. Ce phénomène est le résultat de la dégradation des acides gras insaturés et l'altération chimique des huiles sous l'effet de la chaleur lors de l'addition d'eau chaude au moût huileux au niveau du séparateur centrifuge, ainsi que la durée du malaxage (**Chimi, 2006**).

L'analyse de la variance à deux facteurs a montré que l'effet de la variété n'est pas significatif ($p= 0,749$). Aussi l'effet de la région représente une influence non significative ($p= 0,509$), ainsi que l'interaction entre les deux facteurs ($p=0,697$), montre un effet non significatif sur l'indice d'iode des huiles étudiées. (Annexe 16).

II.4. Indice de saponification

L'indice de saponification est techniquement, la quantité en milligrammes de KOH qui réagit avec un gramme d'huile lors de la saponification de cette huile. Il nous renseigne en effet sur la longueur des chaînes des acides gras constitutifs des triglycérides.

Plus l'indice de saponification est élevé, plus la chaîne carbonée est courte. (**Lion, 1955**).

Tableau N°12 : Résultats de mesure de l'indice de saponification des huiles analysées.

Région	Variété	Valeur maximale	Valeur minimale	Moyenne $\pm E$
Maâtkas	Chemlal	194,94	166,8	180,18 \pm 11,14
	Azeradj	211,77	180,79	199,57 \pm 12,6
Ait Toudert	Chemlal	192,14	175,31	183,02 \pm 6,06
	Azeradj	200,55	189,33	193,54 \pm 4,052

La détermination de l'indice de saponification est importante car il permet de caractériser le poids moléculaire et la longueur moyenne des chaînes grasses auxquelles il est inversement proportionnel (plus le poids moléculaire PM de la longueur moyenne des acides gras est élevée, plus l'indice de saponification est faible). Les valeurs obtenues sont situées hors l'intervalle de la norme du COI qui préconise un intervalle de 184 et 196 pour l'huile

d'olive vierge, ce qui explique la richesse en courtes chaînes d'acides gras de nos huiles, sauf pour la variété Azeradj de la région d'Ait Toudert qui est conforme à la norme de **COI (2015)**.

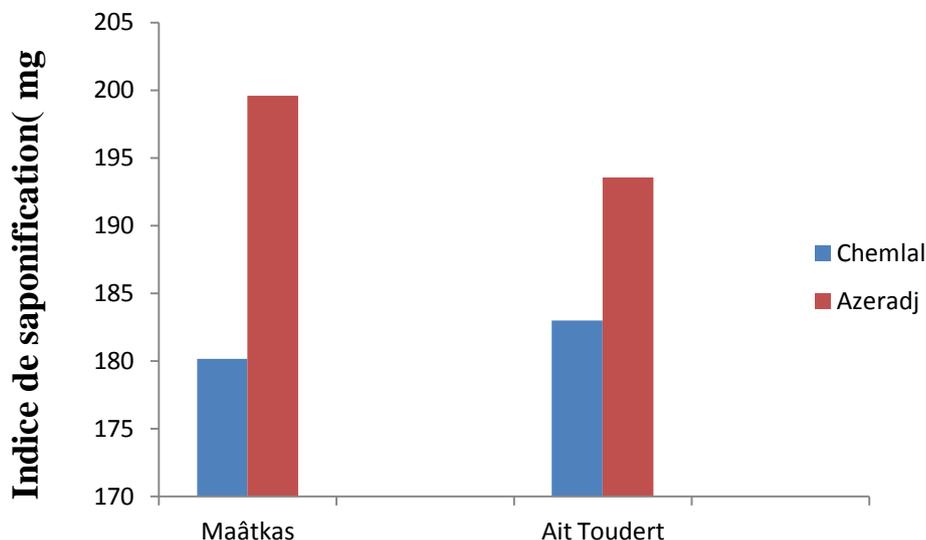


Figure N° 11 : Valeurs moyennes (mg/g) de l'indice de saponification des échantillons analysés.

D'après la figure ci-dessus les valeurs moyennes de l'indice de saponification varient selon la variété et la région, en effet on remarque une moyenne élevée (199.57 ± 10.6 mg /g, $193,54 \pm 4,052$ mg/g) dans les échantillons de la variété Azeradj pour les deux régions Maâtkas et Ait Toudert respectivement, et la moyenne la plus faible a été enregistrée dans la variété Chemlal de Maâtkas (180.18 ± 11.14 mg/g) et les deux moyennes ne sont pas conformes à la norme du **COI (2015)**.

L'indice d'iode de la variété Azeradj est plus élevé comparativement à celle de la variété Chemlal.

L'analyse de la variance à deux facteurs a montré que l'effet de la variété ($p= 0,88368$) et l'effet de la région ($p= 0,84862$) ainsi que l'interaction entre les deux facteurs ($p= 0,9622$), montrent un effet non significatif sur l'indice de saponification des huiles étudiées. (Annexe 17).

III.3. Analyse de la composition chimique de l'huile d'olive

III.3. 1. Les composés phénoliques

L'huile d'olive vierge est quasiment la seule huile contenant des quantités notables de substances phénoliques naturelles, qui lui confèrent son goût si particulier, à la fois amer et fruité (Perrin, 1992). Ces composants antioxydants dans les olives sont également responsables de la stabilité d'huile d'olive (Visio li et al, 1998).

Tableau N°13 : Résultats de la teneur en composés phénolique dans huiles analysées.

Région	Variété	Valeur maximale	Valeur minimale	Moyenne $\pm E$
Maâtkas	Chemlal	128,54	44,58	90,74 \pm 52,03
	Azeradj	53,3	40,12	46,93 \pm 5,8
Ait Toudert	Chemlal	93,12	77,75	83,88 \pm 6,61
	Azeradj	40,62	32,28	36,6 \pm 3,62

Les résultats observés présentent une variation importante entre les échantillons étudiés confirmés par des valeurs maximales de 128.54 ppm et 53.3 ppm et minimales de 44.58 ppm et 32.28 ppm pour les deux variétés (Chemlal et Azeradj) respectivement. Les valeurs moyennes des composés phénoliques sont plus importantes dans l'huile de la variété Chemlal comparativement à la variété Azeradj.

Les valeurs moyennes des polyphénols totaux des échantillons analysés pour les deux variétés sont présentées dans la figure suivante :

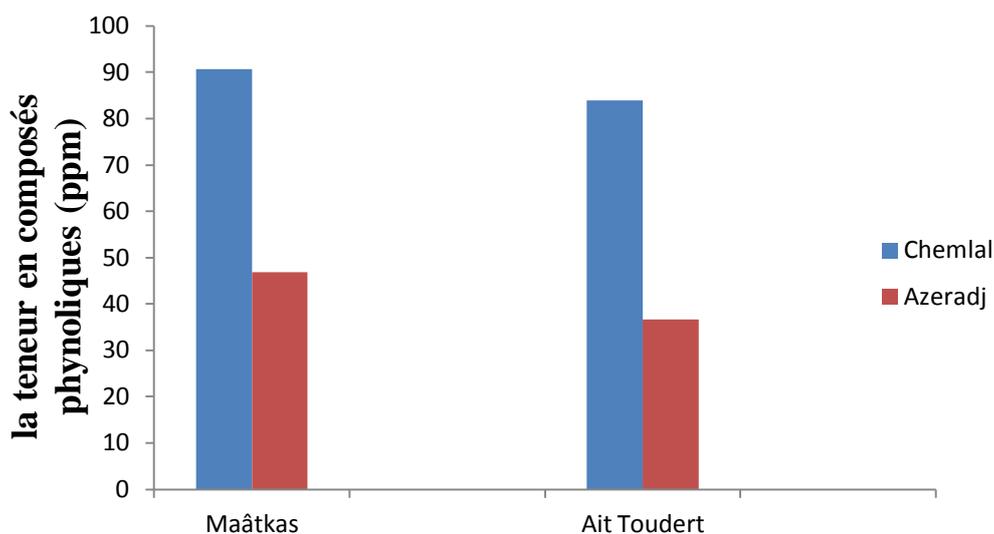


Figure N°12 : Résultats de la teneur en composés phénoliques dans les huiles analysées.

La figure 12 montre que la teneur en composés phénoliques est variable selon le génotype de la variété, elle varie entre 32.28 ppm pour Azeradj et 128.54 ppm pour Chemlal, les valeurs moyennes des composés phénoliques sont plus importantes dans l'huile de la variété Chemlal, ce que nous permet de dire que cette variété est riche en composés phénoliques par rapport à la variété Azeradj.

Les résultats de la teneur en composés phénoliques totaux obtenus dans les échantillons d'huiles des deux variétés montrent des teneurs très faibles comparativement aux résultats obtenus par (Issaouim M et al, 2010) et (Ouni Y et al, 2010) qui varient de 172.5 à 572.5 ppm et de 483.89 à 859.81 ppm respectivement. Ces faibles valeurs enregistrées peuvent être attribuées à différents facteurs tels que les conditions et la durée de stockage des olives et de l'huile après l'extraction (Panaro et al, 2003).

La concentration des composés phénoliques en relation avec l'acidité et particulièrement l'indice de peroxyde, fait ressortir le rôle de ces composés dans la stabilité de l'huile.

D'après les résultats obtenus, la valeur moyenne de la teneur en composés phénoliques de l'huile d'olive échantillonnées est faible, Selon le C.O.I (2015), l'huile d'olive extra vierge doit contenir 153 à 694 ppm.

Cette valeur faible de la teneur en composés phénoliques serait aussi attribuée à :

- La variété d'olive (CHIMI, 2006).

- Stade de maturité (**DUGO et al., 2004**).

L'analyse de la variance à deux facteurs a montré que l'effet de la région n'est pas significatif ($p=0,53904$). Par contre l'effet de la variété représente une influence significative (0.00476), Cela est vérifié par le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% regroupant les échantillons d'huiles d'olive dans 2 groupes homogènes.

L'interaction entre les deux facteurs, montre un effet non significatif ($p=0,89928$) sur les composés phénoliques. (Annexe 18).

III.3.2 Analyse des pigments

III.3.2.1. La teneur en chlorophylles

Les chlorophylles jouent un double rôle, celui de l'antioxydant à l'obscurité et celui de pro-oxydant (photo-sensibilisateur) à la lumière favorisant l'oxydation des acides gras insaturés (**Graille, 2003**).

Selon **Perrin (1992)**, une huile d'olive vierge présente une fourchette de valeurs en chlorophylles variante entre 1 et 10 ppm.

Tableau N° 14 : Teneurs en chlorophylle des huiles analysées (ppm).

Région	Variété	Valeur maximale	Valeur minimale	Moyenne $\pm E$
Maâtkas	Chemlal	1,158	0,227	0,646 $\pm 0,32$
	Azeradj	0,978	0,75	0,872 $\pm 0,08$
Ait Toudert	Chemlal	1,158	0,358	0,761 $\pm 0,28$
	Azeradj	1,256	0,58	0,902 $\pm 0,28$

La teneur en chlorophylle des huiles testées (voir le tableau) est variable d'un cultivar à un autre, elles fluctuent entre 0.227 ppm et 1.158 ppm, et entre 0.58 ppm et 1.256 ppm, pour Chemlal et Azeradj respectivement.

Les moyennes sont inférieures à la norme. Les valeurs supérieures sont trouvées chez la variété Chemlal des deux régions et celle d'Azeradj de la région d'Ait Toudert, celles-ci

sont supérieures à ,1 donc sont conformes à la norme du **COI (2015)**, qui doit être comprise entre 1 à 10 ppm pour les huiles d'olive vierges.

