

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur ووزارة التعليم العالي و البحث العلمي et de la Recherche Scientifique

Université Mouloud MAMMERI

جامعة مولود معمري

FACULTE DE MEDECINE

كلية الطب

تيزي وزو TIZI-OUZOU



ⵜⴰⵎⴰⵎⵎⵉⵔⵉⵜ ⵜⴰⵎⴰⵎⵎⵉⵔⵉⵜ ⵜⴰⵎⴰⵎⵎⵉⵔⵉⵜ

Département de Pharmacie

N° D'ORDRE :

Mémoire de fin d'études

Présenté et soutenu publiquement

Le 10 juillet 2019

En vue de l'obtention du diplôme de Docteur en Pharmacie

Thème :

*Contrôle qualité de l'huile d'olive de la wilaya
de Tizi-Ouzou*

Réalisé par :

NEKROUF Celia Lina

MENDACI Nadia

BERKOUNE Oussama

Encadrés par :

Promotrice : D^r IBOUKHOULEF Sabrina

Co-promotrice : D^r TESSA Nassima

Membres de jury :

Pr. MAMOU M	MCHU	Faculté de Médecine	UMMTO	Président de jury
Dr. HADHOUM N	MAHU	Faculté de Médecine	UMMTO	Examinatrice
Dr. IBOUKHOULEF S	MAHU	Faculté de Médecine	UMMTO	Promotrice
Dr. TESSA N	AHU	Faculté de Médecine	UMMTO	Co-promotrice

Année universitaire : 2018/2019

Remerciements

Nous remercions notre Dieu le tout puissant et le miséricordieux de nous avoir donné le courage et la patience durant ces longues années d'étude et la force pour réaliser ce travail.

Nous tenons à remercier chaleureusement notre encadreur **Dr. IBOUKHOULEF** maitre assistante en Hydro-bromatologie à la faculté de médecine Tizi-Ouzou pour la confiance et la patience dont elle a fait preuve à notre égard, son orientation, ses conseils judicieux et remarques constructives, ainsi que **Dr TESSA** médecin Epidémiologiste pour son aide et ses conseils. Nous vous prions de trouver ici l'expression de notre respect et notre profonde reconnaissance.

Nous remercions aussi les membres de jury **Pr MAMOU** maitre de conférence en Chimie Analytique et **Dr HADHOUM** maitre assistante en Chimie Thérapeutique, pour l'intérêt qu'ils ont porté à notre recherche en acceptant d'examiner notre travail et de l'enrichir par leur propositions.

Nous remercions tout particulièrement **Pr MAMOU** maitre de conférences en Chimie Analytique pour avoir mis à notre disposition le nécessaire pour réaliser ce travail.

Nous tenant à remercier également **Dr BOURSOUTI** résident en Chimie Analytique, qui nous a aidé lors de la réalisation de ce travail.

Nous remercions mesdames **SLIMANI** et **SAADA**, ingénieurs du laboratoire d'Hydro-bromatologie, pour leurs conseils, leur gentillesse, leurs compétences et leur patience à notre égard.

Nous exprimons notre reconnaissance et gratitude envers tous nos professeurs de la faculté de médecine de l'UMMTO.

Enfin, merci à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la rédaction et la réalisation de ce travail.

Dédicaces

Je dédie ce mémoire

A mon cher père,

A ma chère et adorable mère

*Pour leur patience, leur amour, leur soutien et leurs
encouragements.*

Que le bon DIEU vous garde en bonne santé.

A mes frères Nabilet Tariq,

A ma belle-sœur Lynda,

A mes adorables neveux Samy et Elyes.

*Pour leur soutien infini et leurs aides incessantes, à qui je
souhaite le meilleur avenir.*

A toute ma famille.

A tous mes amis et mes camarades.

Celia Lina.

Dédicaces

Je dédie ce travail

A mes chers parents,

A mes sœurs Sara et Mina et à mon petit neveu Anas.

A toute ma famille.

A tous mes ami(e)s et camarades d'études.

Nadia.



Je dédie ce modeste travail :

Tout d'abord à mes parents pour leurs sacrifices et soutien tout mon parcours universitaire. Que dieu les Protège.

A mon grand-père.

A mes frères : « SOFIANE, ABDERAZAK, SOHAIB ».

A ma petite sœur « NADA ».

A mes oncles, mes tantes, mes cousins et mes cousines.

A toute la famille « BERKOUNE » et « BELLATRACHE ».

A mes amis « YUCEF, TAYAB, MONIR, OKBA, ADEL ».

A mes collègues « RAMDANE, KHADIDJA ».

Et bien sûr à « CELIA LINA et NADIA ».

Et ma promotrice « Dr IBOUKHOULEF.S ».

Et les résidents en chimie analytique et biochimie et parasitologie : « MOURAD, RADOUANE, FETHI, ABDELHAMID, ADEL, RABAH ».

A tous les étudiants en Pharmacie de la promotion 2013/2014.

OUSSAMA



TABLE DES MATIERES

Liste des abréviations

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des annexes

INTRODUCTION 1

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I : De l'olive à l'huile d'olive.

1- L'olivier: l'arbre symbolique	3
2- L'étude botanique	3
3- Répartition géographique de l'olivier	4
4- Transformation de l'olive à l'huile	7
5- Le raffinage.....	9

CHAPITRE II : La composition de l'huile d'olive et sa dénomination commerciale.

1- Définition de l'huile d'olive	10
2- La composition chimique de l'huile d'olive	10
3- Altération des huiles	16
4- Dénominations et définitions des l'huiles d'olive	19

CHAPITRE III : Caractérisation physico-chimique de l'huile d'olive.

1- Les critères de qualité	21
2- Paramètres organoleptiques	24
3- Paramètres de pureté	26
4- Norme commerciale applicable aux huiles d'olive	29
5- Le conditionnement et l'étiquetage des huiles d'olive	31
6- Les facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive	32

CHAPITRE VI : Propriétés thérapeutiques et les usages de l'huile d'olive :

1- Propriétés thérapeutiques	Erreur ! Signet non défini.
2- Usages de l'huile d'olive	38

PARTIE PRATIQUE:

1- Rappel des objectifs de l'étude	43
2- Type de l'étude	43
3- Lieu de l'étude	43
4- Durée de l'étude	43
5- Fiche de renseignement	43
6- Déroulement de l'étude.....	44
7- Echantillonnage	44
- MATERIELS	
1- Verrerie, consommable et appareillage utilisés	46
2- Réactifs	47
- METHODES	
1- Caractérisation physico-chimique	49
1-1- Critères chimiques	49
1-1-1- L'indice d'acide et l'acidité	49
1-1-2- L'indice de peroxyde	50
1-1-3- L'indice de saponification	52
1-2- Paramètres physiques	53
1-2-1- L'absorbance dans l'ultra-violet	53
1-2-2- L'indice de réfraction	55
1-2-3- Densité relative (d)	56
1-2-4- Teneur en chlorophylles et caroténoïdes	57
1-2-5-Potentiel d'hydrogène	59
2- L'analyse sensorielle l'huile d'olive	58
-RESULTATS	61
- DISCUSSION	73
- CONCLUSION	80
-REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	
-ANNEXES	

LISTE DES ABREVIATIONS

% : Pour cent.

µg : microgramme.

A% : Acidité libre.

AGE : Acide Gras Essentiel.

AGMI : Acide Gras Mono-Insaturé.

AGPI : Acide Gras Poly-Insaturé.

AGS : Acide Gras Saturé.

A_λ : L'Absorbance.

C : Atome de Carbone.

C : Calice.

C° : Degré Celsius.

CE : Commission Européenne.

Cm : Centimètre.

COI : Conseil Oléicole Internationale.

COX-2 : Cyclo-OXygénase 2.

CPG-SM : Chromatographie en Phase Gazeuse couplé à Spectromètre de Masse .

CRP hs : Protéine C Réactive ultrasensible.

d : Densité relative.

E : Etamine.

ECN42 : Nombre de Carbone Equivalent 42.

ERK : Extracellular signal-Regulated Kinase.

ERO : Espèces Réactives de l'Oxygène.

FAEE : Fat Acid Ethyl Ester.

FAME : Fat Acid Methyl Ester.

g : gramme.

H : Atome d'Hydrogène.

Ha : Hectare.

IA : Indice d'Acide.

IL-1 : InterLeukine **1**.

IL-6 : InterLeukine **6**.

IP : Indice de Peroxyde.

IS : Indice de Saponification.

K : Coefficient d'extinction spécifiques.

Kg : kilogramme.

LOO: LinOléyldiOléine.

MAPK: Mitogen Activated Protein Kinase.

méq : milliéquivalent.

NF-KB : Facteur Nucléaire **KB**.

mg : milligramme.

min : minute.

ml : millilitre.

mmHg : millimètre mercure.

N : Normalité.

nm : nanomètre.

n^T :Indice de réfraction.

O : Atome d'Oxygène.

OMS : Organisation Mondiale de Santé.

OOO: Trioléine.

P : Pétale.

PAD : Pression Artériel Diastolique.

PAS : Pression Artériel Systolique.

PGE : ProstaGlandine **E**.

pH : - log[H]

Phéo α : Phéophytines **α**.

POL: Palmityl-2-Oléo-3- Linoléine.

POO: PalmityldiOléine.

ppm : Partie pour million.

S : Sépale.

SOO: StéaryldiOléine.

t :Tonne.

TG : TriGlycéride.

TNF α : Tumer Necrosis Factor.

USA : Les états unis américaines.

UV : Ultra-Violet.

V/V : Volume/ Volume.

Ω 6 : Oméga 6.

Ω 3 : Oméga 3.

LISTES DES FIGURES

Figure 1: l'oléiculture dans le monde.....	5
Figure 2: Carte oléicole d'Algérie.....	6
Figure 3: Structure des tocophérols.....	13
Figure 4: Structure de l'oleuropéine.....	15
Figure 5: Structure du Pinoresinol et Acetoxypinoresinol.....	15
Figure 6: Structure de la lutéoline.....	15
Figure 7: Structure de l' hydroxytyrosol.....	15
Figure 8: Structure de l'acide vanillique.....	15
Figure 9: Schéma de déroulement de l'étude.....	44
Figure 10: Les échantillons de l'huile d'olive de différentes régions de Tizi-Ouzou.....	45
Figure 11: Détermination de l'indice d'acide.....	49
Figure 12: Détermination de l'indice de peroxyde.....	51
Figure 13: Détermination de l'indice de saponification.....	53
Figure 14: Détermination de l'absorbance dans l'ultra-violet.....	54
Figure 15: Détermination de l'indice de réfraction.....	56
Figure 16: Détermination de la teneur en chlorophylles et caroténoïdes.....	58
Figure 17: Détermination du ph.....	59
Figure 18: Représentation graphique de la répartition des échantillons d'huile d'olive selon l'indice d'acide.....	61
Figure 19: Représentation graphique de la répartition des échantillons d'huile d'olive selon l'acidité.....	62
Figure 20: Représentation graphique de la répartition des échantillons d'huile d'olive selon l'indice de peroxyde.....	63
Figure 21: Représentation graphique de la répartition des échantillons d'huile d'olive selon l'indice de saponification.....	64
Figure 22: Représentation graphique de la répartition des échantillons d'huile d'olive selon l'absorbance dans l'UV.....	65
Figure 23: Représentation graphique de la répartition des échantillons d'huile d'olive selon le delta k.....	66

Figure 24 : Représentation graphique de la répartition des échantillons d'huile d'olive selon l'indice de réfraction.....	67
Figure 25 : Représentation graphique de la répartition des échantillons d'huile d'olive selon la densité relative.....	68
Figure 26: Représentation graphique de la répartition des échantillons d'huile d'olive selon la teneur en chlorophylles.....	69
Figure 27: Représentation graphique de la répartition des échantillons d'huile d'olive selon la teneur en caroténoïdes.....	70
Figure 28: Représentation graphique de la répartition des échantillons d'huile d'olive selon le pH.....	71