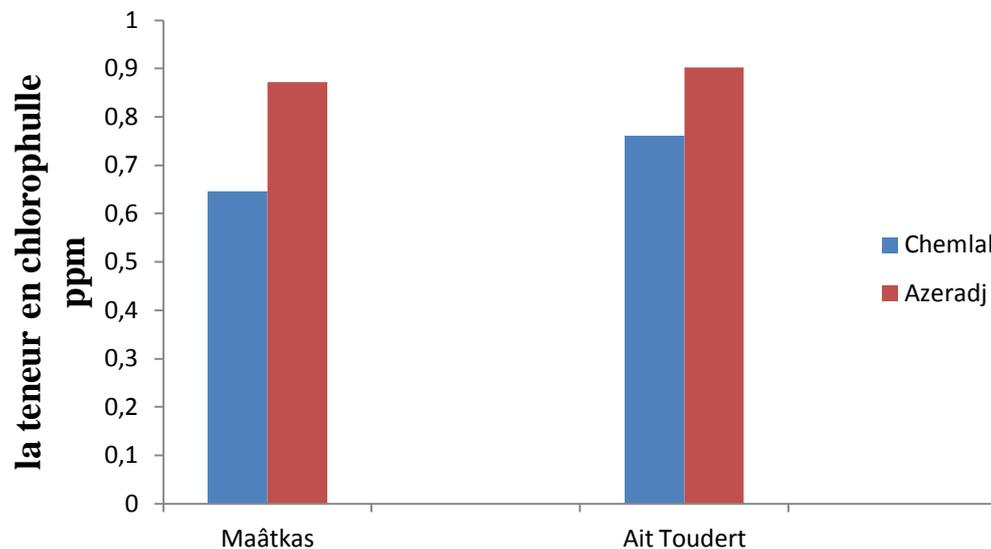


Figure N° 13 : La teneur moyenne en chlorophylles des échantillons d'huile analysés (ppm).

La teneur moyenne en chlorophylles d'après la figure13, est légèrement plus élevée dans l'huile de la variété Azeradj et on a remarqué qu'il n'y'a pas de différence entre les deux régions.

La teneur en chlorophylles pour la variété Azeradj est plus élevée comparativement à celle de la variété Chemlal.

Les faibles quantités en chlorophylle enregistrées chez les deux variétés Azeradj et Chamlel des deux régions s'expliquent soit par la maturation qui influence sur la teneur en pigments chlorophylliens, car au cours de celle-ci les chlorophylles qui sont présentes dans le fruit non mûr se dégradent et subissent des transformations dans les chloroplastes ; plus la maturation progresse, plus l'activité photosynthétique diminue ainsi que la concentration des chlorophylles diminue progressivement. A la fin de la maturation, la couleur violette dans l'olive est le résultat de la formation des anthocyanines (**Garcia et al., 2007**), soit par l'effet variétal qui exerce une grande influence sur la quantité et la qualité des pigments chlorophylliens (**Rojas et Minguéz-Mosquera, 1996**).

En outre le système d'extraction cause des pertes dans la teneur due à la transformation en phéophytine par enlèvement de l'ion Mg^{2+} .

L'analyse de la variance à deux facteurs a montré que l'effet de la variété n'est pas significatif ($p=0,07778$). Aussi l'effet de la région représente une influence non significative ($p=0,48458$).

L'interaction entre les deux facteurs montre un effet non significatif (0,67923) sur les composés chlorophylliens. (Annexe19).

III.2 Les caroténoïdes

Les caroténoïdes sont des éléments essentiels de l'huile d'olive responsable de la couleur jaune, elles possèdent des propriétés antioxydantes (inhibiteurs très efficaces de la photo-oxydation induite par les pigments chlorophylliens et pro vitamine A), (**Roca et Minguez- Mosquera, 2001**).

Les teneurs en caroténoïdes des échantillons d'huiles d'olives analysés sont indiquées dans la figure et le tableau ci- dessous :

Tableau N° 15 : La teneur en caroténoïde des échantillons de l'huile analysés (ppm)

Région	Variété	Valeur maximale	Valeur minimale	Moyenne $\pm E$
Maâtkas	Chemlal	0,695	0,6	$0,65 \pm 0,04$
	Azeradj	0,735	0,535	$0,633 \pm 0,08$
Ait Toudert	Chemlal	1,175	0,6	$0,917 \pm 0,26$
	Azeradj	1,89	0,75	$1,307 \pm 0,56$

Les teneurs des huiles étudiées en caroténoïdes varient de 0.535 ppm à 1.89 ppm pour les deux variétés dans les deux régions, d'après le tableau on remarque que 100% des échantillons analysés présentent des valeurs dans la limite établie par la norme commerciale du Conseil Oléicole International (**COI, 2015**) pour les huiles d'olives extra vierge qui s'étend de 0.3 à 7.7 mg /g, mais qui reste toujours faible.

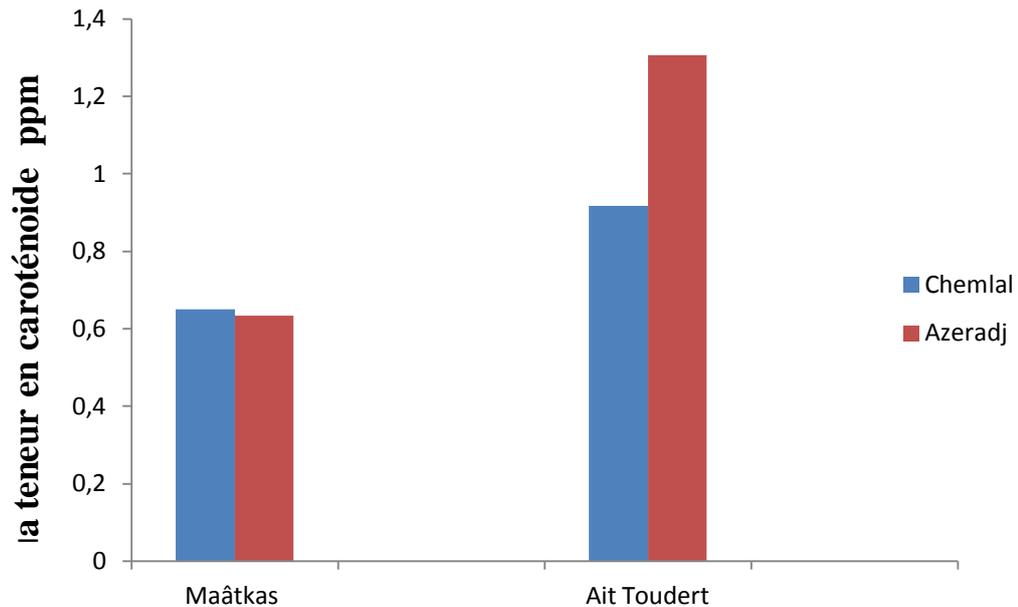


Figure 14 : La teneur moyenne en caroténoïdes des huiles analysées (ppm).

La teneur moyenne en caroténoïdes est plus élevée dans la variété Azeradj de la région d'Ait Toudert avec des valeurs de 1.307 ppm, contrairement aux valeurs de Maâtkas qui présentent des valeurs moins élevées 0.633 ppm.

On remarque que les valeurs de la variété Azeradj sont plus élevées que celles de Chemlal à Ait Toudert par contre les valeurs des deux variétés sont presque les mêmes à Maâtkas

Cette faible teneur enregistrée en ces pigments est due au fait que les caroténoïdes s'oxydent rapidement à cause de leur degré d'insaturation élevé, la longue chaîne de double liaisons conjuguées (Graille, 2003).

D'après Gimeno *et al.*, (2002), la teneur en caroténoïdes dépend du degré de la maturation. En effet, au cours de la maturation, la teneur en caroténoïdes diminue graduellement. Cette diminution devient prononcée avec l'augmentation de la synthèse des anthocyanes (Roca et Minguéz-Mosquera, 2001). La diminution de la teneur en caroténoïdes au cours de maturation peut être due également à l'oxydation de ces pigments comme second substrat au cours de la peroxydation lipidique sous l'action des lipoxygénases (Minguéz-Mosquera *et al.*, 1990).

L'analyse de la variance à deux facteurs a montré que l'effet de la variété n'est pas significatif ($p= 0,08603$). Par contre l'effet de la région représente une influence

significative (0.00338), Cela est vérifié par le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% regroupant les échantillons d'huiles d'olive dans 2 groupes homogènes.

L'interaction entre les deux facteurs, montre un effet non significatif ($p=0,06699$) sur les caroténoïdes. (Annexe20).

III.3 Composition en acides gras

En tant que principaux constituants de la matière grasse, les acides gras constituent un paramètre important pour la caractérisation des huiles d'olives. Or, c'est du point de vue quantitatif que les acides gras permettent de faire la distinction entre différents échantillons (**Dhifi et al., 2002**), car l'analyse de la composition des acides gras totaux est qualitativement similaire entre tous les échantillons de l'huile d'olive (**El antari A.; Hilal A.; Bboulouha B et El moudni A., 2000**).

Tous les échantillons d'huiles analysés présentent des teneurs en différents acide gras répondant aux normes établies par le **COI. 2015** pour l'huile d'olive vierge extra.

Tableaux N° 16 : composition en acides gras totaux des huiles issues des deux variétés d'huile d'olive Chemlal et Azeradj (en % des acides gras totaux)

	Région	Ait toudert		Maâtkas	
Acide gras	Variété	Azeradj	Chemlal	Chemlal	Azeradj
C16:0	Acide palmitique	22.83%	16.28%	18.27%	16.78%
C16:1ω9	Acide Palmitoleique	2.97%	1.73%	2.17%	1.19%
C17:0	Acide margarique	0.08%	0.4%	0.08 %	Trace
C18:0	Acide stéarique	2.47%	1.88%	1.81%	1.98%
C18:1ω9	Acide oléique	53.09%	68.87%	63.43%	63.44%
C18:2ω6	Acide linoléique	17.58%	10.03%	13.12%	15.14%
C18:3ω3	Acide linoléique	0.62%	0.46%	0.46%	0.64%
C20:0	Acide arachidique	0.28%	0.38%	0.34%	0.42%
C20:1ω9	Acide gondoïque	Trace	0.24%	0.17 %	0.27%

La technique chromatographie en phase gazeuse (CPG) nous a permis de quantifier neuf acides gras dans la matière grasse issus de l'huile d'olive des deux variétés : 04 acides gras saturés qui sont l'acide palmitique, acide margarique, acide stéarique, acide arachidique. Et 05 acides gras insaturés dont 03 sont mono-insaturés : acide palmitoléique, acide oléique, acide gondoïque, et 02 autres sont polyinsaturés : l'acide linoléique, l'acide linoléique.

Les teneurs en acide oléique (C18 : 1) varient de 53.09% à 63.44% et de 63.43% à 68.07%, (voir tableau 16) respectivement pour les variétés Azeradj et Chemlal et ces valeurs sont conformes à la norme de **COI (2105)** qui doit être compris entre 55 à 83%.

L'acide palmitique (C16 :1 ω 9) est l'acide gras saturé majoritaire quantifié dans les huiles analysées, sa teneur varié de 16.78% à 22.83% et de 16.28% à 18.27%, (voir tableau 16) respectivement pour les variétés Azeradj et Chemlal et qui sont conformes à la norme de **COI (2015)** qui sont de 7.5 à 20 %.

Pour les autres acides gras on remarque que :

L'acide linoléique (C18 :3 ω 3) : tous les échantillons présents des valeurs conformes à la norme établie par le **COI 2015** qui doit être ≤ 1 .

L'acide stéarique (C18 :0) et l'acide gondoïque (C20 :1 ω 9): tous les échantillons étudiés ont des teneurs conformes à la norme fixée par le **COI (2015)**, qui doit être comprise entre 0.5 à 5% et entre 0 à 0.3% pour l'acide stéarique et l'acide gondoïque, respectivement.

L'acide arachidique (C20 : 0) : tous les échantillons conformes à la norme établie par le **COI (2015)** qui doit être ≤ 0.6 .

L'acide linoléique (C18 :2) et acide margarique (C17 :0) : tous les échantillons étudiés conformes à la norme établie par le **COI (2015)**, quoi doit être ≤ 1 et entre 0 à 0.3 % pour l'acide linoléique et l'acide margarique respectivement.

Compte tenu des résultats obtenus et en se référant à la norme de commercialisation des huiles d'olive du (**COI, 2015**). Nous concluons que les huiles des échantillons étudiés répondent aux normes fixées.

Le pourcentage de l'acide linoléique (C18:2) paraît plus important comparativement aux autres acides gras insaturés, ceci peut être expliqué par la présence de l'enzyme, l'Oléate désaturase qui transforme l'acide oléique (C18 : 1) en acide linoléique au cours de la maturation (**Gutiérrez et al, 1999**). La variation dans le contenu des acides oléique et Linoléique observée dans nos huiles d'olive est probablement en relation avec les facteurs génétiques et les conditions environnementales durant le développement du fruit et la maturité (**Ben Temmime et al, 2006**).

Et selon **Cimato** -(1990), la récolte retardée favorise l'augmentation du taux des acides gras insaturés, notamment l'acide linoléique, au détriment de l'acide palmitique.

D'autres acides gras sont présents en faible pourcentage dans nos échantillons d'huile d'olive toutes régions confondues et d'autres quantifiés en traces (<0,1%). De plus, nous remarquons que les huiles d'olive de la variété Azeradj sont plus riches en acides gras poly insaturés avec des pourcentages allant de 0.46 à 0.64 % et de 10.03 à 17.85% (voire le tableau 16) pour l'acide linoléique et linoléique respectivement .

Les acides gras mono-insaturés ont une grande importance en raison de leurs implications nutritionnelles et leurs effets sur la stabilité oxydative des huiles (**Abaza et al, 2003**).

La composition en acide gras de l'olive est un paramètre important dans la durée de conservation qui est quantitativement affectée par le facteur principal tel que la variété de l'olive utilisée dans la production de l'huile.

CONCLUSION GÉNÉRALE

Conclusion générale

Conclusion générale

L'intérêt donné à l'huile d'olive porte essentiellement sur ses caractéristiques organoleptiques et sa composition biochimique. La connaissance de notre patrimoine variétal, sa bonne gestion et son exploitation pourront contribuer à améliorer la filière oléicole en Algérie.

Cette étude a porté sur la caractérisation, physicochimique de deux variétés d'huiles d'olives issues de deux régions de la wilaya de Tizi ouzou (Maâtkas et Ait Toudert) à savoir Chemlal et Azeradj.

A la lumière des résultats obtenus, il ressort ce qui suit :

Toute les facteurs physico chimiques analysés répondent aux normes établies par le COI, hormis les valeurs d'extinction à 232 nm et l'indice de saponification toute variétés confondues.

En matière des valeurs conformes, la variété Chemlal présente des taux élevés en eaux et en composés phénoliques par rapport à la variété Azeradj. Et des valeurs moins élevées en acidité et en chlorophylle. Qui s'explique par la qualité des fruits ainsi que les techniques de trituration.

Les pourcentages d'acidité des échantillons analysés des deux variétés sont compris entre 0.26 ± 0.08 et 0.5 ± 0.15 , nous permettant de les classer dans la catégorie des huiles d'olive vierges extra (**COI, 2015**) (≤ 0.8).

Les valeurs des indices de peroxyde sont assez élevés pour certains échantillons d'huiles, mais inférieures aux taux maximums admis par les normes internationales (≤ 20 meqO₂/kg), montrant ainsi leur sensibilité à l'oxydation.

Les valeurs de l'indice d'iode montrent que tous les échantillons analysés sont conformes à la norme de **COI (2015)**, situées dans les valeurs supérieures.

Toute fois, Les valeurs d'indice de saponification des huiles échantillonnées sont situés hors de l'intervalle de la norme du COI qu'il est fixé entre 184 et 196 pour l'huile d'olive vierge, hormis pour la variété Azeradj de la région d'Ait Toudert qui est conforme a la norme de **COI (2015)**.

Un autre paramètre a été étudié, c'est la composition en polyphénols totaux. Cependant les résultats montrent que l'huile de la variété Chemlal a une teneur plus élevée que la variété Azeradj. Les polyphénols passent dans l'huile lors de son extraction et sont

Conclusion générale

considérés comme des antioxydants naturels qui la protègent contre l'oxydation, ils lui confèrent une meilleure stabilité lors du stockage, une saveur amère et une sensation de piquant (**Tanouti K. et al., 2011 ; Ollivier D. et al., 2004**).

La teneur en pigments chlorophylliens est un facteur important à considérer surtout pour la conservation et la qualité organoleptique d'une huile.

L'analyse des pigments colorants révèle que l'huile de la variété Azeradj renferme des quantités plus élevées en chlorophylle, soit une moyenne de 0.902 ± 0.28 ppm.

Concernant les caroténoïdes, on a enregistré des teneurs faibles mais qui reste toujours dans la norme de **COI (2015)**, ceci est due probablement au stade de récolte. Ainsi les valeurs moyennes de la variété Azeradj se trouvent légèrement supérieurs au niveau d'Ait Toudert.

En matière des acides gras, les huiles analysées sont caractérisées par leurs teneurs moyennes en acides gras saturés, leurs richesses en acides gras mono insaturés et leurs faibles teneurs en acide gras polyinsaturés. La richesse en acide oléique de ces huiles leur donne une place très importante dans l'alimentation humaine en contribuant dans la protection de la santé des consommateurs par la réduction du cholestérol plasmatique et LDL.

Afin d'obtenir une huile vierge, bien classée selon les normes du COI en extra vierge, ayant de bonnes caractéristiques de qualité et une composition répondant aux normes, nous contribuons quelques considération d'ordre pratique pour corriger les défaillances des agriculteurs :

- ❖ Respecter la période optimum de récolte (stade de fin véraison) ;
- ❖ Éviter l'utilisation du gaulage au moment de la récolte ;
- ❖ Utilisation des caisses en plastique lors du stockage et du transport des olives ;
- ❖ Diminuer la durée de stockage des olives chez l'oléiculture et au niveau d'huilerie ;
- ❖ Conserver les olives dans un endroit frais et aéré, à l'abri des intempéries ;
- ❖ Stocker les huiles dans des récipients : des bouteilles en verre opaque, aux températures adéquates et à l'abri de la lumière.

RÉFÉRENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

Référence bibliographique

- **ABAZA, L.BEN TTEMIME, S M'SALLEM, M. DAOUD, D. ZARROUK, M et CHERIF, A. (2003).** Etude comparative de la lipogenèse chez quelques variétés d'olivier cultivées en Tunisie. Riv. Ital.Dell Sost. Gr., 80 : 297-306.
- **ABDULHUSSAIN K.H ET ABDULHUSSAIN M.S.** influence of gibberelic aide on the germination the seeds of olive – tree olea europaea L .j of central European Agric 2004, 13^{ème} édition : Masson, Paris, p : 209- 222.
- **ADRIAN J., POTUS J., POIFFIAI TA., DAVVILIER P., (1998)** : Introduction à l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaires, Ed. Tec et Doc, Lavoisier.
- **ALVES M C.PINHERIO. FERNANDA. QUINTAS. NORBERTO A R C et MORIAS, 1995.** Rapport entre l'indice de maturation et les processus chimiques déterminant du rendement et de la qualité de l'huile d'olive chez les variétés « Conserva de Elvas » « Bial de Castelo Branco ».Olivae, 57
- **AMIROUCHE M (1977)** Contribution à la caractérisation des principales variétés d'olivier cultivées en Kabylie par l'analyse des donnés biométriques et morphologiques. Thèse de magister. Inst. Nat.Agr., El-Harrach. 47p.
- **ANGEROSA A., TAMENDJARI F., BELLAL M, (2004).** Influence of *Bactrocera oleae* infestation on olive oil quality during ripening of Chemlal olives. Ital. J. Food Sci. 16 (3), 343-354.
- **ANGEROSA F, et DI GIOVACCHINO, L. (1996).** Naturel antioxidants of virgin olive oil obtained by two and three-phase centrifugal decanters. Grasas y Accites, 47 (4): 247-254.
- **APARICIO, R. ET LUNA, G. (2002)** Characterization of monovarietal virgin olive oils. European Journal of Lipid Science and Technology, 104: 614-627.
- **ARSLAN D., KARABEKIR Y. AND SCHREINER M. (2013).** Variation of phenolic compounds, fatty acids and some qualitative characteristics of *Sariulak* olive oil as induced by growing area. *Food Research International*, 54: 1897-1906.
- **ASSMAN A. ET WAHBURG U .2000.** Effet des composants mineurs de l'huile d'olive sur la santé. (2ème partie).
- **BALDY CH., 1990 –** Le climat de l'olivier (*Olea europea*) volume jubilaire du professeur P.QUAZEL. Ecole méditerranéenne XVI, 1990, pp : 113-121.
- **BARRANCO D., FERNANDEZ –ESCOBAR R., RALLO L (2001).** El cultivo del olivo.p. 38-51-551-562-573-599,602-611.
- **BEN TEKAYA.I , HASSOUNA .M ;** Effets des chlorophylles , du beta carotène , de l'alphatocophérol, du tyrosol et de leur interaction sur la stabilité oxydative de l'huile d'live tunisienne , OCL Vol 14 N°1 Janvier-février 2007
- **BEN TEMMIME S. TAAMALLI W.BACCOURI B. ABAZA L. DAOUD D. et ZARROUK M, (2006).** Changes in olive quality of chétoui variety according to origin of plantation. Journal of Food Lipid, N° 13,pp :88-99.
- **BENGANA M., BAHOUICHE A., LOZANO-SANCHEZ J., AMIR Y., YOUYOU A., SEGURA-CARRETERO A. AND FERNANDEZ-GUTIERREZ A. (2013).** Influence of olive ripeness on chemical properties and phenolic composition of *Chemlal* extra-virgin olive oil. *Food Research International*, 54: 1868-1875.

Référence bibliographique

- **BENHAYOUN G. et LAZZERI Y (2007)** L'olivier en Méditerranée : du symbole à l'économie. Editions L'Harmattan. Paris, - p137. PP17.
- **BENRACHOU N., 2013.** Etude des caractéristiques physicochimiques et de la composition biochimique d'huiles d'olive issues de trois cultivars de l'Est Algérie. Thèse de Doctorat en biochimie Appliquée. Université Badji Mokhtar Annaba. P : 27-37.
- **BESNARD G., BERVILLE A., (2005).** Les Origines de l'Olivier (*Olea europaea* L.) et des oléastres. Ed. AITAE, AEP.
- **BOSKOU D. (2000).** Olive oil In Mediterranean Diets. *World Review. Nutrition Diets*
- **BOUDERBA, R.** L'huile d'olive. Document de l'ITAF. 2004, p : 7.
- **BRENES, M. GARCIA, A. GARCIA, P. RIOS, JJ. ET GARRIDO, A. (1999)** Phenolic compounds in Spanish olive oil. *J Agri. Food Chem*, 47 : 3535-40. y, 50 (23): 6812-6817
- **BRIKCI N., 1993** - Efficacité d'un traitement insecticide optimisé sur le ravageur de l'olive *Dacus oleae* dans la région de Tlemcen. Mémoire D.E.S biologie, Univ. Tlemcen, 93 p.
- **CALADO. F et FAUSTO. J, 1987** – l'olivier, Vol I, 1^{er} Edit. Milan, 120 p.
- **CAMPS., 1984** – L'olivier et l'homme, Vol I, 1^{er}, Edit Louis F, 105p.
- **CAVISOGLU A, OKTAR A, (1994).** les effets des facteurs agronomiques et des conditions de stockage avant la mouture sur la qualité de l'huile. *Oliva*. N°52, PP. 18-24.
- **CHEFTEL G.C. ET CHEFTEL H. 1980.** Introduction à La biochimie et à La technologie Des Aliments. Ed .*Tec & Doc*.1 :250-251.
- **CHIMI H, 2001.** Qualité des huiles d'olive au Maroc, enquête National et analyse au mensuel d'information et de liaison du PNTTA, transfert de technologie en agriculture, N° 79, pp 5-9.
- **CHIMI H, 2006.** Technologie d'extraction de l'huile d'olive et les gestions de sa qualité. Bultin mensuel d'information et de liaison du PNTTA, Transfert de technologie en Agriculture. N° 141.
- **CHRISTOPOULOU E, LAZARAKI M et ALEXIOU F.** La qualité de l'huile d'olive vierge grecque. Critères chimique et organoleptique. *Oliva*, Avril 1995, N°56.p.54-59.
- **CIMATO ANTONIO, 1999.** La qualité d'huile d'olive et les facteurs agronomiques *Olivae*. N°3, pp : 20-31.
- **CIMATO, A. MATTEI, M. OSTI,** Variation of polyphenol composition with harvesting period. *Acta Hort*. 286, 453–456 (1990).
- **CIVANTOS, S.** La situation et les tendances des techniques ministères de l'agriculture, la pêche et l'alimentation, Jaen Espagne. CIHEAM Option Méditerranéennes, 2006, PP. 35-40.
- **CNUCED.** L'huile d'olive. Information de marché dans le secteur des produits de base, 2004. <http://r0.unctad.org/infocomm/francais/olive/culture.htm> [En ligne] (Page consultée le 19 mars 2007).
- **COI, (2013)** conseil oléicole international .norme commercial applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive.