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I :Les principaux acides gras de l'huile d'olive.....	1
Tableau II : La composition en acides gras déterminée par chromatographie en phase gazeuse (% acides gras totaux) selon le (CODEX STAN 33-1981,2015).....	26
Tableau III: Les normes établies par le COI des critères de qualité.....	29
Tableau IV :Les normes établies par le COI des caractéristiques organoleptiques.....	30
Tableau V : Les normes établies par le COI des critères de pureté.....	31
Tableau VI :L'intérêt de l'huile d'olive sur l'appareil digestif.....	37
Tableau VII : Des produits pharmaceutiques par voie orale dont l'excipient est l'huile d'olive	40
Tableau VIII :Des produits pharmaceutiques par voie nasale dont l'excipient est l'huile d'olive.....	41
Tableau IX: Des produits pharmaceutiques à base de l'huile d'olive commercialisé en Algérie.....	41
Tableau X: Les propriétés cosmétiques de l'huile d'olive.....	42
Tableau XI: Les échantillons de l'huile d'olive de différentes régions de Tizi-Ouzou.....	45
Tableau XII: Verrerie et consommable utilisés lors de l'analyse physico-chimique.....	46
Tableau XII : Les appareils utilisés lors de l'analyse physico-chimique.....	47
Tableau XIV: Les réactifs utilisés lors de l'analyse physico-chimiques.....	48
Tableau XV: les réactifs préparés lors de l'analyse chimique.....	48
Tableau XVI: Répartition des échantillons d'huile d'olive selon l'indice d'acide.....	61
Tableau XVII: Répartition des échantillons d'huile d'olive selon l'acidité.....	62
Tableau XVIII: Répartition des échantillons d'huile d'olive selon l'indice de peroxyde.....	63
Tableau XIX: Répartition des échantillons d'huile d'olive selon l'indice de saponification.....	64

Tableau XX: Répartition des échantillons d'huile d'olive selon l'absorbance dans l'UV.....	65
Tableau XXI: Le Σk des échantillons étudiés.....	66
Tableau XXII: Répartition des échantillons d'huile d'olive selon l'indice de réfraction ...	67
Tableau XXIII: Répartition des échantillons d'huile d'olive selon la densité relative.....	68
Tableau XXIV: Répartition des échantillons d'huile d'olive selon la teneur en chlorophylles.....	69
Tableau XXV: Répartition des échantillons d'huile d'olive selon la teneur en caroténoïdes.....	70
Tableau XXVI: Répartition des échantillons d'huile d'olive selon le pH.....	71
Tableau XXVII: L'analyse sensorielle des échantillons étudiés.....	72
Tableau XXVIII : Tableau récapitulatif des résultats obtenus.....	78

LISTE DES ANNEXES

Annexe I : Etude botanique de l'olivier.

Annexe II : Cycle annuel de l'olivier.

Annexe III : Répartition de la production mondiale d'huile d'olive.

Annexe IV : Répartition géographique de la production des oliviers destinés à la fabrication de l'huile et des huileries en Algérie.

Annexe V : Les différentes étapes de transformation de l'olive.

Annexe VI : Les Schéma d'obtention et de fabrication de l'huile d'olive.

Annexe VII : Les étapes du raffinage de l'huile d'olive et leurs effets sur les constituants et la composition.

Annexe VIII : La composition en acide gras d'une huile d'olive selon les résultats d'olivier et coll (2003) et selon la norme du codex alimentarius.

Annexe IX : Déroulement du rancissement dans le temps et Les Principaux altérations des corps gras.

Annexe X : La classification de l'huile de grignons d'olive.

Annexe XI : Codex alimentarius.

Annexe XII : La pyramide du régime méditerranéen.

Annexe XIII : Les autres effets de l'huile d'olive.

Annexe XIV : Fiche de renseignement.

Annexe XV : Préparation des solutions utilisées.

Annexe XVI : La feuille de profil sensoriel mise en disposition des dégustateurs.

Annexe XVII : Principe de spectrophotomètre.

Annexe XVIII : L'automatisation de contrôle qualité d'huile d'olive.

Annexe XIX : La place de l'huile d'olive dans la pharmacopée.



INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

Introduction

Depuis des siècles, de la civilisation grecque jusqu'à nos jours, l'olivier est le compagnon de la vie des hommes, il possède une très grande richesse symbolique reconnue par tous les peuples de tout temps : symbole de paix, de sagesse, d'éternité, de puissance, de fécondité, de victoire et de lumière ...etc [01].

L'huile d'olive est un produit agricole d'une grande importance dans le monde et principalement dans le bassin méditerranéen : l'Espagne, la Grèce, l'Italie, la Tunisie...etc.

L'Algérie est classée au septième rang mondial, son climat est des plus propices à la culture de l'olivier, elle constitue une source de revenue significative pour la population rurale. Dans le nord du pays, l'oléiculture est concentrée au niveau de sept principales wilayas (Tizi-Ouzou, Béjaïa, Bouira, Bordj-Bou-Arréridj, Jijel, Sétif et Mascara) dont la région centre représente un taux de plus de 75% de la superficie oléicole globale de ces sept wilayas.[02,03] Elle est la seule huile végétale extraite d'un fruit (olive), obtenue par des procédés physiques. L'absence d'étape de raffinage permet à l'huile d'olive de conserver tous ses antioxydants car ils ne vont pas être éliminés lors de ce procédé [04].

L'huile d'olive occupe une position unique parmi les huiles alimentaires, elle est consommée dans son état brut « vierge » en dehors de tout processus de raffinage. Cela revient à sa richesse en acides gras insaturés ainsi que la présence des acides gras essentiels. Outre cette composition particulière en acides gras, l'huile d'olive est surtout intéressante pour ses composés minoritaires tels que les polyphénols, réputés pour leurs potentiels antioxydants puissants [04].

Ces composés exercent diverses fonctions et propriétés biologiques, pour cela l'huile d'olive fait l'objet de nombreuses recherches pour confirmer ses vertus thérapeutiques, cosmétologiques et nutritionnelles.

La qualité de l'huile d'olive devient la principale priorité des politiques nationales, dans la quasi-totalité des pays producteurs. Selon la norme du Conseil Oléicole International : la seule organisation intergouvernementale au monde qui rassemble les producteurs et les consommateurs d'huile d'olive et d'olives de table; la qualité des huiles d'olive est un ensemble de caractéristiques physico-chimiques et organoleptiques permettant le classement des huiles en différentes catégories. Cette qualité est influencée par plusieurs facteurs, tels que les techniques culturales, l'apport hydrique, la période de récolte, les techniques d'extraction

INTRODUCTION GENERALE

et les conditions du stockage. Tous ces paramètres nécessitent une étude et une maîtrise approfondies afin d'aboutir à une huile de bonne qualité [05].

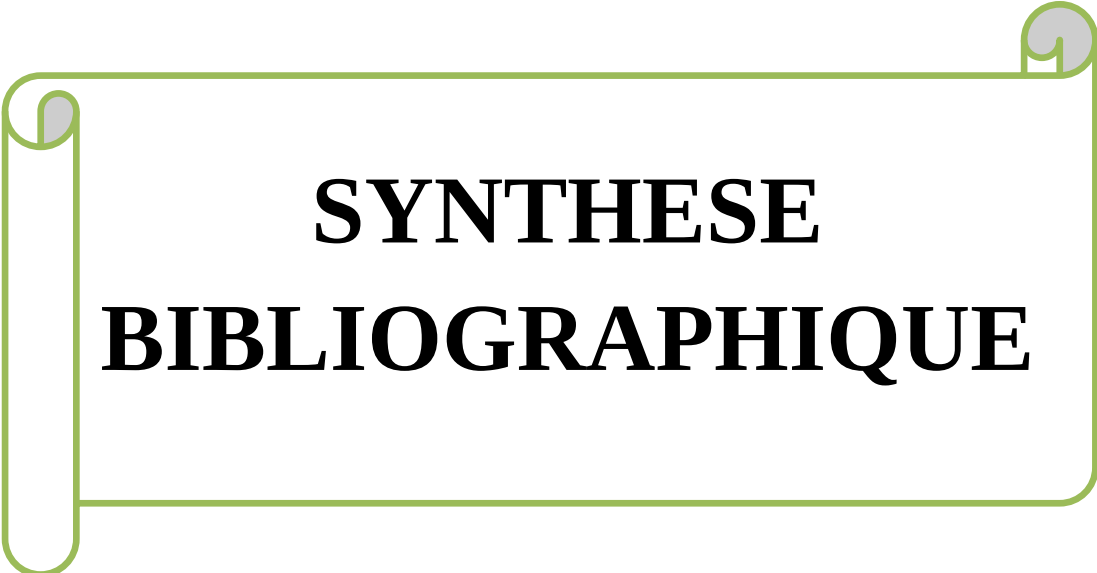
Ce manuscrit est divisé principalement en trois parties : la première partie portera sur une synthèse bibliographique, la seconde partie fera l'objet de la description des méthodes et matériels utilisés, et la dernière partie sera consacrée aux résultats obtenus ainsi que leurs interprétations.

Objectifs

L'objectif de ce travail est de réaliser un contrôle de la qualité de l'huile d'olive de différentes régions de la wilaya de Tizi-Ouzou, et les classer en catégorie défini par le Conseil Oléicole International (COI).

Pour atteindre cet objectif notre étude est répartie en trois volets :

- Analyse des paramètres physico-chimiques de l'huile d'olive des différentes régions de la wilaya Tizi-Ouzou.
- Une étude comparative des résultats obtenus pour chaque paramètre analysé avec les normes internationales de qualité (Conseil Oléicole International et le Codex Alimentarius).
- Et enfin, la comparaison des résultats obtenus avec des études réalisées auparavant.



SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

Chapitre I :

De l'olive à l'huile d'olive

1. L'olivier: l'arbre symbolique

L'histoire de l'olivier se confond avec celle des civilisations qui ont vu le jour autour du bassin méditerranéen. L'olivier et son huile occupent une place prépondérante dans la culture et le patrimoine des grandes civilisations antiques, il a été associé à de nombreuses légendes, mythes et rites sacrés. Pour les uns, l'olivier est symbole de paix et de sagesse, pour d'autres d'immortalité et de pureté ou encore de fécondité et de force [01].

Une légende grecque rapporte la lutte entre les dieux Poséidon et Athéna pour obtenir la souveraineté sur Athènes. Athéna fut victorieuse, parce qu'elle fit pousser un olivier. L'olivier lui fut consacré, car elle était la déesse de la sagesse. Dans l'antiquité, les égyptiens attribuent à Isis, leur plus grande déesse, le développement de la culture de l'olivier [01].

Dans l'islam, l'olivier symbolise la présence du prophète, grâce à cet arbre béni, l'humanité dispose de la lumière qui fait naître la lampe à l'huile, cette lueur de divine qui rapproche les hommes d'Allah [01].

قال الله تعالى: « اللَّهُ نُورُ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ مِثْلُ نُورِهِ كَمِشْكَاةٍ فِيهَا مِصْبَاحٌ الْمِصْبَاحُ فِي زُجَاجَةٍ الزُّجَاجَةُ كَأَنَّهَا كَوْكَبٌ دُرِّيٌّ يُوقَدُ مِنْ شَجَرَةٍ مُبَارَكَةٍ زَيْتُونَةٍ لَا شَرْقِيَّةٍ وَلَا غَرْبِيَّةٍ يَكَادُ زَيْتُهَا يُضِيءُ وَلَوْ لَمْ تَمْسَسْهُ نَارٌ نُورٌ عَلَى نُورٍ يَهْدِي اللَّهُ لِنُورِهِ مَنْ يَشَاءُ وَيَضْرِبُ اللَّهُ الْأَمْثَالَ لِلنَّاسِ وَاللَّهُ بِكُلِّ شَيْءٍ عَلِيمٌ » سورة النور (آية 35).