Référence bibliographique

- **COI, (2015)** conseil oléicole international .norme commercial applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive.
- **COI, (2003)**(Normes commerciales applicables aux huiles d'olive et huile de grignon d'olive). T. 15/NC. 1(3).
- **COI/T.15/NC N° 2/Rév. N° 9,10 juin 1999** : Norme du Conseil Oléicole International. Norme commerciales applicable à l'huile d'olive et a l'huile de grignon d'olive.
- **CRIADO M. N., MORELLO J. R., MOTILVA M. J. AND ROMERO M. P. (2004)**. Effect of growing area on pigment and phenolic fractions of virgin olive oils of the *Arbequina* variety in Spain. *Journal of American Oil Chemists' Society*, 81: 633-640.
- **DAGDELEN A., TÜMEN G., ÖZCAN M. M. AND DÜNDAR E. (2013)**. Phenolic profiles of olive fruits (*Olea europaea L.*) and oils from *Ayvalik*, *Domat* and *Gemlik* varieties at different ripening stages. *Food Chemistry*, 136: 41-45
- **DE BARRY N., (1999)**. L'Abécédaire de l'huile d'olive. Éd. Flammarion, France, page 86
- **DERACHE R., (1977)** : physiologie et biochimie de la nutrition. Ed. Paris, Doin Editeur, 11 P.
- **DHIFI W., MAALAOUI B., ZITOUN B., et MARZOUK B. (2002)**. Influence du système d'extraction sur la qualité organoleptique de l'huile d'olive de Tunisie. *La Rivista Italiana Delle Sostanze Gresse*, V LXXIX.245-249.
- **DI GIOVACCHINO L.** L'influence des systèmes d'extraction sur la qualité de l'huile d'olive. *Olivae*, 1996, N°63, p.52-63.
- **DOUZANE M.ET BELLAL M.M. 2005**. contribution à la caractérisation des huiles de quelques variétés, populations d'olive algériennes : étude de quelques composés mineurs de la fraction insaponifiable. *Olivae*,N°103. 33-41.
- **DSA DE TIZI-OUZOU, 2016**.
- **FADLI E, 1997**.Technologie de production et de conservation de l'huile. In : Encyclopédie mondiale de l'olivier. COI.Espagne .pp : 253-290.
- **FANTANAZZA G., et BALDONI L., 1990** – Proposition pour un programme d'amélioration génétique de l'olivier, *Revue Olivae* n°34, Décembre 1990, PP : 32-39.
- **FIORINO et GRIFI., 1992** – L'olivier technique et pratique, Edi, R. Leonardo, 75p.
- **GARCIA M.J., SELLER S., PEREZ- CAMINO M.C., (1996)**: Influence of fruit ripening and olive oil quality.*J. Agric. Food chem.*N° 44. PP: 3516-3520
- **GIMENO E., CASTELLOTE A.I., LAMUELA-RAVENTOS RAVENTOS R.M., DE LA TPRRE M.C., and LOPEZ-SABATER M.C. (2002)**. The effects of harvest and extraction methods on the antioxidant content (phenolics, -tocopherol, β -carotene) in virgin olive oil.*Food Chemistry*, 101, 833-837.
- **GOMEZ-ALONSO S., SALVADOR M.D. AND FREGAPANE G. (2002)**. Phenolic compounds profile of *Cornicabra* virgin olive oil. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50 (23): 6812-6817.
- **GOMEZ-ALONSO S., SALVADOR M.D. AND FREGAPANE G. (2002)**. Phenolic compounds profile of *Cornicabra* virgin olive oil. *Journal of Agricultural and Food Chemistr*

Référence bibliographique

- **GRAILLE J, 2003.** Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec & Doc Lavoisier paris.
- **GUINARD J.L., DUPONT F., 2004.** Abrégé de botanique : Systématique moléculaire,
- **GUTIERREZ F.GUTIERREZ B. JIMENEZ A. RUIZ et ALBI M, 1999.**effect of olive ripeness on the oxidative stability of virgin olive oil extracted from the vvariétés piccual and Hojiblanca and on the different component involved, journal of Agricultural and Food Chemistry. Vol 47, pp : 121-127.
- **GOMEZ-ALONSO S., MANCEBO-CAMPOS V., SALVADOR M. D. AND FREGAPANE G. (2007).** Evolution of major and minor components and oxidation indices of virgin olive oil during 21 months storage at room temperature. *Food Chemistry*, 100: 36–42.
- **ISSAOUI M DABBOU S.ECHABILI A. RJIBA I. GAZZAH N.TRIGUI A et HAMMAMI M, (2007).** Biochemical characterisation of some Tunisia virgin olive oils obtained from different cultivars growing in Sfax National Collection. *Journal of Food, Agriculture & Environment*, 5(1): 17-21.
- **JACOTOT B.(1997).**intérêt nutritionnel de la consommation de l’huile d’olive. Oléagineux, corps Gras, lipides, volume 4, numéro 5,373-4, septembre-octobre 1997.
- **KALUA, C.M. ; ALLEN M, S. ; BEDGOOD, JR. D.R... et al.** Olive oil volatile compounds, flavour development and quality: A critical review. *Food Chemistry*, 14p, 2006.
- **KARLE SKIND., (1992) :** Manuel des corps gras. Ed. Tec et Doc – Lavoisier. V1.PP : 221-222.
- **KHLIF M., REKIK H. et AROUS M.N.** la chaîne continue dans l’extraction de l’huile d’olive en Tunisie : technique d’utilisation. *Olivae* Avril 2003, V96, p. 38-42.
- **KHOUMERI L (2009)** Influence de la photopériode, des milieux de culture et des hormones de croissance sur le développement in-vitro des embryons et des microboutures de l’olivier (*Olea europaea* L.) Var Chemlal. Thèse. Ing. 100p.
- **KIRITSAKIS A. et OSMAN M.** Effet du B-carotène et de l’ α -tocopherol sur la stabilité photo-oxydative de l’huile d’olive. *Olivae*, Avril 1995, N° 56, p. 25-28.
- **KOPRIVNJAK O, CONTEL L ET TOTIS N.** Influence of olive storage inbags on oil quality and composition of volatile compounds. *Food Technol,Biotechnol*, 2002, V 40,p 129-134.ISSN :1330-9862.
- **LAZZERI YVETTE. (2009).** Les défis de la mondialisation pour l’oléiculture méditerranéenne.
- **LION PH., (1955).** Travaux pratiques de chimie organique.Ed. Dunod, Paris.
- **LOPEZ-VILLALTA M.C. (1999).** Contôle des parasites et des maladies de l’olivier. Ed : Conseil pléicole international 25-61-65-81-180-181-187-312.
- **LOUSSERT R. et BROUSSE C., 1978 –** L’olivier, Techniques culturales et productions méditerranéennes, Edit, C.P, Maisonneuve et larouse, Paris, 437p.
- **MAESTRO R., GARCIA J.M. AND CASTELLANO J.M. (1993).** Changes in polyphenol content of olives stored in modified atmospheres. *Hortscience*, 28: p 1.

Référence bibliographique

- **MANAI H.** Variabilité de la composition de l'huile d'olive de quelques hybrides obtenus par croisement dirigés. Economie, Science et Technique, *Olivae*, Décembre 2006, N° 106, p. 17-31.
- **MATOS L.C., CUNHA S.C., AMARAL J.S., PEREIRA J.A., ANDRADE P.B., SEABRA R.M. AND OLIVEIR B.P.P (2007).** 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.
- **MENDIL M, SEBAI A (2006).** Catalogue Algérien des variétés d'olivier, l'olivier en Algérie : aperçu sur le patrimoine génétique autochtone 104p.
- **MICHELAKIS N.** L'amélioration de la qualité de l'huile d'olive en Grèce, passé, présent et avenir. *Olivae*, 1992, N°30, p. 22-30.
- **MILHAU B., 2013.** Passion olive. Acidité de l'huile d'olive. [http:// www .passion olive. Com](http://www.passionolive.com).
- **MINGUEZ MOSQUERA M. I. et GANDUL-ROJAS B., (1996)**-Chlorophyll and carotenoid composition in virgin olive iols from various Spanish olive varieties.*J.Sci food Agric.N°, pp: 31-39.*
- **MINGUEZ- MOSQUERA M.I., GANDUL-ROJAS B., GARRIDO-FERNANDEZ J., and GALLARDO-GUERRERO L. (1990).** Pigments present in virgin olive oil.*Journal of Amerriican oil Chemistry Society,v 67(3): 192-196.*
- **MORDRET F, COUSTILLE J. L, LACOSTE F. ET AL. , 1997.** Contrôle de qualité / Analyse méthodes physicochimiques d'analyse des huiles d'olives. *Oléagineux, Corps, lipides. 4 : 364-92.*
- **MOUSA, Y.M. GERASOPOULOS, D. METZIDAKIS, I. ET KIRITSAKIS, A. (1996)** Effect of altitude on fruit and oil quality characteristics of "Mastoides" olives. *J. Sci. Food Agric. 71: 345-350. N°1.P-1-4.*
- **OKOGERI O. AND TASIOULA-MARGARI M. (2002).** Changes occurring in phenolic compounds and α -tocopherol of virgin olive oil during storage. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50: 1077-1080.
- **ORTEGA-GARCIA F. AND PERAGON J. (2009).** Phenylalanine ammonia-lyase, polyphenol oxidase, and phenol concentration in fruits of *Olea europaea* L. cv. *Picual*, *Verdial*, *Arbequina*, and *Frantoio* during ripening. *Journal of Agricultural Food Chemistry*, 57(21): 10331-10340.
- **OSAWA, C.C., GUARALDO, A.L., RAGAZZI,S. (2007).** Correlation between free fatty acid of vegetable oils evaluated by rapid test and the official method. *J. Of food Composition and analysis*, Vol. 20 p : 523-528.
- **OSMAN M., METZIDAKIS I., GIRASOPOULOS G., KIRITSAKIS A., (1994).** Quantitative changes in olive oil of fruits collected from trees grown et two altitudes. *Riv.Ital.Sostanze. Grasse. LXXI, 187-189.*
- **OUAINI N, MEDAWAR S, DAOUD R, OUAINI R, CHEBIB H., RUTLEDGE D.ESTEPHAN N., 2005.** État actuel des huileries d'olive au Liban. Potentiel de production, *newmedit n°4.P.33.*
- **OUAOUICH A et CHIMI H,** Guide du producteur de l'huile d'olive .Organisation des Nations Unies pour le Développement Industriel (ONUUDI), Vienne 2007.