Dans la bible, l'huile d'olive est abondamment citée (140 fois), de même que l'olivier (100 fois), pressenti pour être le roi de tous les arbres [01].

2. L'étude botanique

2.1. La systématique et la classification : Selon la classification classique de CRONQUIST (1981). [06,07]

Règne : Plantae.

Sous-règne : Tracheobionta.

Division : Magnoliophyta(dicotylédone).

Classe : Magnoliopsida.

Sous-classe : Asteridae.

Ordre : Scrophulariales / Lamiales (dans la classification phylogénétique).

Famille : Oleaceae.

Genre : olea.

- Le nom binomial : *Olea europaea*_{L., 1753}.
- La sous-espèce : annexe «classification ancienne et actuelle».

Il existe deux espèces :

L'olivier sauvage : *Olea europaea sylvestris* (oléastre).

L'olivier cultivé : *Olea europaea sativa*.

L'appareil végétatif et producteur ainsi que le cycle annuel de l'olivier en (Annexe I, II).

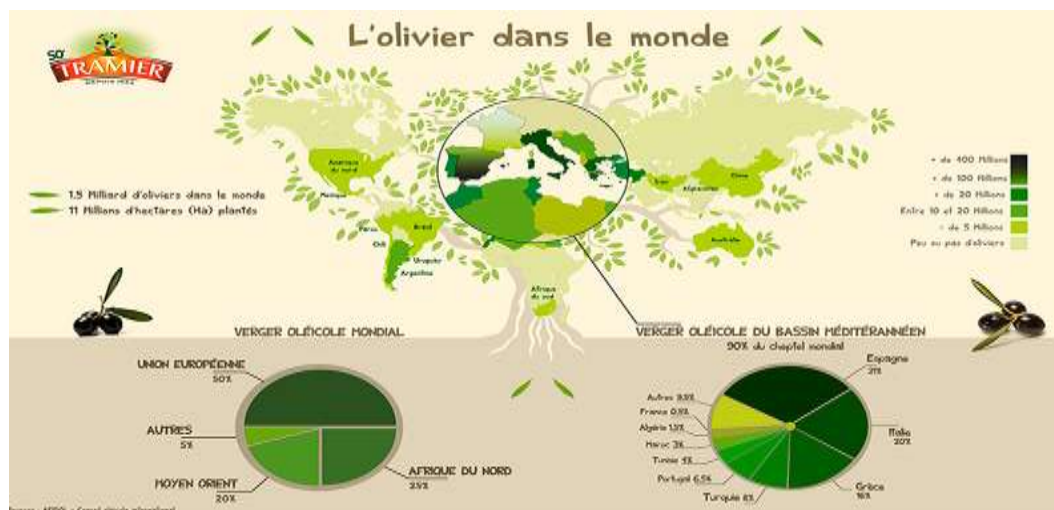
3. Répartition géographique de l'olivier

3.1. Dans le monde

Olea europaea est une variété domestiquée de l'oléastre, plante endémique de la zone méditerranéenne connue depuis 50 000 ans, arrivée d'Asie en passant par la Grèce antique et le Moyen-Orient (Syrie, Ougarit, Palestine), son origine semble être le croissant fertile. Sa culture a connu une expansion à travers la méditerranée depuis 1200 à 500 ans avant JC au gré des civilisations et des conquêtes [08, 09, 10].

L'olivier connaît une extension progressive à travers le monde ceci est due à son adaptation à toutes les conditions édaphiques et aux reliefs du sol. Durant les dernières années, plusieurs pays non méditerranéens ont tendance à développer cette culture dans certaines régions spécifiques de leur territoire [11,12].

Aujourd'hui on trouve les oliveraies au Proche-Orient, aux USA, en Amérique latine, en Afrique du nord et partout dans le monde.



Figure(01): L'oléiculture dans le monde [106].

La surface oléicole mondiale est estimée à 8. 600 000 ha pour une production d'environ 17,3 millions de tonnes d'olives, sur laquelle sont plantés plus de 800 millions d'oliviers. Les quatre premiers pays producteurs (Espagne, Italie, Grèce et Turquie) représentent 80% de la production mondiale d'olives et les dix premiers, tous situés dans la zone méditerranéenne [13]. (Annexe III)

3.2. En méditerranée

L'olivier est considéré comme une espèce caractéristique de la région méditerranéenne. On le rencontre surtout entre le 25^{ème} et 45^{ème} degré de latitude, dans l'hémisphère nord aussi bien que sud. Les implantations des oliveraies en Europe méditerranéenne sont limitées au nord au 45^{ème} degré de latitude, limite imposée par les froids hivernaux et les fréquentes gelées printanières. Dans la rive sud de la Méditerranée en Afrique du nord, l'olivier n'est pratiquement plus cultivé au-delà du 25^{ème} degré de latitude, limite imposée par les rigueurs du climat présaharien vers le sud. Aujourd'hui environ 98% de la production mondiale provient du bassin méditerranéen [14].

L'oléiculture joue un rôle prépondérant dans cette région tant sur le plan agro-économique, que social et environnemental [15].

3.3. En Algérie

En Algérie, l'olivier compte environ 32 millions d'arbres, répartie sur une superficie d'environ 328.884 hectares, soit 34,09% du verger arboricole national. L'oléiculture algérienne est située principalement dans la partie nord du pays, où la plupart des vergers (80%) sont situés dans des zones montagneuses avec des sols pauvres.

Cette superficie a bien nettement augmenté par la mise en place d'un programme national pour le développement de l'oléiculture intensive dans les zones steppiques, présahariennes et sahariennes (Msila, Biskra, Ghardaïa...) en vue d'augmenter les productions et de minimiser les importations [16,17].

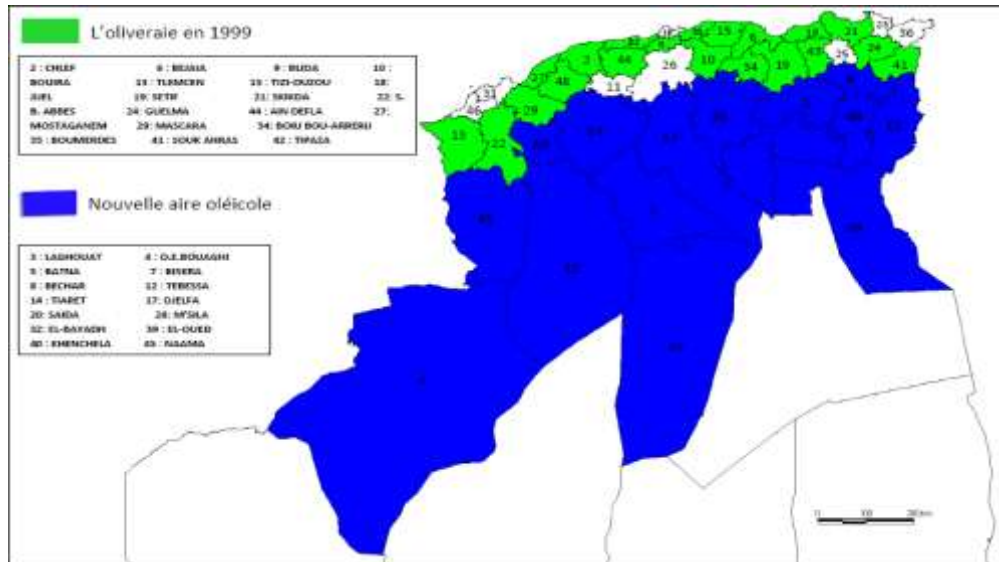


Figure (02): Carte oléicole d'Algérie [107].

En effet la production nationale d'huile d'olive est estimée à 28.595 t/an et ne couvre qu'environ 30 à 40 % des besoins nationaux en huile végétale alimentaire fluide, tandis que la production d'olives de table est estimée à 72.920 t/an [13]. (Annexe IV)

3.4. A Tizi-Ouzou

L'oléiculture, qui est l'une des principales vocations de la wilaya, occupe une superficie de 35.000 hectares de la superficie agricole utile de la wilaya de Tizi-Ouzou où la culture de l'olive est pratiquée par l'écrasante majorité de la population [18].

Elle est pratiquement présente à travers tout le territoire de la wilaya, mais avec des densités variables. Elle est essentiellement concentrée à : Bouzeguène, Maatkas, Beni Douala, Draa El Mizan, Ouaguenoun.

Des campagnes de plantation d'oliviers sont réalisées en faveur d'augmenter le taux de production total.

4. Transformation de l'olive d'huile

L'huile d'olive est obtenue à partir de la pulpe très charnue de l'olive selon les étapes suivantes : (Annexe V)

4.1. Récolte des olives ou olivaison :

Elle s'effectue de différentes manières suivant la variété cultivée et les régions. Ainsi, les olives destinées à la table sont cueillies avant celles destinées à l'huilerie qui doivent attendre un degré de maturation plus avancé : la récolte des olives de table se déroule fin septembre alors que celle des olives noires réservées à la fabrication de l'huile bat son plein en décembre pour se terminer à la fin de l'hiver, vers la mi-février. Toutefois, la date exacte de la récolte correspondant au juste degré de maturité reste difficile à déterminer. Elle peut varier d'une région à l'autre et d'une année à l'autre [19].

Différentes méthodes de cueillette :

4.1.1. Traditionnelle

Il s'agit de la cueillette à la main, méthode qui donne entière satisfaction du point de vue de la qualité des fruits récoltés. Les olives sont cueillies une à une, au rythme de 7 à 10 kg par heure. Aujourd'hui, on peigne encore les rameaux en détachant les olives à l'aide d'un râteau [20].

4.1.2. Mécanisée

La méthode consiste à secouer l'arbre à l'aide d'une machine à vibrer pour faire tomber les fruits dans des filets à mailles fines tendus sous les rameaux (ces filets sont montés sur roue pour être facilement déplacés d'arbre en arbre), puis à aspirer les fruits [20].

4.2. Triage, stockage et lavage des olives

Quelle que soit la méthode de cueillette utilisée, un triage des olives est nécessaire afin d'éliminer les feuilles, les brindilles, les petits cailloux, la terre (qui donnent un goût amer à l'huile). Ensuite, les olives sont aussitôt transportées au moulin dans des corbeilles, des caisses de bois ou des cagettes ajourées, assurant une bonne respiration des fruits. La durée de stockage doit être la plus courte possible. De plus, de bonnes conditions de stockage sont déterminantes pour la qualité de l'huile. Le stockage des olives demeure néanmoins une phase critique. En effet, l'altération de l'huile est causée par des phénomènes d'hydrolyse et de

lipolyses enzymatiques ou microbiennes. Il faut donc prendre grand soin des olives et les stocker en couche mince dans un endroit aéré et à l'abri de la lumière. Les olives, enfin, sont lavées à l'eau froide. Les laveuses à olive constituent l'étape entre stockage et fabrication de l'huile. Le lavage permet d'améliorer les qualités organoleptiques de l'huile [21, 22].

4.3. Principe de base de l'extraction de l'huile d'olive

La méthode de pression pour extraire l'huile d'olive remonte à au moins 5000 ans. Les différents procédés utilisés pour l'extraction de l'huile d'olive peuvent employer des techniques et des instruments divers mais tous suivent un même principe de base :

Broyage : l'huile est contenue dans de minuscules vacuoles dans les cellules des olives. C'est en brisant la paroi de ces vacuoles que l'on peut la récupérer. A l'issue du broyage, on obtient une pâte.

Malaxage : la pâte est malaxée pour libérer une quantité d'huile maximale.

Séparation des phases : elle permet de dissocier la phase solide (appelée grignon) de la phase liquide qui renferme l'huile et les eaux de végétation.

Décantation : elle consiste à séparer l'huile des eaux de végétation appelées margines.

L'huile d'olive est immédiatement stockée dans les meilleures conditions : en effet, même si l'huile d'olive résiste assez bien à l'oxydation, elle absorbe facilement les odeurs et les saveurs de son environnement. Ses qualités organoleptiques peuvent alors être modifiées d'où l'utilisation de cuves en inox généralement [21].

4.4. Procédés de fabrication de l'huile d'olive

Deux procédés sont généralement utilisés : un procédé discontinu et un procédé continu. (Annexe VI)

4.4.1. Procédé discontinu ou système à presse = le système le plus répandu

Le broyage est réalisé par des meules en pierre de granit, qui tournent dans un bac dont le sol est également en pierre. Les meules utilisées pour le broyage sont ensuite légèrement décentrées par rapport à l'axe de rotation. Elles dérapent donc légèrement sur le socle lorsqu'elles tournent ce qui permet de malaxer la pâte. La pâte est obtenue en 30 minutes environ. La pâte malaxée est placée en couche mince de 2 cm d'épaisseur sur des disques en fibre de nylon appelés scourtins. Ceux-ci sont empilés les uns sur les autres autour d'un pivot

central monté sur un petit chariot. L'ensemble est placé sur un piston de presse hydraulique qui permet de faire subir à la pâte une pression de 400 kg/cm^2 . La phase liquide s'écoule dans un bac de réception ; le grignon reste accroché aux scourtins. Cette opération dure 45 minutes. Ensuite, chaque scourtin est débarrassé de son grignon en le tapant comme un tapis. Enfin, des centrifugeuses permettent de séparer l'huile d'olive des margines [19].

4.4.2. Procédé continu ou système à centrifugation

Le broyage est réalisé par des broyeurs mécaniques agissant comme des « presse purée ». Ces broyeurs peuvent travailler en continu, la pâte étant obtenue presque instantanément. Ensuite, la pâte est amenée dans un bac en inox, dans lequel tourne une spirale ou une vis sans fin, également en inox. La pâte malaxée est injectée par une pompe dans une centrifugeuse dont l'axe est horizontal. Cet appareil est appelé décanteur horizontal. La dernière étape est identique au procédé précédent : des centrifugeuses permettent de séparer l'huile d'olive des margines [19].

3.5. Le raffinage

Il existe aussi un autre procédé industriel qui est le raffinage.

Le raffinage est une technologie relativement récente, c'est l'ensemble des opérations qui servent à transformer l'huile brute en un produit industriel en éliminant les impuretés qui le rendent impropre à la consommation.

L'huile contient des éléments désirables et utiles (vitamines, insaponifiable...) et d'autres indésirables comme (cires, peroxyde, acides gras libres...).

En effet le raffinage a pour but de maintenir ou d'améliorer les caractères organoleptiques : (gout, odeur neutre, limpidité, couleur jeune clair), nutritionnels et la stabilité des corps gras en général.

Pour ce faire, il met en œuvre plusieurs étapes pour éliminer par exemple : les gommages, les cires, les acides gras libres, les pigments, les traces métalliques ...) qui sont des composés nuisibles à la qualité [23]. (Annexe VII)

Chapitre II :

Composition de l'huile d'olive et sa dénomination commerciale

1. Définition de l'huile d'olive

Selon le Codex Alimentarius : « c'est l'huile provenant uniquement de l'olivier (*Olea europaea*.L). A l'exclusion des huiles obtenues par solvant ou pas procédés de ré-estérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature » [24].

2. La composition chimique de l'huile d'olive

La composition chimique de l'huile d'olive (*Olea europaea*.L) dépend largement de la variété du fruit, des conditions agronomiques, du degré de maturité, des procédés d'extraction et des conditions de stockage [25].

L'huile d'olive contient un grand nombre de composés structurellement hétérogènes ; souvent classés en deux catégories : la fraction saponifiable et la fraction insaponifiable.

2.1. La fraction saponifiable

Elle représente 99% de la composition de l'huile d'olive, elle est composée majoritairement par les triacylglycerols et au moindre quantité les acides gras libres, les mono et les diacylglycérols [26].

2.1.1. Les acides gras

Les acides gras sont des molécules organiques comprenant une chaîne carbonée terminée par un groupement carboxyle. Cette chaîne carbonée peut être dépourvue de toute double liaison carbone-carbone, dans ce cas les acides gras sont dits « saturés ». Elle peut également contenir une double liaison (acides gras mono-insaturés AGMI) ou plusieurs doubles liaisons (acides gras polyinsaturés AGPI). Il existe 2 grandes familles d'AGPI : la série en n-6 (ou oméga 6) et la série n-3 (ou oméga 3).

La composition en acide gras est très variable comme elle dépend de plusieurs facteurs, mais en moyenne, l'huile d'olive vierge se compose de 8-14 % d'AGS comme l'acide stéarique (4-20 %), 55-83 % d'AGMI (l'acide oléique), et d'AGPI en particulier les oméga-3 comme l'écicosapentaénoïque et di-insaturés comme l'acide linoléique [01, 27]. (Annexe VIII)

Les principaux acides gras de l'huile d'olive

Tableau I : Principaux acides gras de l'huile d'olive.

Le type de l'acide gras	Le nom de l'acide gras	La structure chimique de l'acide gras
Acides gras saturés	Acide palmitique.	$\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_{14} - \text{COOH}$
	Acide stéarique.	$\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_{16} - \text{COOH}$
Acides gras polyinsaturés	Famille en w6 : Acide linoléique.	$\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_4 - \text{CH} = \text{CH} - \text{CH}_2 - \text{CH} = \text{CH} - (\text{CH}_2)_7 - \text{COOH}$
	Famille en w3 : Acide α-linolénique	$\text{CH}_3 - \text{CH}_2 - \text{CH} = \text{CH} - \text{CH}_2 - \text{CH} = \text{CH} - \text{CH}_2 - \text{CH} = \text{CH} - (\text{CH}_2)_7 - \text{COOH}$
Acides gras monoinsaturés	Acide oléique	$\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_7 - \text{CH} = \text{CH} - (\text{CH}_2)_7 - \text{COOH}$
	Acide palmitoléique	$\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_6 - \text{CH} = \text{CH} - (\text{CH}_2)_5 - \text{COOH}$

Notion d'acides gras essentiels (AGE)

L'acide linoléique et l'acide α-linolénique sont essentiels, ils sont indispensables à l'organisme vivant qui ne sait pas les synthétiser. Ils doivent donc être absolument apportés par l'alimentation. En effet, c'est à partir d'eux que seront synthétisées des substances comme les prostaglandines ou encore les leucotriènes. Une carence grave en AGE pourra être responsable de nombreux troubles pathologiques tels qu'une sécheresse cutanée, un arrêt de croissance chez les enfants, une perte de cheveux, des symptômes neurologiques avec perte d'équilibre, une sensibilité accrue aux infections, une augmentation des besoins énergétiques.

Le principal constituant lipidique de l'huile d'olive est un acide gras mono-insaturé de la famille oméga-9: l'acide oléique qui représente à lui seul près de 55 à 80% des acides gras de cette huile, cela la distingue d'autres huiles et autres corps gras alimentaires.

D'autre part, l'huile d'olive est assez pauvre en AGS et contient des AGPI en quantité satisfaisante [01].

2.1.2. Les triglycérides

Les TG sont des triesters résultant de la combinaison de 3 molécules d'AG par leur fonction carboxyle avec les fonctions alcooliques du glycérol.

Les triglycérides sont le plus souvent hétérogènes, c'est-à-dire que le glycérol est estérifié par 2 ou 3 acides gras différents, les acides gras insaturés sont majoritairement estérifiés en position 2 du glycérol, alors que les AGS se retrouvent préférentiellement sur les positions alcools externes du glycérol. Quant à l'acide oléique (AGMI), il se distribue équitablement entre les trois positions du glycérol, en privilégiant la position 2 [28].

Les huiles d'olive sont constituées d'une vingtaine de triglycérides dont trois sont majoritaires : **OOO** (trioléine; 27,53-59,34%), **POO** (palmitoyldioléine; 12,42-30,57%), **LOO** (linoléoyldioléine; 4,14- 17,46 %), **POL** (palmityl-2-oléo-3- linoléine; 2,69-12,31%) et **SOO** (stéaroyldioléine; 3,17- 8,39%) (Avec O = acide oléique; L= acide linoléique; P= acide palmitique; S= acide stéarique) [29].

2.2. La fraction insaponifiable

Outre sa richesse en lipides, l'huile d'olive contient un grand nombre de composés non glycéridiques : la fraction insaponifiable, qui est présente en faible proportion dans l'huile d'olive (2%), elle est constituée majoritairement d'hydrocarbures, mais contient aussi des stérols, des alcools triterpéniques, des tocophérols, des composés phénoliques et des substances colorantes et aromatiques : ces composants dits "mineurs" [30, 31].

L'huile d'olive contient près de 250 composés mineurs qui lui confèrent ses qualités organoleptiques et nutritionnelles [32].

Par ailleurs, les composés mineurs ont des effets notables sur la stabilité de l'huile au cours de son stockage [33].

2.2.1. Les hydrocarbures

Le principal hydrocarbure de l'huile d'olive est le squalène ($C_{30}H_{50}$), un triterpène qui apparaît dans la voie de la biosynthèse du cholestérol. Il représente 30 à 50 % des constituants mineurs de l'huile d'olive. C'est un régénérateur probable de α -tocophérol ce qui implique ainsi une activité antioxydante de ce hydrocarbure polyinsaturé. Outre le squalène, l'huile d'olive contient aussi d'autres hydrocarbures, mais en moindres quantités tels que le β -carotène et d'autres à l'état volatile, il s'agit entre autre de phénanthrène, pyrène, fluoranthrène, 1,2 benzanthrène, chrysène et périlène [34].

2.2.2. Les stérols

Les stérols correspondent à 20% de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive et ils sont présents sous forme libre et estérifiée aux acides gras [35].

Le principal stérol est le Beta-sitostérol qui représente jusqu'à 90 à 95 % de tous les stérols présents. Celui-ci est intéressant car il s'oppose à l'absorption intestinale du cholestérol alimentaire. L'huile d'olive est la seule huile à contenir un taux particulièrement élevé de ce type de stérols [01].

Les plus importants des stérols sont le sitostérol, le campestérol et le stigmastérol, qui sont habituellement consommés en faibles quantités dans un régime alimentaire traditionnel [36].

2.2.3. Les alcools terpéniques

Ils sont présents dans l'huile d'olive à l'état libre ou bien estérifiés avec les acides gras. Parmi eux, le cycloarténol revêt un intérêt particulier: il augmente l'excrétion des acides biliaires, favorisant ainsi l'élimination fécale du cholestérol.

On trouve aussi de l'érythrodiol et de l'uvaol, rencontrés exceptionnellement ailleurs [30].

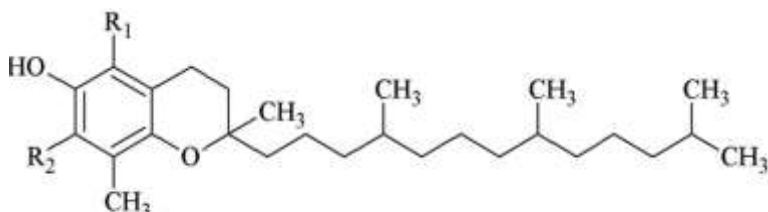
2.2.4. Les tocophérols

Les tocophérols sont reconnus pour leur double action bénéfique. En effet ils ont tout d'abord l'atout d'être une vitamine (vitamine E) et ils ont également une forte activité anti oxygène [37].

Ce sont de puissants agents antioxydants capables de lutter contre l'attaque des radicaux libres, ils s'opposent au rancissement de l'huile.

Les tocophérols se distinguent sous quatre formes : α , β , γ et δ .

Dans l'huile d'olive, l' α -tocophérol est majoritaire à 90 %, et constitue donc la forme la plus active biologiquement [38].



Figure(03): Structure des tocophérols [04].