Référence bibliographique

- **OUKSILI A (1983)** Contribution à l'étude de la biologie florale de l'olivier (*Olea europaea* L.). De la formation des fleurs à la période de pollinisation effective. Thèse Doct. Ing. E.N.S.A.M. Montpellier. 143 p.
- **OUNI YOUSSEF A, FLAMINI GUIDO B, ISSAOUI MANEL C, NABIL BEN YOUSSEF A, ZARROUK MOKHTAR A, 2010.** Volatile compounds and compositionnel quality olive oil from Oueslti variety: Influence of geographical origin.v.
- **OWEN R W, SPIEGELHALDER B, ET BARTSCH H.2000.** Phenolic compounds and squalene in olive oils: the concentration and antioxidant potential of total secoiridoids, lingnans and squalene. *Food and chemical Toxicology*. 38: 647-559.
- **PANARO et al, 2003.** La productivité des différentes methods de récolte et l'influence sur la qualité de l'huile d'olive vierge extra. *Olivae*, N°39, pp: 291-295.
- **PANNELLI, G. SERVILI, M. SELVAGGINI, R. BALDIOLI, M. ET MONTEDORO, G.F. (1994).**Effect of agronomic and seasonal factors on olive (*Olea europaea* L.) production and onthe qualitative characteristics of yhe oil. *Acta Hortic*, 356: 239-243.
- **PERRIN J L, 1992.** Les composé mineurrs et les antioxygènes naturels de l'olive et son huile. *Revue française des corps gras*. N°39, pp : 25-31.
- **PSYLLAKIS N, MIRROS L.et KIRITSAKIS A.** Caractéristique qualitatives de l'huile d'olive et les facteurs qui influent sur ces caractéristique, 1980, p. 553-565.
- **RANALLI A., DE MATTIA G., FERRANTE M.L., GIAN SANTE L. (1997).** Incidence of olive cultivation area on the analytical characteristics of the oil. Note 1. *La Rivista Italiana Delle Sostanze Grasse*, 74: 501-508.
- **RAYAN .D ET ROBARDS K. 1998.** Phenolic compounds in olives. *The Analyst*. 123: P.31 R-44R.
- **ROCA M., MINGUEZ-MOSQUERA M.I. (2001).** Chandes in the natural ratio between chlorophylls and carotenoids in olive fruit during processing for virgin olive oil.*J. Am. Oil Chem. Sec* 78 (2), 133-138.
- **ROEHL Y.2000.** La fabrication de l'huile d'olive : étude bibliographique, 25p.
- **ROJAS & MINGEZ-MOSQUERA M, 1996.** Changes chloroplast pigmentd of olive varieties during fruits ripening. *Journal of Agricultural and Food chemistry*. V47. PP : 964-967.
- **ROMAIN J ., THOMAS C., PIERRE S., GERARD B., (2006):** science des aliments : autres constituents des aliments. Ed. Tec et Doc – Lavoisier. 45 P.
- **ROMANAI H, 2006.** Variabilité de la composition de l'huile d'olive de quelques hybrides obtenus par croisements dirigés. *Economie, Science et Technique, Olivae*, décembre 2006, N° 106, PP : 17-13.
- **ROTONDI A. ET MAGLI M. 2004 .**Ripening of olives var correggiolo: modification
- **RYAN, D et KEVIN, K.** School of Science and Technology. Charles Strut University (Australie), Juin1998. p : 28.
- **SALVADOR M.D, ARANDA F. ET FREGAPANE G.2000.**Cornicabra virgin olive oil: study of five crop season.composition, quality and oxidative stability. *Food Chemistry*.74:267-274.

Référence bibliographique

- **SALVADOR M-D ARANDA., FERIGAPANE G, 1998.** Chemical composition of commercial cornicabra virgin olive oil from 1995/69 and 96/97 corps Jaocs,N° 10 pp : 1305-1310
- **SALVADOR, M.D. ET FREGAPANE, G. (2003)** Triglyceride, total and 2-position fatty acid composition of Cornicabra virgin olive oil: Comparison with other Spanish cultivars. *Food Chemistry*, 86: 485-492.
- **SEKOUR B., 2012.** Phyoprotection de huile d'olive vierge (HOV)par ajout des plantas végétales(thym, ail, romarin), thèse d'ingénieur, université M'Hmed Bougara, Boumerdes, P 36-62.
- **SERVILI M., SELVAGGINI R., ESPOSTO S., TATICCHI A., MONTEDORO G. AND MOROZZI G. (2004).** Health and sensory properties of virgin olive oil hydrophilic phenols: Agronomic and technological aspects of production that affect their occurrence in the oil. *Journal of Chromatography A*, 1054: 113-127.
- **SIFI S BEN HAMIDA J et AMAMOU T, 2001.** Contribution du laboratoire officiel d'analyses et de recherches chimiques de Casablanca à la promotion de la qualité de l'huile d'olive au Maroc. *Revue de recherches agronomiques marocaine alawamia*, N° 73, pp : 30-42.
- **SIFI S, BEN HAMIDA J et AMAMOU T, (2001).** Impacte du système de trituration des olives sur la qualité d'huile d'olive obtenue. *Olivae*, N°84, PP : 33-38. Simopoulos A. and Visioli F., Eds., Karger Press, Basel, pp 56-77.
- **SIOLI.F AND GALLI.C,** The effect of minor constituents of olive oil on cardiovascular disease: new findings. *Nutrition Reviews*.(1998) 56(5):142-147.
- **TAMENDJARI, M.M. BELLAL, R. LARIBI, F.ANGEROSA,** Impact de l'attaque de *Bactroceraoleae* et du stockage des olives de la variété Chemlal sur la qualité de l'huile. *Riv.Ital. Sostanze Grasse*81 (1), 23-27 (2004b)
- **TANOUTI K., ELAMRANI A., SERGHINI-CAIDH., KHALID A., BAHETTA Y., BENALI A., HARKOUS MET KHIAR M., 2010.** Caractérisation d'huiles d'olive produites dans des coopératives pilotes (la krama et kenine) au niveau du Maroc oriental. *Les technologies de laboratoire*, Volume 5, N°18 .PP.19-24.
- **TANOUTI K., SERGHINI-CAID H., CHAIEB E., BENALI A., HARKOUS M., ETELAMRANI A., 2011.**Amélioration qualitative d'huiles d'olive produites dans le Maroc oriental. *Les technologies de laboratoire*, volume 6, n°22. PP.5-9. Tec et Doc. Lavoisier. Paris, 1992, p.
- **TUCK K.L.ET HAYBALL P.T .2002.**Major phenolic compounds in olive oil: metabolism and health effect. *Journal of Nutritional Biochemistry*.13:636-644.
- **UZZAN A.** Olive et huile d'olive. In A. Karleskind coord. *Manuel des corps gras*. Ed.
- **VAZQUEZ RONCERO A., JANER DEL VALLE M.L., JANER DEL VALLE C., (1973)-** Détermination de los polifenolestotaledelaceite de oliva. *GrasasAceites* 24 :350-5.
- **VISIOLI.F AND GALLI.C,** The effect of minor constituents of olive oil on cardiovascular disease: new findings. *Nutrition Reviews*.(1998) 56(5):142-147

ANNEXES

Annexe

Annexe 01 : Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles

Matériel :

- Balance analytique.
- Bécher
- Etuve réglable à $103 \pm 2^\circ\text{C}$.

Mode opératoire :

- Régler l'étuve à $103 \pm 2^\circ\text{C}$;
- Peser un bécher à vide après l'avoir lavé ; séché ;
- Peser 5 g d'huile d'olive dans ce bécher ;
- Introduire le bécher contenant l'huile dans l'étuve pendant 1 heure ;
- Refroidir l'ensemble (bécher huile) dans un dessiccateur ;
- Peser l'ensemble (bécher + huile) ;
- Nous devons remettre à l'étuve une ou plusieurs fois jusqu'à ce que le poids d'huile se stabilise.

Expression des résultats :

L'humidité est donnée par la relation suivante :

$$\mathbf{H (\%)} = \frac{(M1 - M2)}{(M1 - M0)} * 100$$

Où :

H(%) : l'humidité est exprimée en pourcentage de la masse

M0 : le poids de la capsule vide

M1 : le poids de la capsule et la prise d'essai

M2 : le poids de la capsule et la prise d'essai après le séchage

Annexe

Annexe 02 : détermination de l'absorbance en ultraviolet

Matériels :

- Spectrophotomètre pour mesurer des extinctions dans l'ultraviolet entre 220 et 360 nm, avec possibilité de lecture pour chaque unité nanométrique.
- Cuve en quartz prismatique, avec couvercle ; de parcours optique de 1 cm.

Réactifs :

- Hexane pur.

Mode opératoire :

- Dissoudre 0.1g d'huile dans 10ml d'hexane pur ;
- Réglage de spectrophotomètre à 232nm et à 270nm ;
- Introduire les cuves à spectrophotomètre remplies, le blanc (hexane pur) puis les échantillons préparer un par un ;

Expression des résultats :

L'extinction spécifique à une longueur d'onde est donnée par la relation suivante :

$$E_{1\text{cm}}(\lambda) = \frac{A_{\lambda}}{C \times D}$$

Où :

$E_{1\text{cm}}(\lambda)$: extinction spécifique à la longueur d'onde ;

A_{λ} : densité optique à la longueur d'onde λ ;

D : épaisseur de la cuve en cm ;

C : concentration de la solution en g /100ml

Annexe

Annexe 03 : détermination de l'acidité

Matériels :

- Balance analytique
- Erlen-meyer
- Burette de 25ml

Réactifs :

- Ethanol.
- Solution de KOH à 0.1N.
- Phénophtaléine, solution à 10g/L dans l'éthanol.

Mode opératoire :

- Dans un Erlen Meyer 1, mettre 25ml d'éthanol+0.5ml de la solution de phénophtaléine. Porter à ébullition.
- A température encore élevée, neutraliser(en utilisant une burette) avec la solution tout en agitant l'Erlen Meyer avec la solution à 0.1 mol/l de KOH jusqu'à apparition d'une coloration rose persistant pendant au moins 10 secondes.
- Dans un Erlen Meyer 2, peser 2.5g d'huile.
- ajouter l'éthanol neutralise (contenu de l'Erlen Meyer 1).mélanger soigneusement.
- Porter le contenu à ébullition et titrer avec la solution KOH (burette), en agitant vigoureusement le contenu de l'Erlen Meyer pendant le titrage quand la coloration rose persiste pendant au moins 10 secondes.
- Noter la chute de la burette (Volume de KOH).

Expression des résultats :

L'acidité est donnée par la relation suivant :

$$\text{Acidité (\%)} = \frac{C \cdot V \cdot M}{m \cdot 10}$$

Où :

C : concentration exacte de la solution de potasse KOH (mol/l)

V : volume de titrage de KOH en ml

M : poids moléculaire de l'acide oléique (282.5g/mole).

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

Annexe

Annexe 04: détermination de l'indice de peroxyde

Réactifs :

- Chloroforme
- Acide acétique
- Iodure de potassium KI (solution aqueuse saturée préparer juste avant son emploi (0.5g pour 1ml)
- Empois d'amidon à 1%
- Solution de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) à 0.01%

Mode opératoire :

- Peser 2g d'huile dans un ballon ;
- Ajouter 10 ml de Chloroforme ; puis 15ml d'acide acétique ;
- Addition 1ml d'Iodure de potassium KI (solution aqueuse saturée préparer juste avant son emploi (0.5 g pour 1ml)
- Boucher aussitôt le ballon ;
- Agiter le mélange pendant 1mn, le laisser à l'abri de la lumière pendant 5mn ;
- Ajouter 75ml d'eau distillée et quelques gouttes d'empois d'amidon à 1%, la coloration bleu noirâtre apparaît ;
- Titre l'iode libre jusqu'à la décoloration complète avec la solution de thiosulfate de sodium 0.01N, soit V ce volume ;
- Faire en parallèle un essai à blanc sans l'huile.

Expression des résultats :

L'indice de peroxyde est donné par la relation suivante :

$$IP \text{ (még/kg)} = \frac{(V-V_0)}{P} * N * 1000$$

Où :

IP : indice de peroxyde ;

V : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour la prise d'essai ;

V0 : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc ;

P : poids en gramme de la prise d'essai utilisée ;

N : normalité de la solution de thiosulfate de sodium (0.01N).

Annexe

Annexe 05 : Détermination de l'Indice d'iode

Réactifs :

- éthanol à 96%
- iode alcoolique à 0.2N
- solution d'amidon à 1%
- solution de thiosulfate desodium($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)
- Eau distillée

Mode opératoire :

- Dans un ballon taré nous introduisons 0.2g d'huile d'olive, auquel nous ajoutons 10ml d'éthanol à 96%, 10ml d'iode alcoolique (0.2N) et 30ml d'eau distillée.
- L'ensemble du contenu sera agité puis laissé à l'abri de la lumière pendant cinq(5) minutes. L'iode libère sera titré jusqu'à l'apparition de la coloration jaune.
- A l'ensemble de la solution on ajoute 1ml de la solution d'amidon à 1% pour avoir une coloration bleu foncé.
- le titrage dont le volume sera relevé sera fourni avec la solution de thiosulfate de sodium jusqu'à la disparition de la coloration bleu.
- un essai à blanc sera effectué en parallèle pour ce protocole expérimental.

Expression des résultats :

L'indice d'iode est donné par la relation suivant :

$$I_2 = \frac{(V_0 - V) * N}{P} * 12.69 \text{gd'iode}$$

Où :

V₀ : volume en ml de la solution $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilisé pour l'essai à blanc.

V : volume en ml de la solution $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilisée (titration).

P : poids en gramme de la prise d'essai.

N : normalité de thiosulfate (0.1N).