Tocophérol	R1	R2
α -	CH ₃	CH ₃
β -	CH ₃	H
γ -	H	CH ₃
δ -	H	H

2.2.5. Les pigments

Les chlorophylles et les caroténoïdes sont les pigments conférant à l'huile d'olive ses diverses couleurs, allant du vert-jaunâtre à l'or. A noter que la couleur est souvent associée à la notion de qualité pour les consommateurs. Ils ont un rôle crucial dans le phénomène de photosynthèse, mais aussi plusieurs études ont démontré que ces pigments ont un effet sur la santé. La teneur totale en pigment dans l'huile d'olive est un paramètre important de qualité car il est corrélé avec la couleur [30].

- **La fraction des chlorophylles** (0,1 à 1 mg/100 g)

Elles sont responsables de la couleur verte de l'huile. On trouve des chlorophylles α et β , et des phéophytines [39]. Les chlorophylles perdent leurs ions magnésium et se transforment en phéophytines qui sont des pigments verts olive jaunâtres. Parmi ces derniers, la phéophytines α (Phéo α) est prédominante [40]. Ces pigments jouent biologiquement une action d'excitation du métabolisme, de stimulation de la croissance cellulaire et de l'hématopoïèse, et ils accélèrent les processus de cicatrisation [30].

- **La fraction des caroténoïdes** (0,5 à 1 mg/100 g)

Ces pigments, de couleur jaune-orangé, regroupent la lutéine, le bêta-carotène (ou provitamine A), et diverses xanthophylles (dont la néoxanthine, la violaxanthine). Le bêta-carotène (0,3 à 3,7 mg/kg) fournit par clivage de la vitamine A, élément jouant un rôle fondamental dans la vision et ayant aussi une action antioxydante [30].

2.2.6. Les composés phénoliques [04]

Les composés phénoliques jouent un rôle très important dans la caractérisation des huiles et pour leur intérêt nutritionnel.

Ils sont simples et complexes qui augmentent sa stabilité et lui confère des propriétés antioxydantes et modulent sa saveur, ils contribuent au goût piquant, à l'astringence et à l'amertume des huiles.

Les composés phénoliques sont au centre de nombreuses études, c'est surtout pour leur potentiel en matière de prévention de la santé humaine.

Différentes familles de composés phénoliques sont présentes dans l'huile d'olive :

- Les dérivés sécoiridoides: sont des composés glycosylés issus du métabolisme secondaire des terpènes, parmi eux :

L'oleuropéine:est le composé majoritaire dans les feuilles d'olivier et dans les olives et c'est le principal responsable de l'amertume des olives.

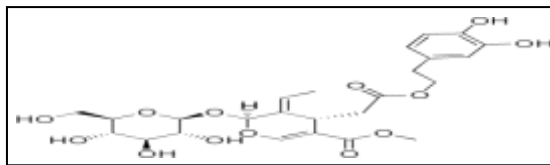


Figure (04) : Structure de l'oleuropéine [04].

Le ligstroside : est également présent en grande quantité dans l'olive.

➤ Les lignanes : telles que le pinorésinol, l'acetoxy-pinorésinol et l'acide élenoliquesont également détectées dans les huiles.

R: H :Pinorésinol

R: OCOCH₃ :Acetoxypinoresinol

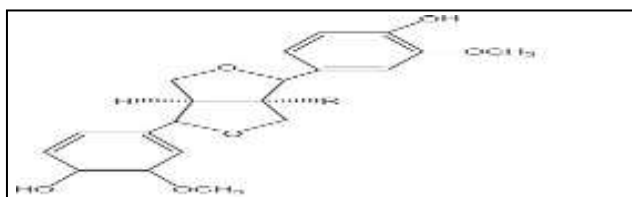


Figure (05) : Structure du Pinoresinol et Acetoxypinoresinol [04].

➤ Les flavonoïdes : font également partie des composés majoritaires trouvés dans l'huile, il s'agit de l'apigénine et de la lutéoline

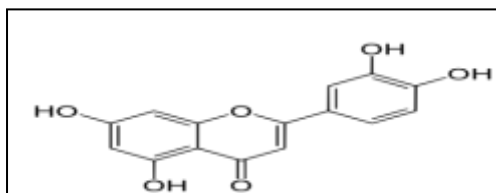
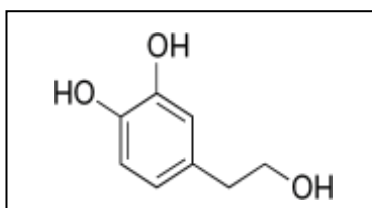


Figure (06) : Structure de la lutéoline [04].

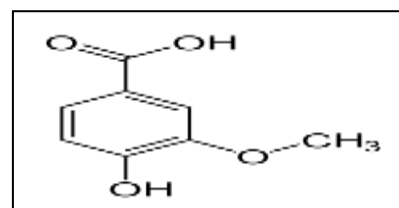
➤ Les phénols simples :

Sous catégorie les alcools phénoliques : on retrouve l'hydroxytyrosol et le tyrosol.

Sous catégorie les acides phénoliques : l'acide caféique, l'acide férulique, l'acide p-coumarique ou encore l'acide vanillique.



Figure(07): Structure de l'hydroxytyrosol [04].



Figure(08) : Structure de l'acide vanillique [04].

Les composés les plus abondants sont l'oleuropéine, le tyrosol, l'hydroxytyrosol, l'acide homovanillique et le verbascoside.

La composition en polyphénols de l'huile d'olive dépend de la variété et de la maturité des olives, des procédés technologiques utilisés pour séparer la phase aqueuse de la phase huileuse. L'origine géographique a une forte influence sur le développement de certains phénols.

Le principal responsable de l'action antioxydante des polyphénols semble être l'hydroxytyrosol. C'est en partie grâce à lui que l'huile d'olive montre une aussi grande stabilité face à l'oxydation. L'hydroxytyrosol est, en effet, bien connu pour la protection «Anti-péroxyde» qu'il confère à l'huile d'olive.

3. Altération des huiles

3.1. Les différents types d'altérations des huiles

Le problème d'altération des huiles alimentaires constitue un problème majeur en industrie des corps gras. En effet, il est évident que l'oxydation des huiles conduit en général à des conséquences indésirables en portant préjudice aux qualités organoleptiques, nutritionnelles et dans des conditions extrêmes, des substances toxiques peuvent se former.

Ces altérations peuvent causer des pertes considérables tant sur le plan alimentaire que sur le plan économique. Il existe trois types d'altérations :

3.1.1. Altération d'acidification (par hydrolyse)

L'hydrolyse est une réaction chimique qui s'effectue en présence de l'eau et les triglycérides sous certaines conditions selon cette réaction :



Cette réaction se déroule en trois étapes en donnant successivement un diglycéride ; un monoglycéride et enfin un glycérol, ce dernier peut générer l'acroléine.

Il existe deux types d'hydrolyse :

- Hydrolyse par voie chimique

Elle a lieu au cours du stockage et du traitement thermique des huiles, elle est favorisée par la présence des acides gras libres et le taux d'humidité. Cette hydrolyse s'accompagne par une oxydation, car les acides gras libres s'oxydent 10 fois plus vite que les triglycérides [42].

- Hydrolyse enzymatique

Cette réaction se déroule seulement dans les huiles brutes ; au cours du stockage et du transport de la matière première. Les enzymes responsables de cette hydrolyse sont les lipases [42].

3.1.2. Altérations thermo-oxydatives

Le chauffage des lipides à des températures supérieures à 100 voire 150 C°, conduit à la formation de polymères, de composés cycliques ou isomérisés [43,44].

3.1.3. Altérations par oxydation

C'est l'ensemble des transformations que peuvent subir les matières grasses et leurs dérivés sous l'action de l'oxygène ou, un oxydant chimique, un enzyme, une énergie lumineuse. On distingue :

- L'oxydation par l'oxygène de l'air : les principaux substrats de cette oxydation sont les acides gras insaturés qui s'oxydent plus vite à l'état libre. Cette réaction dite réaction d'autocatalyse des huiles et des graisses a une vitesse qui peut être augmentée sous l'action de la lumière, l'activité de l'eau, et la température.
- L'oxydation chimique : c'est une réaction qui se fait par un oxydant puissant tel que le permanganate de potassium (KMnO₄). Cette oxydation a lieu au cours du traitement et durant la conservation des huiles.

Il faut noter que les autres substances non saturées comme les vitamines A et E, les caroténoïdes, et certains hydrocarbures présentes dans les huiles peuvent subir des oxydations analogues dites secondaires [45].

- Photo-oxydation : est source importante de production d'hydro-péroxydes en présence d'oxygène ; d'énergie lumineuse (UV) et de photo-sensibilisateurs tels que la chlorophylle, certains colorants ou vitamines [46].
- Oxydation enzymatique (rancissement) : elle agit spécifiquement sur les acides gras non estérifiés, en présence d'un enzyme ; appelé lipoxygénase. Ce dernier catalyse l'insertion d'une molécule d'oxygène sur l'acide gras insaturé selon un mécanisme réactionnel afin d'aboutir à la formation d'hydro-péroxydes [47]. (Annexe IX)

❖ Les facteurs favorisant l'oxydation

L'oxydation des lipides est une réaction lente, particulièrement à basse température. La phase d'initiation de l'oxydation des lipides peut être déclenchée par plusieurs facteurs tels que l'oxygène activé, le degré d'insaturation, les enzymes, la température, la lumière ou les traces de métaux [47].

3.1.4. Altération biologique

Des micro-organismes sont généralement introduits par l'atmosphère ambiante, par l'appareillage de traitement non stérilisé, par les emballages, par le contact humain et par les insectes. L'action de ces micro-organismes a pratiquement pour résultat la formation d'enzymes génératrices d'acides gras, de produits d'oxydation, d'aldéhydes et de cétones ; ce qui se traduit par des modifications d'apparence, de texture, de saveur et aussi par l'apparition de produits toxiques. Le cas le plus généralement étudié est celui d'une altération par *Aspergillus flavus* [48].

3.2. Conservation et stockage

Bien que certaines huiles se conservent le plus longtemps, en raison de leur faible acidité et de leur patrimoine antioxydant, cette conservation n'est pas infinie, du moins en ce qui concerne ses qualités organoleptiques. Il convient, donc, de respecter les règles suivantes :

- La température de stockage doit être relativement basse. Il faudra, donc, utiliser des systèmes tendant à éviter les sources de chaleur, mais sans recourir aux systèmes de refroidissement. La température optimale se situe entre 15 et 25°C.
- L'absence de radiations, et en particulier de radiations ultraviolettes, qui sont à l'origine de la formation des radicaux qui déclenchent les réactions d'auto-oxydation.
- Le matériau des récipients doit être inattaquable ; à cet effet, les meilleurs matériaux sont l'acier inoxydable de qualité alimentaire et le fer iso vitrifié. Les revêtements en matières plastiques sur l'acier sont à déconseiller [49].

4. Dénominations et définitions des l'huiles d'olive

Conformément à la norme émise par le Conseil Oléicole International qui propose des dénominations et des définitions, il existe différentes catégories d'huile d'olive :

4.1. Les huiles d'olive vierges

Sont les huiles obtenues du fruit de l'olivier (*Olea europaea* L.) uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques (dans des conditions, thermiques notamment, qui n'entraînent pas d'altération de l'huile) et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration. Elles font l'objet du classement et des dénominations ci-après :

4.1.1. L'huile d'olive vierge extra: huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est inférieure à 0,8 gramme pour 100 grammes et dont les autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie ;

4.1.2. L'huile d'olive vierge: huile d'olive dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est inférieure à 2 grammes pour 100 grammes et dont les autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie ;

4.1.3. L'huile d'olive vierge courante: huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est inférieure à 3,3 grammes pour 100 grammes et dont les autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie.

4.1.4. L'huile d'olive vierge lampante (non propre à la consommation en l'état) : l'huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est supérieure à 3,3 grammes pour 100 grammes et/ou dont les caractéristiques organoleptiques et les autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie. Elle est destinée aux industries du raffinage ou à des usages techniques [50].

4.2. Huile d'olive raffinée

L'huile d'olive obtenue par le raffinage des huiles d'olive vierges. Son acidité libre exprimée en acide oléique est inférieure à 0,3 gramme pour 100 grammes et ses autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie [50].

Après raffinage, la composition originelle de l'huile est modifiée profondément avec une disparition de la quasi-totalité d'éléments de haute valeur nutritionnelle [51].

4.3. L'huile d'olive

Huile constituée par le coupage d'huile d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges propres à la consommation en l'état. Son acidité libre exprimée en acide oléique doit être inférieure à 1 gramme pour 100 grammes et ses autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie [50].

Une autre catégorie d'huile d'olive est mise en évidence :

4.4. L'huile de grignons d'olive

Huile obtenue par traitement aux solvants ou d'autres procédés physiques, des grignons d'olive, à l'exclusion des huiles obtenues par des procédés de ré-estérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature [50]. (Annexe X)

Chapitre III :

Caractérisation physico-
chimique de l'huile d'olive

L'huile d'olive, par son importance économique et sociale et vu son prix toujours supérieur à celui des autres huiles végétales, est soumise, le plus souvent, à des adultérations.

Les méthodes d'analyse employées pour détecter les différentes fraudes possibles ont énormément évolué ces dernières années en passant par les analyses physico-chimiques les plus simples jusqu'à l'utilisation des appareils analytiques performants tels, la chromatographie en phase gazeuse et la chromatographie liquide à haute performance.

L'huile d'olive doit répondre à certaines normes de base qui la différencient des autres huiles dont la caractérisation physico-chimique constitue l'étape cruciale dans sa classification (Extra vierge, vierge, Vierge courante, Vierge lampante, raffinée) [52].

Cependant, les critères de sélection ou d'exclusion d'une huile dans une catégorie sont très nombreux vu la diversité des normes internationales qui régissent la qualité de l'huile d'olive. Le suivi de ces différents critères est nécessaire car une dégradation de la qualité de l'huile peut avoir de nombreuses conséquences tant d'un point de vue nutritionnel que d'un point de vue risque sanitaire [53].

1. Les critères de qualité

Les critères de qualité de l'huile d'olive englobent des caractéristiques physico-chimiques et organoleptiques. Ils permettent la classification commerciale des huiles d'olive selon la norme du Conseil Oléicole International et le règlement de la Commission Européenne.

Par ailleurs, plusieurs auteurs ont proposé d'inclure les phénols comme un bon indicateur de qualité d'huile d'olive [54].

Selon la norme du conseil oléicole international (COI) les critères de qualité sont [55]:

1.1. L'indice d'acide

L'acidité constitue une caractéristique fondamentale de la qualité de l'huile d'olive [04].

Elle estime la teneur en acides gras libres de l'huile exprimée en pourcentage d'acide oléique.

Les acides gras libres sont libérés des triglycérides suite à une altération hydrolytique de la matière première, à une activité enzymatique naturelle et/ou microbienne [56].

Définition

L'indice d'acide : est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaires pour la neutralisation des acides libres contenus dans un gramme de corps gras [57].

L'acidité : est la teneur en acides gras libres résultant de l'hydrolyse des triglycérides présent dans l'huile d'olive. Elle est exprimée en pourcentage, le nombre de grammes d'acide oléique libre pour 100 grammes d'huile [58].

1.2. L'indice de peroxyde

Les corps gras peuvent s'oxyder en présence d'oxygène et de certains pro-oxydants (température élevée, lumière, enzyme, ions métalliques...). Cette auto-oxydation conduit dans un premier temps à la formation de peroxydes (ou hydroperoxydes) qui se décomposent ultérieurement en dérivés carbonylés aldéhydes et hydrocétones (responsables de l'odeur de rance) et en divers produits oxygénés (alcools, acides...). Il convient bien pour suivre les premiers stades de l'oxydation des lipides en quantifiant à un moment donné, la quantité des peroxydes présents dans l'huile d'olive [59].

Définition

L'indice de peroxyde est le nombre de milliéquivalents d'oxygène actif par un kilogramme de corps gras (meq O₂ / kg d'huile) [60].

1.3. Absorbance dans l'Ultra-violet

La détermination des coefficients d'extinction spécifiques K₂₃₂ et K₂₇₀ dans l'ultraviolet pour une solution d'huile à 1 % apparaît comme un des plus sûrs moyens de caractériser l'état d'oxydation de l'huile d'olive.

L'oxydation des corps gras, en particulier ceux contenant l'acide linoléique, conduit à la formation d'hydroxyperoxyde linoléique, diène conjugué qui peuvent être appréciés par leur absorption spectrophotométrique dans la zone UV aux environs de 232 nm. Plus l'extinction à 232 nm est forte, plus l'huile d'olive est riche en produit secondaire d'oxydation.

Si l'oxydation se poursuit, il se forme «des produits secondaires» en particulier des dicétones et des cétones insaturés qui absorbent dans la zone UV vers 270 nm.

Le raffinage des huiles d'olive provoque, par migration des doubles liaisons le long de la chaîne grasse, la formation de systèmes conjugués (triènes conjugués) qui absorbent également à la longueur d'onde de 270 nm. En plus de la bande d'absorption à 270 nm, deux

autres bandes d'absorption situées respectivement à 266 et à 274 nm; ces dernières sont utilisées pour distinguer l'absorption due aux produits d'oxydation de celle due aux systèmes conjugués [61].

L'indice de peroxyde et les absorbances dans l'UV sont significatifs de l'auto-oxydation de l'huile d'olive, ceci pouvant tenir à une matière première de qualité inférieure (olives piquées), un processus de fabrication défectueux, un stockage inadapté ou prolongé [62].

1.4. Teneur en eau et les matières volatiles

Définition

L'eau et les matières volatiles sont déterminées par la perte en masse après un chauffage à 103C°. Pendant un temps suffisamment court pour éviter l'oxydation, mais suffisamment long pour permettre l'élimination total de l'eau et les produits volatils. Elle est exprimée en pourcentage % [63].

1.5. Teneur en impuretés

Le principe de dosage se base sur l'insolubilité d'une quantité de l'huile d'olive dans l'éther de pétrole, il est exprimé en pourcentage [64].

1.6. Traces métalliques

La détermination des teneurs de cuivre, de fer et de nickel dans les huiles et les graisses se fait par la spectrophotométrie d'absorption atomique directe sur four à graphite, exprimé en milligramme de métal/ kilogramme de l'huile d'olive (mg/kg) conformément à ISO 8294 [55].

○ Autres paramètres de qualité

1.7. point d'éclair.

1.8. Esters méthyliques (FAME) et esters éthyliques (FAEE) des acides gras.

1.9. Teneur en phénols.

2. Paramètres organoleptiques

L'évaluation sensorielle pour l'huile d'olive est une particularité dans le domaine des corps gras alimentaires. Cette évaluation a pour but d'établir les critères nécessaires à la connaissance des caractéristiques de la flaveur de l'huile d'olive vierge et de procéder à son classement qualitatif [65].

L'analyse physico-chimique ne suffit pas pour définir une bonne huile, elle doit être irréprochable du point de vue goût, odeur et texture. Seule une analyse sensorielle par un jury de dégustateurs compétents permet d'apprécier ces critères de manière objective. Pour cela l'analyse organoleptique est complémentaire aux analyses physico-chimiques, et qui ne concerne que le domaine des huiles vierges. Cette analyse permet de juger à la fois de l'état des olives avant trituration (olives gelées, olives chômées par dégradation anaérobie, olives moisies) et du vieillissement de l'huile (huile oxydée à caractère rance, huile à défaut de lies par fermentation des dépôts) [66].

En effet, les composés volatiles qui se développent au cours du procédé de fabrication de l'huile puis pendant son stockage sont capables de modifier l'odeur et la saveur de l'huile. Pour cela une analyse sensorielle codifiée et détaillée a été développée par le C.O.I.

Les attributs sensoriels d'une huile ont été classés en deux catégories : les attributs positifs et les défauts.

Les attributs positifs : Il existe 3 grands attributs positifs (amer, fruité, piquant) [67].

- **Amer:** il est défini comme le goût élémentaire caractéristique de l'huile obtenue d'olives verte ou au stade de la véraison, perçu par les papilles caliciformes formant le V lingual. Puis cette amertume décroît au fur et à mesure que les olives avancent en maturité.

- **Fruité :** ensemble des sensations olfactives caractéristiques de l'huile, dépendant de la variété des olives, provenant de fruits sains et frais, perçues par voie directe ou rétronasale.

Le fruité vert correspond aux caractéristiques rappelant les fruits verts à l'inverse du fruité mûr qui témoigne d'une récolte des olives plus tardive.

- **Piquant :** sensation tactile de picotement, caractéristique des huiles produites au début de la campagne, principalement à partir d'olives encore vertes, pouvant être perçue dans toute la cavité buccale, en particulier dans la gorge.

Les attributs négatifs (Les défauts) [67]

Tous ces défauts ne doivent pas être présents dans l'huile d'olive extra vierge, parmi les principaux défauts :

- **Chômé/lies** : flaveur caractéristique de l'huile tirée d'olives entassées ou stockées dans des conditions telles qu'elles se trouvent dans un état avancé de fermentation anaérobie, ou de l'huile restée en contact avec les «boues » de décantation, ayant elles aussi subi un processus de fermentation anaérobie, dans les piles et les cuves.
- **Moisi/humide** : flaveur caractéristique d'une huile obtenue d'olives attaquées par des moisissures et des levures par suite d'un stockage des fruits pendant plusieurs jours dans l'humidité.
- **Vineux/vinaigré ou acide/aigre** : flaveur caractéristique de certaines huiles rappelant le vin ou le vinaigre. Cette flaveur est due fondamentalement à un processus de fermentation aérobie des olives ou des restes de pâte d'olive dans des scourtins qui n'auraient pas été lavés correctement, qui donne lieu à la formation d'acide acétique, acétate d'éthyle et éthanol.
- **Métallique**: flaveur qui rappelle les métaux. Elle est caractéristique de l'huile qui est demeurée longtemps en contact avec des surfaces métalliques, au cours du procédé de broyage, de malaxage, de pression ou de stockage.
- **Rance** : Flaveur des huiles ayant subi un processus d'oxydation intense.
- **Olives gelées** : Flaveur caractéristique d'huiles extraites d'olives ayant fait l'objet d'un processus de congélation sur l'arbre.

La méthode normalisée est connue sous le nom de "Panel" dans la nomenclature de l'analyse sensorielle. Cette méthode consiste à utiliser des groupes de personnes sélectionnées et entraînées formant ce qu'on appelle un jury de dégustation. La note attribuée à chaque échantillon varie de 1 à 9 suivant les différents attributs positifs et / ou attributs négatifs (défauts) relevés par les dégustateurs dans les conditions bien définies.

La dégustation permet donc d'établir un profil sensoriel propre à chaque huile. Ce profil est facilement lisible sur un diagramme en étoile.

3. Paramètres de pureté

Les critères de pureté sont aussi des paramètres physico-chimiques qui traitent la constitution et aux particularités des différentes fractions de l'huile d'olive, ainsi et de mettre en évidence les diverses adultérations [53].

3.1. Analyse de la composition en acides gras

La détermination des esters méthyliques des acides gras par chromatographie en phase gazeuse, conformément à la méthode COI [67]. Le tableau ci-dessous représente la composition en acides gras déterminée par chromatographie en phase gazeuse (% acides gras totaux) [68].

Tableau II : Composition en acides gras déterminée par chromatographie en phase gazeuse (% acides gras totaux) [24].