Annexe

Annexe 06 : Détermination de l'indice de saponification

Réactifs :

- Acide chlorhydrique HCL à 0.5N
- Potasse alcoolique (KOH) à 0.5N
- Phénophtaléine à 1N

Mode opératoire :

- Peser 2g d'huile et les introduire dans un ballon à col rodé ;
- Ajouter 25ml de potasse alcoolique(KOH) à 0.5N ;
- Porter à ébullition sous réfrigérant à reflux (avec un régulateur d'ébullition), pendant une heure, en agitant temps en temps ;
- Titrer à chaud l'excès d'alcalis de KOH avec l'acide chlorhydrique Hcl (0.5N) en présence de phénophtaléine jusqu'à la décoloration complète ;
- Effectuer l'essai à blanc dans les mêmes conditions ;

Expression des résultats :

L'indice de saponification est donné par la relation suivante :

$$IS = \frac{(V1 - V2) * 28.05}{M}$$

Où :

V1 : ml d'Hcl 0.5N utilisé pour l'essai à blanc

V2 : ml d'Hcl utilisé pour l'échantillon

28.05 : mg de KOH contenus dans 1ml de la solution éthanolique de potasse 0.5N

M : poids de l'échantillon d'huile

Annexe

Annexe 7 : Détermination des chlorophylles

Réactifs :

- Cyclohexane

Mode opératoire :

- Peser 3g d'huile d'olive et le dissoudre dans 10 ml de cyclohexane.
- Mesure l'absorbance à 670 nm

Expression des résultats :

Les teneurs en chlorophylle, exprimées en mg/kg, sont données par les formules suivantes :

$$\text{Chlorophylle en (mg/kg)} = \frac{A_{670} \times 10^6}{613 \times 100 \times d}$$

Où :

A : absorbance à la longueur d'onde indiquée ;

d : épaisseur de la cuve.

Annexe 8 : Détermination des Caroténoïdes

Réactifs :

- Cyclohexane

Mode opératoire :

- Peser 3g d'huile d'olive et le dissoudre dans 10 ml de cyclohexane.
- Mesure l'absorbance à 470 nm.

Expression des résultats :

Les teneurs en caroténoïdes, exprimées en mg/kg, sont données par les formules suivantes :

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

Où :

A : absorbance à la longueur d'onde indiquée ;

d : épaisseur de la cuve.

Annexe

Annexe 09 : Détermination de la composition en acide gras

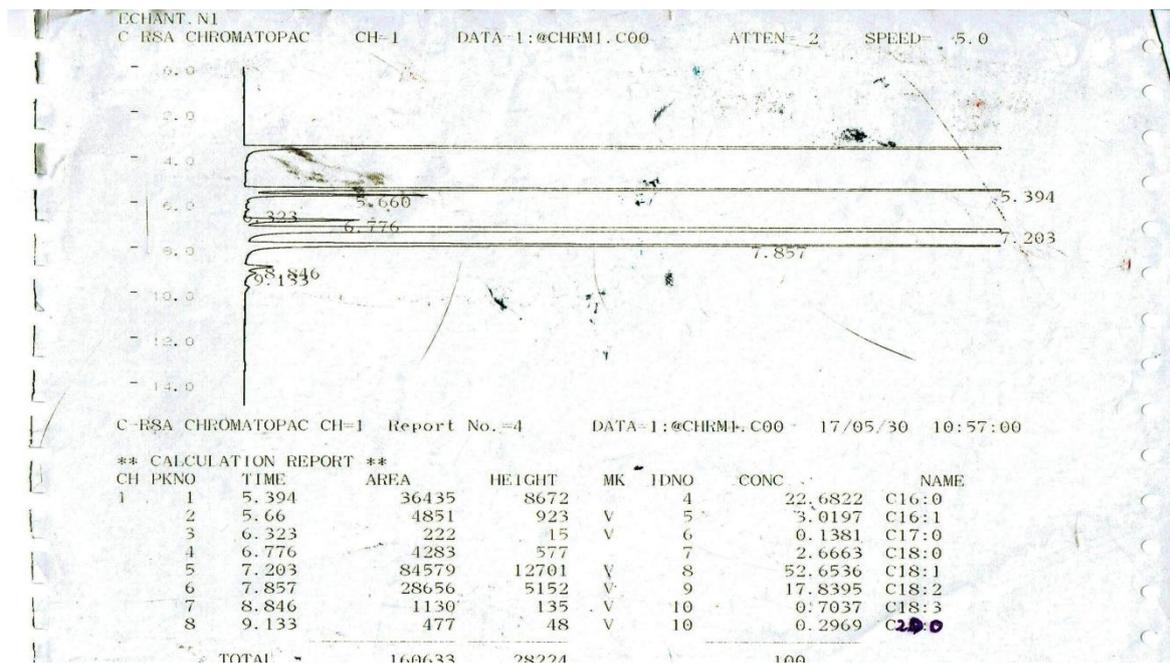
Réactifs :

- Hexane
- solution méthanolique 2 N d'hydroxyde de potassium

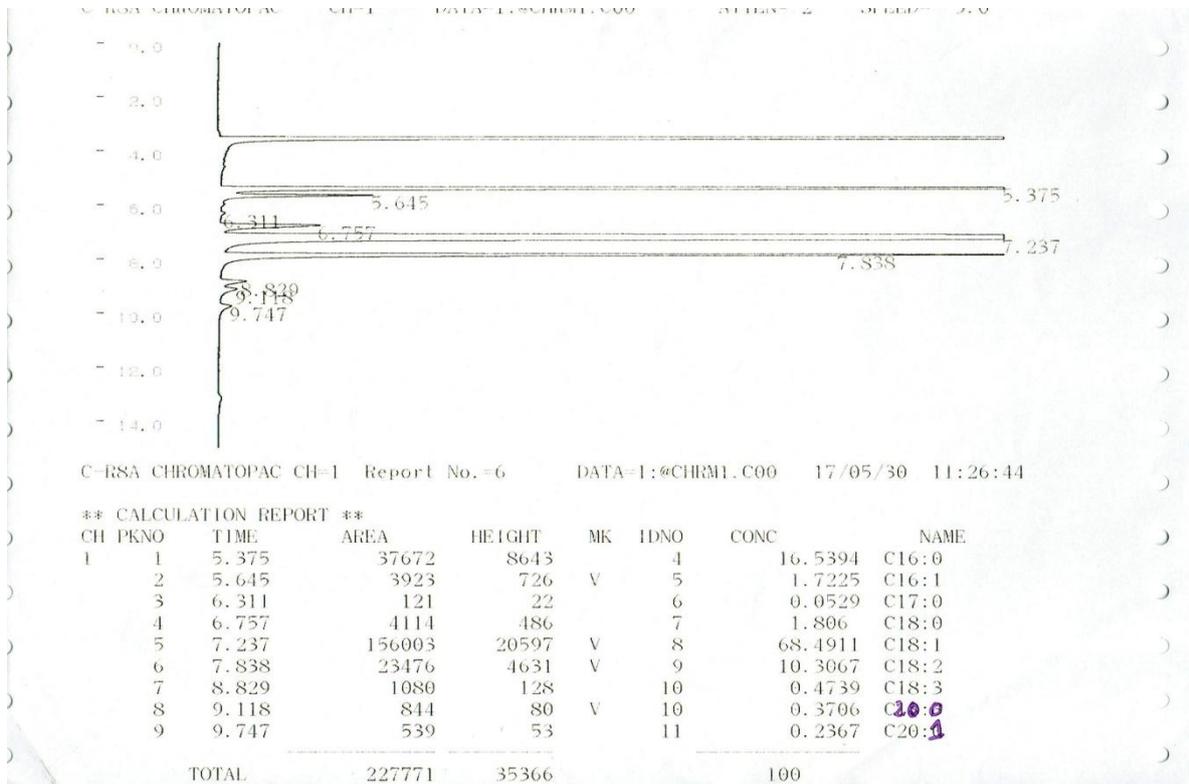
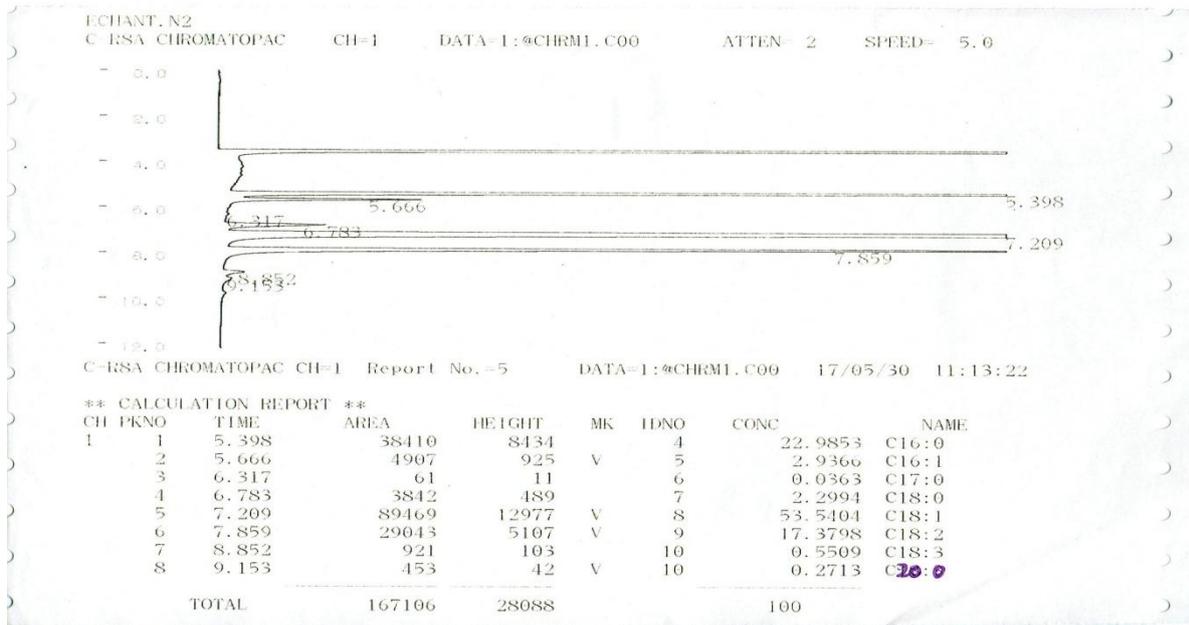
Mode opératoire :

- Dans une éprouvette à bouchon visant de 5 ml, peser environ 0.1 g de l'échantillon d'huile.
- Ajouter 2 ml d'heptane ou Hexane et agiter.
- Ajouter 0.2 ml de la solution méthanolique 2 N d'hydroxyde de potassium, boucher à l'aide du bouchon muni d'un joint en PTFE, bien fermer et agiter énergiquement pendant 30 secondes.
- Laisser reposer jusqu'à ce que la partie supérieure de la solution devienne claire.
- Décanter la couche supérieure, qui est celle qui contient les esters méthyliques.
- La solution d'heptane est prête pour l'injection dans le chromatographe.
- Il est conseillé de maintenir la solution au réfrigérateur jusqu'au moment de l'analyse chromatographique.
- il n'est pas recommandé de stocker la solution pendant plus de 12 heures.