	*Huiles d'olive vierges	*Huile d'olive *Huile d'olive raffinée	*Huile de grignons d'olive *Huile de grignons d'olive raffinée
Acide gras			
C14 :0	0,0 - 0,05	0,0 - 0,05	0,0 - 0,05
C16:0	7,5 - 20,0	7,5 - 20,0	7,5 - 20,0
C16:1	0,3 - 3,5	0,3 - 3,5	0,3 - 3,5
C17:0	0,0 - 0,3	0,0 - 0,3	0,0 - 0,3
C17 :1	0,0 - 0,3	0,0 - 0,3	0,0 - 0,3
C18:0	0,5 - 5,0	0,5 - 5,0	0,5 - 5,0
C18:1	55,0 - 83,0	55,0 - 83,0	55,0 – 83,0
C18:2	3,5 - 21,0	3,5 - 21,0	3,5 – 21,0
C20:0	0,0 - 0,61	0,0 – 0,6	0,0 - 0,6
C20: 1	0,0 - 0,4	0,0 – 0,4	0,0 - 0,4
C22: 0	0,0 - 0,2	0,0 - 0,2	0,0 - 0,3
C24:0	0,0 - 0,2	0,0 - 0,2	0,0 - 0,2
Acides gras trans			
C18:1 T	0,0 - 0,05	0,0 - 0,20	0,0 - 0,40
C18:2 T +C18:3T	0,0 - 0,05	0,0 - 0,30	0,0 - 0,35

3.2. La teneur en cires

Les cires sont des composés naturels se trouvant dans diverses huiles végétales et peuvent facilement cristalliser à basse température, donnant un aspect trouble. Bien souvent, l'élimination de la cire constitue une partie du processus de raffinage des huiles végétales et son efficacité nécessite d'être mesurée.

La chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire est la méthode utilisée pour la détermination de la teneur en cires des huiles d'olive. Les cires sont séparées en fonction du nombre d'atomes de carbone. Cette méthode donne également des informations sur la teneur totale en cires ainsi que sur leur composition.

La méthode peut être employée notamment pour différencier l'huile d'olive de pression de celle d'extraction (huile de grignons) [52, 69].

3.3. la teneur en érythrodiol

La fraction des stérols et dialcools sont isolés par chromatographie sur couche mince, les dérivés silylés sont analysés par chromatographie en phase gazeuse.

D'autre part la présence des huiles réestérifiées dans les huiles d'olive peut être détectée facilement par l'analyse des acides gras en position 2. En effet, la répartition des acides gras dans les triglycérides n'est pas faite par le hasard, elle suit une loi naturelle selon laquelle les acides gras saturés sont fixés principalement sur les positions 1 et 3 des triglycérides.

La réestérification est une opération industrielle au cours de laquelle les acides gras sont fixés au hasard sur les trois positions des triglycérides [52].

3.4. la teneur en alcools aliphatiques

La teneur en alcools aliphatiques se fait par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire des dérivés silylés de la fraction alcool [52].

3.5. Autres dosages réalisés selon les normes du conseil oléique international

- Composition en desméthylstérols (% des stérols totaux).
- Écart maximal entre la teneur réelle et la teneur théorique en triglycérides à ECN 42.
- Teneur en stigmastadiènes.
- Teneur en 2-glycérid monopalmitate.
- Teneur en insaponifiable (g/kg) [55].

Il existe d'autres paramètres physico-chimiques moins spécifiques mais leur dosage se fait par des méthodes plus simples qui permettent de contrôler la pureté et la qualité de l'huile d'olive, parmi ces paramètres :

3.6. L'indice d'iode

Cet indice mesure globalement le degré d'insaturation d'une matière grasse en déterminant le nombre de grammes d'iode se fixant sur les doubles liaisons présentes dans cent gramme de lipides [70].

3.7. Indice de saponification

C'est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour neutraliser les acides gras libres et saponifier les acides gras combinés (esters) présents dans un gramme de corps gras [71].

La connaissance de cet indice nous renseigne sur la longueur de la chaîne carbonée constituant l'huile.

3.8. Indice de réfraction

L'indice de réfraction d'une substance est le rapport de la vitesse de la lumière à une longueur d'onde définie dans le vide et sa vitesse dans la substance [71].

Il permet de mesurer la pureté d'un échantillon.

3.9. Densité relative

La densité relative à une température de 20°C d'une huile ou d'une graisse est le quotient de la masse dans l'atmosphère d'un certain volume de cette huile ou à une température donnée t par la masse du même volume d'eau à 20°C, les pesées étant faites avec les poids ajustés de façon à équilibrer les poids de laiton dans l'air [71].

4. Norme commerciale applicable aux huiles d'olive

Le Conseil oléicole international est la seule organisation intergouvernementale au monde qui rassemble les producteurs et les consommateurs d'huile d'olive et d'olives de table, Il a été institué à Madrid (Espagne) en 1959. A parmi ses objectifs l'élaboration et l'actualisation de la norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive;

Cette norme fixe les critères physico-chimiques de chacune des dénominations d'huile d'olive et d'huile de grignons d'olive mentionnées dans l'Accord international et établit les critères de qualité et de pureté qui distinguent chaque dénomination. Les membres du Conseil s'engagent à interdire l'emploi de toute dénomination autre que celles qui sont spécifiées [72].

4.1. Les normes du COI des critères de qualité

Tableau III : Normes des critères de qualité [55].

	Huile d'olive extra vierge	Huile d'olive vierge	Huile d'olive vierge courante	Huile d'olive vierge lampante	Huile d'olive raffinée	Huile d'olive	Huile de grignons d'olive
Acidité	< 0,8	< 2,0	<3,3	< 3,3	<0,3	<1,0	<1,0
Indice de peroxyde	< 20	< 20	< 20	Non limité	< 5	< 15	< 15
Absorbance dans l'ultraviolet (K_1^{1cm} %)							
- à 270 nm	< 0,22	< 0.25	≤ 0.30		≤ 1.10	≤ 0.90	≤ 1.70
- ΔK	< 0,01	≤ 0.01	≤ 0.01		≤ 0.16	≤ 0.15	
- à 232 nm	< 2,50	≤ 2.60					≤ 0.18
Teneur en eau et en matières volatiles % m/m	< 0,2	< 0,2	< 0,2	< 0,3	< 0,1	< 0,1	< 0,21

Teneur en impuretés insolubles % m/m	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,2	< 0,05	< 0,05	< 0,05
Traces métalliques mg/kg	<3,0	< 3,0	<3,0	< 3,0	< 3,0	< 3,0	< 3,0
-Fer	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1
-cuivre							

4.2. Les caractéristiques organoleptiques

Tableau IV : Normes des caractéristiques organoleptiques [55].

	Huile d'olive extra vierge	Huile d'olive vierge	Huile d'olive vierge courante	Huile d'olive vierge lampante	Huile d'olive raffinée	Huile d'olive	Huile de grignons d'olive
Odeur et saveur					Acceptable	Bonne	Bonne
Médiane du défaut	Me = 0	0 < Me < 3,5	3,5 < Me < 6,0	Me > 6,0			
Médiane du fruité	Me > 0	Me > 0					
Couleur					jaune clair	Claire jaune à vert	Claire jaune à vert
Aspect à 20°C pendant 24 h					Limpide	Limpide	limpide

4.3. Les critères de pureté

Tableau V : Normes des critères de pureté [55].

	Huile d'olive extra vierge	Huile d'olive vierge	Huile d'olive vierge courante	Huile d'olive vierge lampante	Huile d'olive raffinée	Huile d'olive	Huile de grignons d'olive
Teneur en cires	< 150	< 150	< 250	< 300	< 350	< 350	< 350
Teneur en érythrodiol et uvaol	< 4,5	< 4,5	< 4,5	< 4,5	< 4,5	< 4,5	>4,5
Teneur en stérols totaux (mg/kg)		> 1 000	> 1 000		> 1 000	> 1 000	> 1 600
ECN 42		≤ 10,21	≤ 10,21	≤ 10,31	≤ 10,31	≤ 10,31	≤ 10,51
Teneur en stigmastadiènes (mg/kg)	< 0,05	< 0,05	< 0,10	< 0,50			
Teneur en insaponifiable (g/kg)						< 15	< 30

5. Le conditionnement et l'étiquetage des huiles d'olives

Les huiles d'olive et les huiles de grignons d'olive destinées au commerce international doivent faire l'objet de conditionnement dans des récipients conformes aux Principes généraux d'hygiène alimentaire.

Les récipients sont :

Des citernes, containers, cuves, permettant le transport en vrac des huiles, des fûts métalliques, des bidons et des boîtes métalliques, des bonbonnes et des bouteilles de verre.

Les normes de commercialisation (la norme internationale décrite par le Codex Alimentarius) fixent des règles d'étiquetage informant le consommateur sur le type d'huile d'olive offert. Ces règles doivent être respectées pour les huiles d'olive commercialisées.

Sur les récipients destinés à la vente directe au consommateur :

- Nom du produit.
- Dénominations des huiles d'olive des /huiles de grignons d'olive.
- Contenu net.
- Nom et adresse du fabricant, de l'emballleur, du distributeur, de l'importateur, de l'exportateur ou du vendeur doivent être déclarés.
- Pays d'origine.
- Indication de provenance et appellation d'origine.
- Identification des lots.
- Datage et conditions d'entreposage [55].

La Commission du Codex Alimentarius créée en 1962, a aussi pour ambition d'élaborer des normes internationales applicables à la sécurité des produits alimentaires et à la loyauté de leur commerce. Il s'avère que les normes du Codex Alimentarius, source de droit international et d'application volontaire, imprègnent les règles nationales des différents pays [73]. La norme applicable pour l'huile d'olive est citée en (Annexe XI).

6. Les facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive [74]

6.1. La variété du fruit

La variété influence principalement les caractéristiques organoleptiques de l'huile d'olive. La production d'olive et la qualité d'huile extraite dépendent très fortement du cultivar, Chaque variété donnera une huile d'olive avec un profil sensoriel qui lui est propre.

6.2. Le climat et le sol

Le climat exerce une grande 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, l'humidité, pluviométrie...etc.). Ainsi que l'environnement d'implantation de l'olivier peut avoir une incidence sur la qualité de l'huile résultant.

6.3. La maturation du fruit

Durant la maturation du fruit, des changements chimiques importants se produisent au niveau de la drupe d'olive qui sont liés à la synthèse des substances organiques spécialement les triglycérides et d'autres activités enzymatiques qui peuvent affecter la qualité de l'huile d'olive.

La quantité d'acide palmitique diminue avec la maturation du fruit d'olive, par contre les acides oléique et linoléique augmentent durant la maturation.

6.4. Système d'extraction

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 antioxydants naturels (Phénols totaux, O-diphénols, Alcools) des huiles produites, due à la solubilité de ces substances dans l'eau.

Alors que les huiles produites par les systèmes de pression et de percolation sont plus riches en antioxydants naturels.

6.5. La conservation de l'huile d'olive

L'huile d'olive vierge, une fois extraite doit être conservée soigneusement jusqu'au moment où elle est mise à la consommation. Les conditions de stockage (matériau utilisé, 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.

Toutes les mesures de conservation doivent donc être prises pour éviter les altérations suivantes :

- Altérations par contact avec des matériaux non appropriés ;
- Altérations par contact prolongé avec les impuretés aqueuses ;
- Altérations oxydatives, dues à la lumière, à une température ambiante élevée, ou encore au contenu excessif de métaux notamment le cuivre et le fer.

6.6. L'effet des ravageurs et des maladies

Parmi la faune entomophage nuisible de l'olive, la mouche de l'olive *Bactrocera oleae* est la plus redoutable. Ce ravageur entraîne une perte d'une partie de la drupe du fruit. Il stimule, par ailleurs, la mutation anticipée du fruit dont il précipite la chute avec la réduction consécutive du rendement en huile [75].