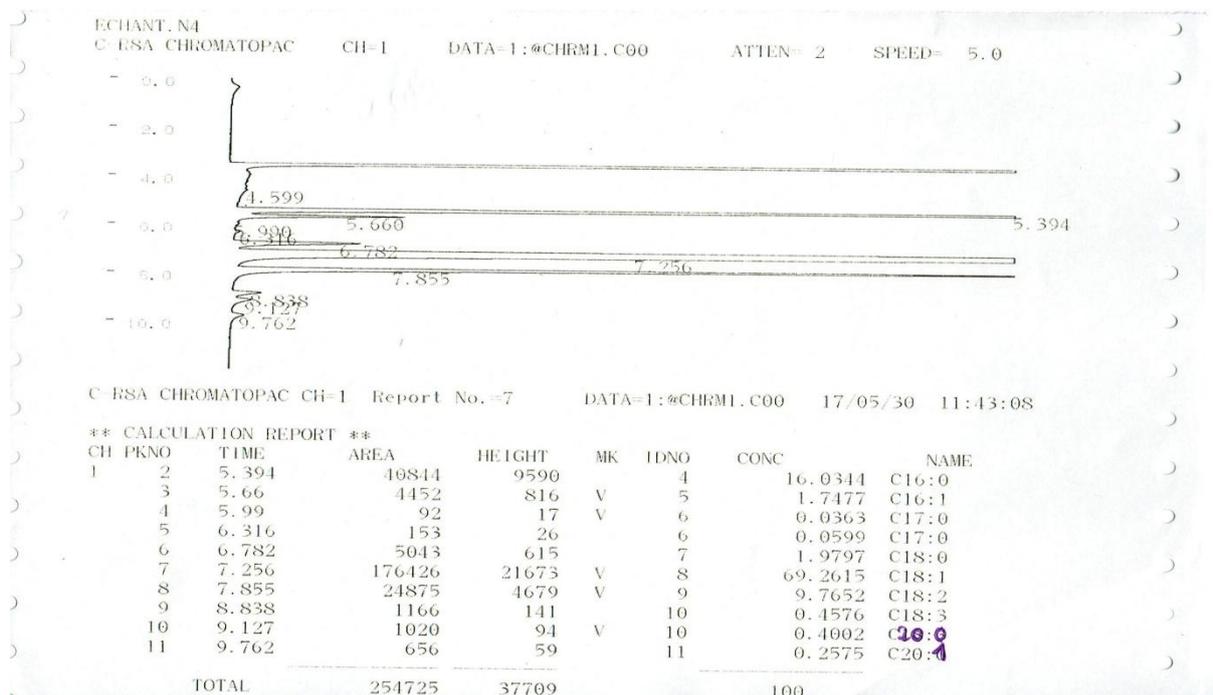
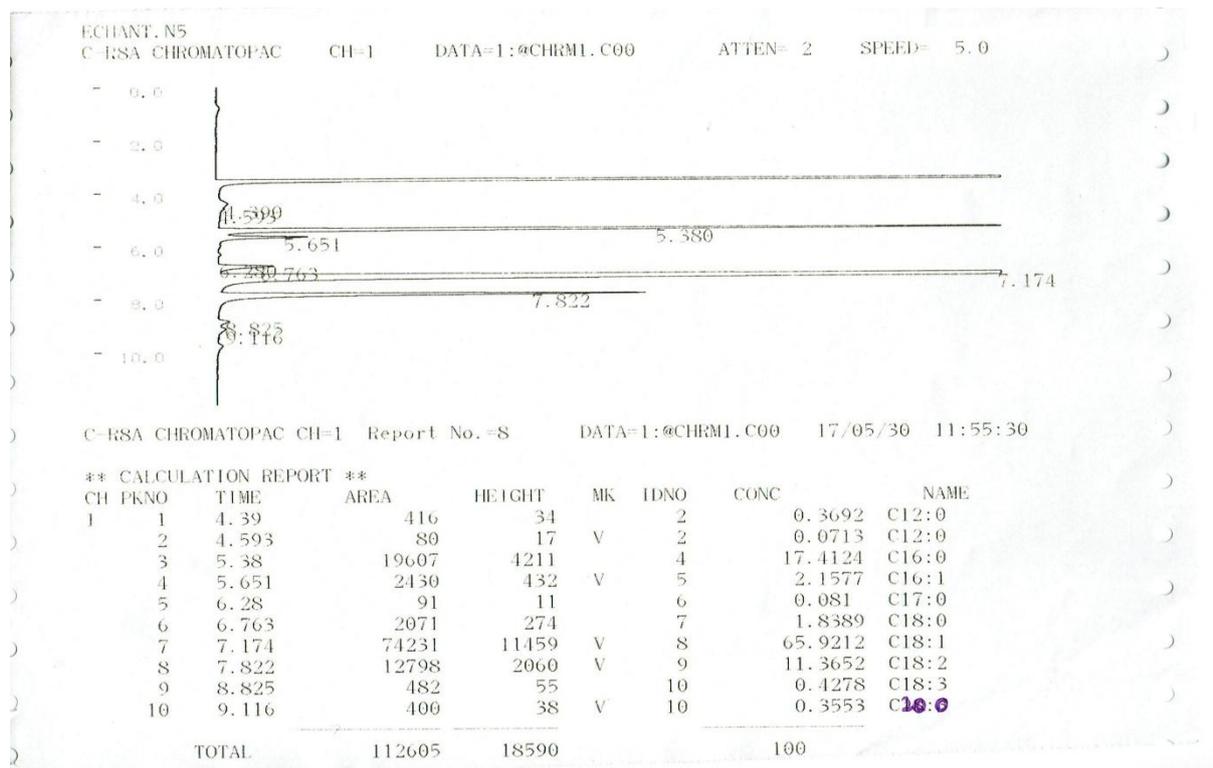
Annexe 10 : les résultats de l'analyse de la chromatographie en phase gazeuse



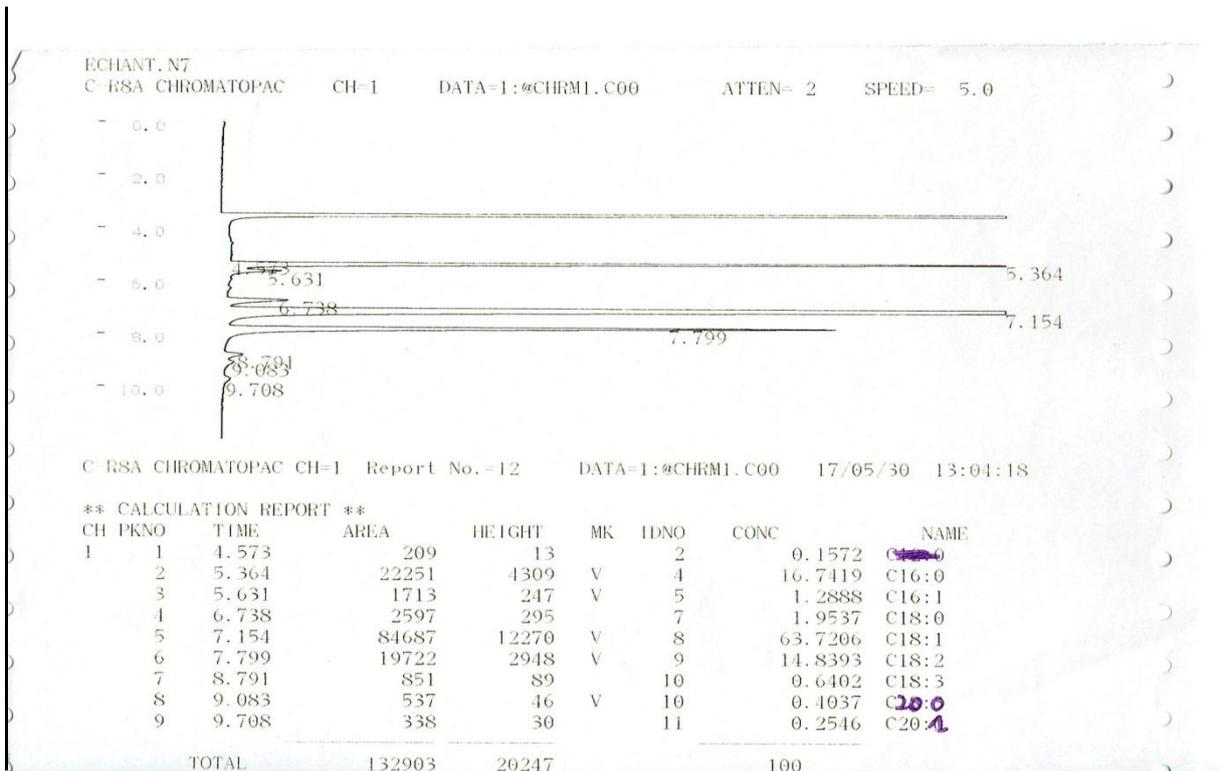
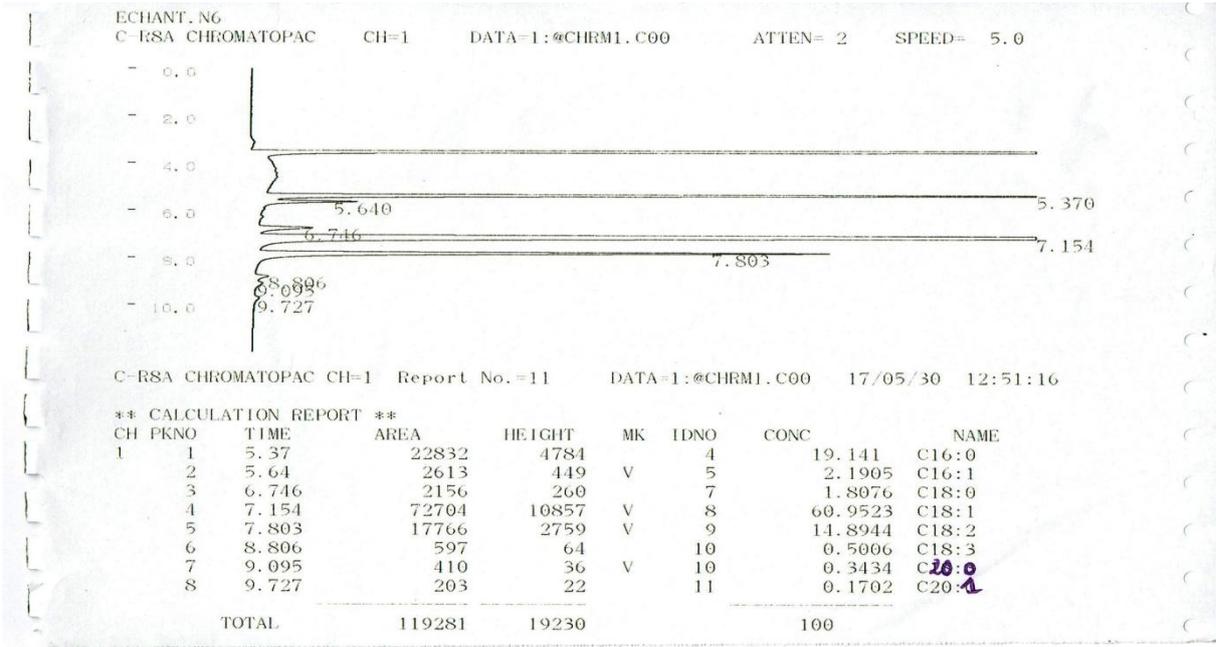
Annexe



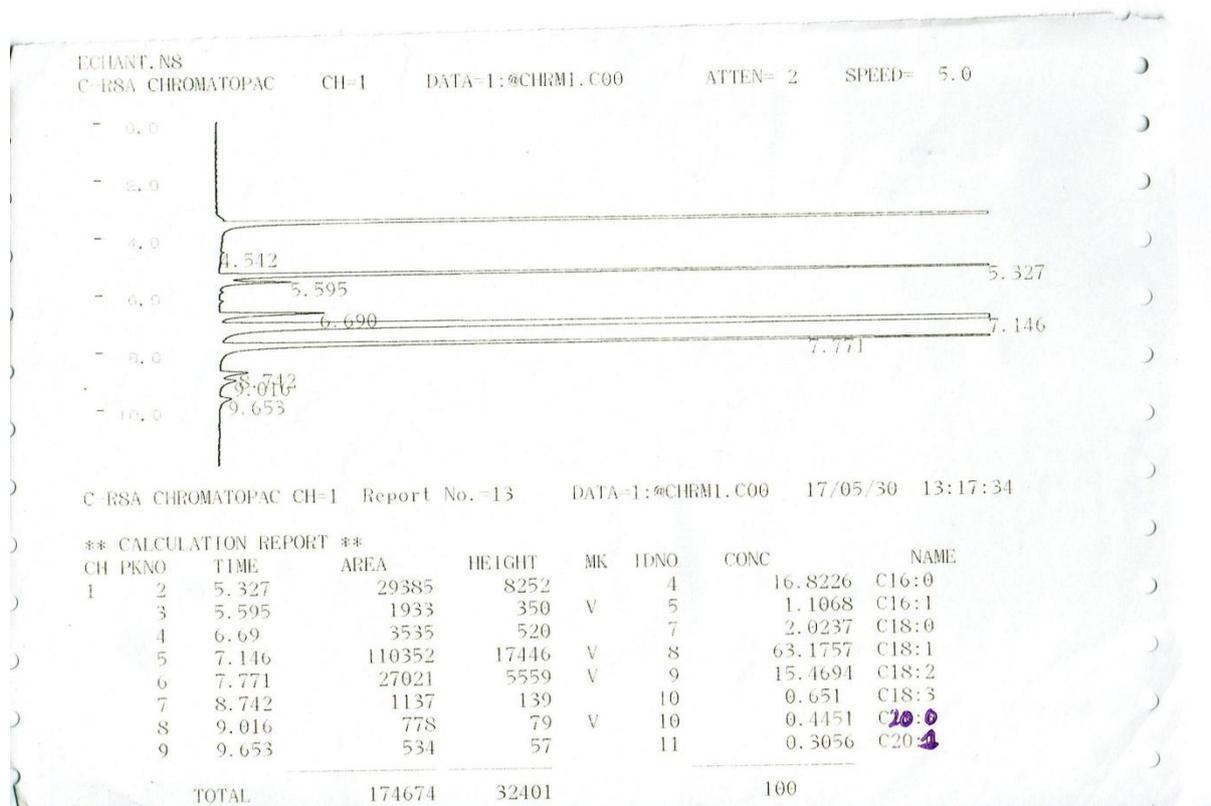
Annexe



Annexe



Annexe



Annexe 11 : Analyse de la variance de la teneur en eau et matière volatile des échantillons d'huile d'olive

S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
0,027	23	0,001				
0,001	1	0,001	0,883	0,36125		
0,002	1	0,002	1,756	0,19746		
0,001	1	0,001	0,488	0,49921		
0,023	20	0,001			0,034	250,99%

Annexe 12 : Analyse de la variance de l'UV à 232 nm des échantillons d'huile d'olive

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,491	15	0,033				
VAR.FACTEUR 1	0,017	1	0,017	1,488	0,24492		
VAR.FACTEUR 2	0,04	1	0,04	3,522	0,08231		
VAR.INTER F1*2	0,298	1	0,298	26,202	0,00029		
VAR.RESIDUELLE 1	0,136	12	0,011			0,107	3,30%

Annexe

Test de NEUMAN-KEULS au seuil 5% pour l'UV 232

F1 F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES		
1.0 2.0	Vch Ra	3,447	A		
2.0 1.0	Vaz Rm	3,282		B	
2.0 2.0	Vaz Ra	3,11			C
1.0 1.0	Vch Rm	3,075			C

Annexe 13 : Analyse de la variance de l'UV à 270 nm des échantillons d'huile d'olive

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,85	15	0,057				
VAR.FACTEUR 1	0,133	1	0,133	3,645	0,07775		
VAR.FACTEUR 2	0,124	1	0,124	3,38	0,08799		
VAR.INTER F1*2	0,154	1	0,154	4,205	0,06051		
VAR.RESIDUELLE 1	0,439	12	0,037			0,191	72,49%

Annexe 14 : Analyse de la variance de l'acidité des échantillons d'huile d'olive

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,54	23	0,023				
VAR.FACTEUR 1	0,24	1	0,24	16,744	0,00063		
VAR.FACTEUR 2	0,007	1	0,007	0,465	0,50966		
VAR.INTER F1*2	0,007	1	0,007	0,465	0,50967		
VAR.RESIDUELLE 1	0,287	20	0,014			0,12	29,93%

Test de NEUMAN-KEULS au seuil 5% pour l'acidité

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
2.0	Vaz	0,5	A	
1.0	Vch	0,3		B

Annexe

Annexe 15 : Analyse de la variance de l'indice de peroxyde des échantillons d'huile d'olive

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	397,99	23	17,304				
VAR.FACTEUR 1	0,51	1	0,51	0,03	0,85754		
VAR.FACTEUR 2	58,594	1	58,594	3,497	0,07315		
VAR.INTER F1*2	3,76	1	3,76	0,224	0,64516		
VAR.RESIDUELLE 1	335,125	20	16,756			4,093	32,16%

Annexe 16 : Analyse de la variance de l'indice d'iode des échantillons d'huile d'olive

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	43,919	23	1,91				
VAR.FACTEUR 1	0,213	1	0,213	0,103	0,74949		
VAR.FACTEUR 2	0,96	1	0,96	0,465	0,50978		
VAR.INTER F1*2	1,44	1	1,44	0,697	0,41822		
VAR.RESIDUELLE 1	41,305	20	2,065			1,437	1,56%

Annexe 17 : Analyse de la variance de l'indice de saponification des échantillons d'huile d'olive

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	3177,748	23	138,163				
VAR.FACTEUR 1	3,187	1	3,187	0,02	0,88368		
VAR.FACTEUR 2	5,478	1	5,478	0,035	0,84862		
VAR.INTER F1*2	0,341	1	0,341	0,002	0,9622		
VAR.RESIDUELLE 1	3168,742	20	158,437			12,587	6,66%

Annexe 18 : Analyse de la variance de la teneur en composés phénoliques des échantillons d'huile d'olive

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	17026,69	15	1135,112				
VAR.FACTEUR 1	8334,32	1	8334,32	11,916	0,00476		
VAR.FACTEUR 2	288,408	1	288,408	0,412	0,53904		
VAR.INTER F1*2	10,707	1	10,707	0,015	0,89928		
VAR.RESIDUELLE 1	8393,25	12	699,438			26,447	41,01%

Annexe

Test de NEUMAN-KEULS au seuil 5% pour les composés phénoliques

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
1.0	Vch	87,315	A	
2.0	Vaz	41,669		B

Annexe 19 : Analyse de la variance de la teneur en chlorophylles des échantillons d'huile d'olive

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	1,435	23	0,062				
VAR.FACTEUR 1	0,201	1	0,201	3,379	0,07778		
VAR.FACTEUR 2	0,031	1	0,031	0,522	0,48458		
VAR.INTER F1*2	0,011	1	0,011	0,179	0,67923		
VAR.RESIDUELLE 1	1,191	20	0,06			0,244	30,68%

Annexe 20 : Analyse de la variance de la teneur en caroténoïdes des échantillons d'huile d'olive

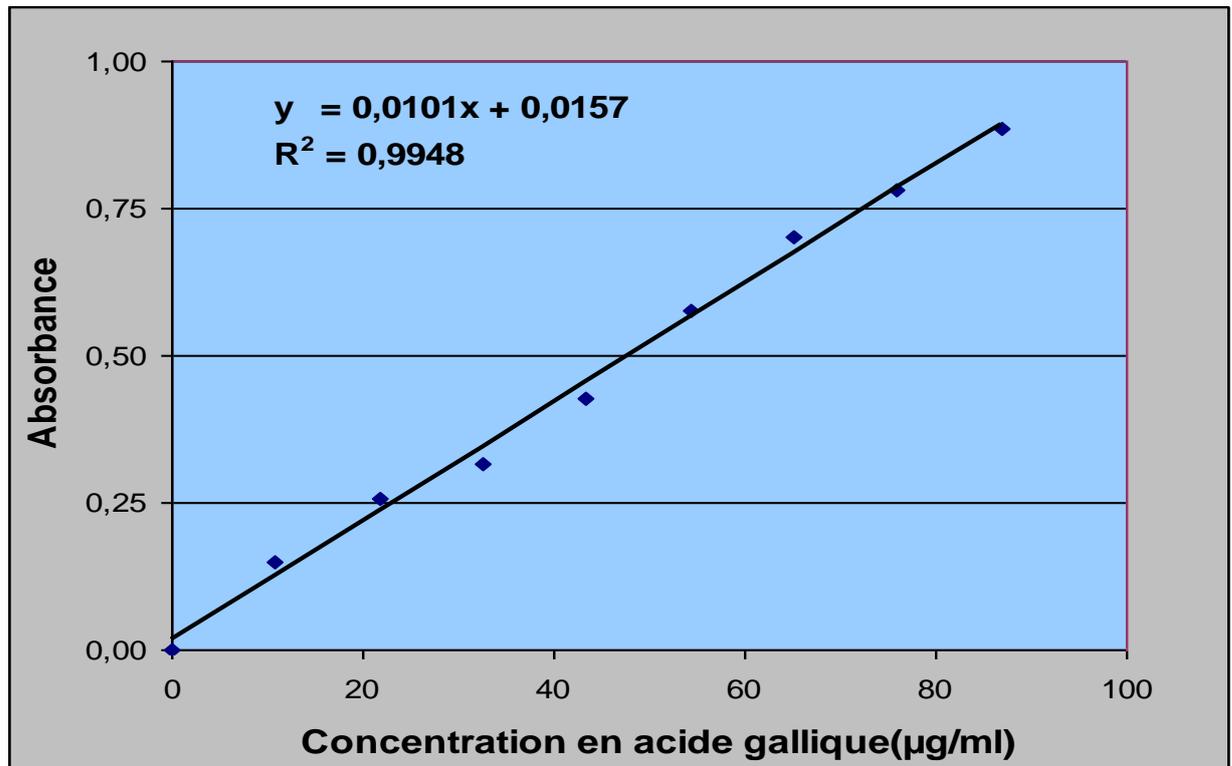
	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	3,763	23	0,164				
VAR.FACTEUR 1	0,316	1	0,316	3,189	0,08603		
VAR.FACTEUR 2	1,099	1	1,099	11,077	0,00338		
VAR.INTER F1*2	0,364	1	0,364	3,668	0,06699		
VAR.RESIDUELLE 1	1,984	20	0,099			0,315	36,81%

Test de NEUMAN-KEULS au seuil 5% pour les caroténoïdes

F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
2.0	Ra	1,07	A	
1.0	Rm	0,642		B

Annexe

Annexe 21 : Courbe étalon pour le dosage des composés phénoliques



ABSTRACT

Olive oil is one of the oldest vegetable oils and the only one that can be consumed in its raw form without prior treatment. The well-known health benefits of olive oil are linked to its fatty acid composition in which oleic acid is the main component, and the presence of minor biomolecules, such as vitamins and natural antioxidants. The strong demand for quality virgin olive oil is not only due to its health virtues, but also to its organoleptic properties.

Our study is based on the comparison between two olive oil stemming from two varieties to know physico-chemical Chemlal and Azeradj about the point of view.

The samples were taken from two different regions of the tizi-ouzou wilaya (Maâtkas and Ait toudert), The compliance of the oil to the IOC standard requires the determination of certain physical parameters (water content, ultraviolet violet) and chemical (acidity, peroxide value, iodine value, Saponification index, phenolic compound content, fatty acid composition, pigment tenure).

The results thus obtained, have shown that all oil samples studied have physicochemical characteristics in accordance with the IOC 2015 standard.

Indeed a slight variation was recorded for some parameter between the two varieties.

Keywords: olive oil, Olivier, Physico-chemical analyzes, normes, quality, characterization.

Résumé

L'huile d'olive est l'une des huiles végétales les plus anciennes, obtenue à partir du fruit de l'olivier et uniquement par l'utilisation des procédés physique, sans recourir à des étapes de raffinage. L'absence de cette dernière permet à l'huile d'olive de conserver tous ses antioxydants, c'est la seule huile qui peut être consommée sous sa forme brute sans traitement préalable. Ces bienfaits ont été liés l'un ou l'autre à sa composition en acides gras où l'acide oléique est le composant principal, et à la présence des biomolécules mineures, telles que les vitamines et les antioxydants naturels. La forte demande en huile d'olive vierge de bonne qualité est due non seulement à ses vertus de santé mais également à ses propriétés organoleptiques.

Notre étude est basée sur la comparaison entre deux huiles d'olives issues de deux variétés à savoir Chemlal et Azeradj du point de vue physico-chimiques.

Les échantillons ont été prélevés de deux régions différentes de la wilaya de Tizi-Ouzou (Maâtkas et Ait Toudert), la conformité de l'huile à la norme de COI exige la détermination de certains paramètres physiques (la teneur en eau, l'absorbance dans l'UV) et chimiques (l'acidité, indice de peroxyde, indice d'iode, indice de saponification, la teneur en composés phénoliques, la composition en acides gras, la tenure en pigments).

Les résultats ainsi obtenus, ont montré que tous les échantillons d'huiles étudiées (variété Chemlal et Azeradj) présentent des caractéristiques physico-chimiques conformes à la norme de COI 2015, hormis les valeurs d'extinction à 232 nm et l'indice de saponification.

La variété Chemlal présente des taux élevés en eaux et en composés phénoliques par rapport à la variété Azeradj. Et des valeurs moins élevées en acidité et en chlorophylle.

Mots clés: olivier, variété, huile d'olive, analyses physico-chimiques, normes, qualité, caractérisation.