Chapitre IV :

Propriétés thérapeutiques et usages de l'huile d'olive

1. Propriétés thérapeutiques

1.1. L'huile d'olive et l'athérosclérose

Différentes recherches ont permis de démontrer l'effet antithrombotique et antiagrégant plaquettaire de l'huile d'olive. Il a été vérifié que les régimes riches en huile d'olive permettaient en effet d'atténuer l'effet prothrombotique des aliments gras en évitant une coagulation sanguine excessive, ce qui explique la faible incidence d'infarctus du myocarde dans les pays où l'huile d'olive est la principale source de matière grasse. Sa composition riche en acides gras mono-insaturés, principalement l'acide oléique, qui ont la capacité de diminuer le taux du mauvais cholestérol sanguin, même accroître le taux de bon cholestérol sanguin qui exerce un rôle protecteur et antiathérogène et sa composition en hydroxytyrosol qui prévient l'oxydation du mauvais cholestérol leur confère cette propriété [76,77].

1.2. L'huile d'olive et l'hypertension artérielle

L'huile d'olive est riche en polyphénols, elle pourrait être efficace contre l'hypertension. Ces molécules préviennent l'obstruction des artères par les graisses. Les artères sont plus souples, le sang circule bien et la pression artérielle est bien régulée [78].

D'après le COI, ils ont récemment démontré que la consommation d'huile d'olive permettait de diminuer la dose quotidienne de médicament hypotenseur administrée par des sujets hypertendus, probablement grâce à une meilleure utilisation de l'oxyde nitrique entraînée par les polyphénols.

L'huile d'olive contient également de la vitamine E dont les bienfaits antioxydants limiteraient le risque d'hypertension [79].

1.3. L'huile d'olive et le diabète

L'hyperglycémie entraîne des complications à long terme qui sont classées parmi les principales causes de morbidité dans le monde. L'augmentation de la production de radicaux libres ainsi que le stress oxydatif semblent jouer un rôle important dans la pathogenèse du diabète et ses complications tardives.

Des études ont démontré que les polyphénols de l'olive, riche en hydroxytyrosol, sont efficaces pour l'inhibition du stress oxydatif et de l'hyperglycémie. Ainsi, ces études suggèrent que l'administration des polyphénols de l'huile d'olive peut être utile dans la prévention des complications diabétiques associées au stress oxydatif [40].

1.4. L'huile d'olive et les maladies neurodégénératives

Des études épidémiologiques indiquent que la consommation d'huile d'olive peut retarder le déclin cognitif. Les protéines Tau (isoformes Tau) font partie de la famille des protéines associées aux microtubules qui sont principalement exprimées par les neurones du système nerveux central. Ils favorisent l'assemblage de la tubuline en microtubules monomères, jouant un rôle structurel clé dans la partie distale des axones. Pour les maladies neurodégénératives, quand la protéine Tau est hyperphosphorylée, elle se détache des microtubules. Elle va se conformer en paire de filaments hélicoïdaux pathologiques, qui s'agrègent en amas de neurofibrilles causant une neurodégénérescence fibrillaire progressive.

Daccache et ses collègues (2011) ont étudié la capacité des trois composés phénoliques naturels obtenus à partir de l'huile d'olive ; à savoir l'hydroxytyrosol, l'oleuropéine, et l'oleuropéine aglycone à prévenir l'agrégation des protéines Tau en écheveaux fibrillaires in vitro ; en inhibant leur agrégation. Cela est d'autant plus que l'Hydroxytyrosol : un puissant anti-oxydant peut être rapidement absorbé dans la circulation sanguine, il est capable de passer la barrière hémato-encéphalique en quantités significatives [80].

1.5. L'huile d'olive l'ostéoporose

Contenant à la fois des oléates et des linoléates, l'huile d'olive a une influence favorable sur la minéralisation du squelette pendant la croissance, et également, sa consommation préviendrait l'apparition de l'ostéoporose, en limitant les pertes calciques et en agissant sur la densité osseuse.

Des travaux ont révélé un effet ostéoprotecteur de l'oleuropéine, sa consommation à la dose de 0,015 % dans le régime aide à protéger le squelette du processus de vieillissement. Par ses propriétés anti-inflammatoires, il inhiberait la différenciation ostéoclastique en modulant des facteurs transcriptionnels. Le rôle de ce polyphénol ouvre des perspectives intéressantes pour la prévention de l'ostéoporose, tant post-ménopausique (du à l'accélération de la carence oestrogénique engendrée par la ménopause) que sénile (caractérisée par la fracture du col du fémur, qui survient essentiellement après 70 ans) [30].

1.6. L'huile d'olive et le cancer

L'huile d'olive est un réservoir de métabolites secondaires, les composés les plus abondants sont les polyphénols simples: Tyrosol, Hydroxytyrosol et Oleuropéine largement connus pour leur pouvoir anticancéreux, anti-inflammatoire [81].

Tyrosol est absorbé à doses dépendantes, s'accumule dans le corps et exerce systématiquement ses effets biologiques [82].

Une étude a démontré que le Tyrosol atténue considérablement l'action des cytokines pro-inflammatoires notamment le TNF- α , l'IL-6 et l'IL-1. De plus, il a été démontré qu'il régule à la baisse l'inflammation en inhibant les voies NF-KB, COX-2 et ERK MAPKs qui orchestrent le processus inflammatoire prédominant dans le microenvironnement tumoral [83].

Il a été démontré que l'hydroxytyrosol a un effet anticancéreux sur un adénocarcinome du côlon humain et la leucémie promyélocytaire, alors que l'oleuropéine inhibe la croissance des cellules cancéreuses agit principalement sur : (tumeur primitive du cerveau, érythroleucémie, l'adénocarcinome rénal, mélanome malin de la métastase du ganglion lymphatique de la peau et d'adénocarcinome colorectal) [84].

1.7. L'effet antioxydant de l'huile d'olive

L'huile d'olive contient une très grande quantité d'agents antioxydants: la vitamine E (alpha-tocophérol), les caroténoïdes et les composés phénoliques (simples: l'hydroxytyrosol et complexes: l'oleuropéine) dont l'activité a été vérifiée in vitro et in vivo, ce qui a permis de découvrir de nouveaux effets positifs des antioxydants dans la prévention de certaines maladies et du vieillissement.

Les phénols ont de nombreuses fonctions biologiques: l'hydroxytyrosol inhibe l'agrégation plaquettaire et a une action anti-inflammatoire, et l'oleuropéine favorise la formation d'oxyde nitrique, puissant agent vasodilatateur, protecteur des vaisseaux sanguins et antibactérien [85].

1.8. L'huile d'olive et l'appareil digestif**Tableau VI : Intérêt de l'huile d'olive sur l'appareil digestif [86].**

L'huile olive et l'estomac.	L'huile d'olive réduit le risque de reflux d'acidité de l'estomac vers l'œsophage, sans diminuer le tonus du sphincter gastro-œsophagique. De même, l'huile d'olive inhibe partiellement la motilité gastrique : la vidange du contenu gastrique depuis l'estomac jusqu'au duodénum est alors plus lente et progressive; la sensation de satiété est plus grande et la digestion et l'absorption des nutriments dans l'estomac sont favorisées.
L'huile olive et le système hépato-biliaire.	Elle exerce sur le système hépatobiliaire une action cholagogue et cholécystokinétique, double action garantissant un drainage biliaire optimal et une vidange complète de la vésicule. Elle stimule également la synthèse des sels biliaires dans le foie et augmente l'excrétion hépatique de cholestérol. L'huile d'olive favorise la phase digestive des lipides, grâce à leur émulsion par la bile et prévient l'apparition de calculs biliaires (lithiase biliaire).
L'huile olive et le pancréas.	L'huile d'olive lui permet de ne produire qu'une sécrétion réduite, mais de manière efficace et suffisante pour mener à bien toutes ses fonctions digestives. L'huile d'olive est recommandée dans le traitement de différentes maladies notamment l'insuffisance pancréatique, la pancréatite chronique, la fibrose kystique, les syndromes de malabsorption, etc.
L'huile olive et l'intestin.	L'huile d'olive empêche partiellement l'absorption du cholestérol, grâce au sitostérol qu'elle contient, et favorise l'absorption de divers éléments (calcium, magnésium, etc.), et aussi sa légère action laxative qui contribue à combattre la constipation et l'halitose.

1.9. L'huile d'olive et l'inflammation

En usage interne, et en conséquence d'un usage fréquent et régulier, l'huile d'olive préviendrait donc des maladies inflammatoires comme, par exemple, l'arthrose [87]. Elle exerce son action anti-inflammatoire grâce à sa composition en Oléocanthal, une molécule au potentiel anti-inflammatoire similaire à l'ibuprofène [88].

Par ailleurs les gélules de l'Olivie Riche (traitement contenant 2000 fois plus d'antioxydants qu'une huile d'olive vierge extra traditionnelle) a montré un pouvoir anti-inflammatoire remarquable dans une étude sur des individus souffrant d'arthrite rhumatoïde. Une dose de 2g d'extrait d'olivier (6 gélules à 500 mg d'Olivie Riche/Force par jour) a permis une amélioration nette de la douleur, une baisse de la protéine C-réactive ultrasensible (hs-CRP), de l'interleukine-6 (IL-6), du TNF-alpha, de la prostaglandine E₂ (PGE₂). Tous ces marqueurs de l'inflammation ont été significativement diminués au bout de huit semaines [30]. En usage externe, l'huile d'olive possède un pouvoir décontractant sur les muscles extrêmement intéressant. Associé à l'acte du massage qui détend le muscle, les principes anti-inflammatoires de l'huile prennent toute leur dimension [87].

1.10. L'huile d'olive et l'effet antimicrobien

Plusieurs études ont montré la capacité de l'hydroxytyrosol à retarder ou à empêcher la croissance d'une gamme de bactéries et des champignons y compris les bactéries pathogènes pour l'homme.

Selon une étude l'huile d'oléastre a montré de fortes activités antiradicalaire, antibactérienne et antifongique sur des espèces microbiennes pathogènes. Les diamètres des zones d'inhibition et les valeurs minimales des concentrations inhibitrices pour les micro-organismes testés (*Escherichia coli*, *Salmonella typhimurium*, *Staphylococcus aureus*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Aeromonashydrophila*, *Listeria monocytogenes*, et *Bacillus cereus*), deux moisissures (*Aspergillus niger* et *Aspergillus flavus*) et une levure (*Candida albicans*) sont respectivement compris entre 13 et 18 mm et entre 3,12- 25 mg/ml.

Ces résultats suggèrent que l'hydroxytyrosol peut être utile dans le traitement antimicrobien des infections des tractus intestinal et respiratoire chez l'homme [30].

2. Usages de l'huile d'olive

2.1. Nutrition : régime méditerranéen

Le régime méditerranéen est caractérisé par une consommation élevée de céréales, légumes secs, fruits, poissons, végétaux et par la prépondérance absolue, comme condiment, de l'huile d'olive vierge. Ce régime montre l'importance des aliments qui composent les principaux groupes de repas. Pour une alimentation saine, tous sont nécessaires [88].

En outre, les pertes en vitamines, en minéraux et en micronutriments sont réduites car les aliments sont consommés le plus souvent sous forme non transformée. Les méthodes de cuisson, comme la vapeur et les grillades sont particulièrement adaptées à la conservation des éléments protecteurs [01].

Le régime méditerranéen et l'huile d'olive

Dans toute la Méditerranée, on emploie de l'huile d'olive qui est utilisée généralement pour cuisiner, et de l'huile d'olive vierge qui est très appropriée pour tous les usages, est excellente pour être consommée crue pour mieux savourer son arôme et son goût et tirer parti des bienfaits de tous ses composés naturels [89].

L'utilisation prédominante de produits végétaux et d'huile d'olive est à l'origine d'une forte consommation de graisses insaturées (mono et polyinsaturées) et d'une faible proportion de graisses saturées, fournies habituellement par les aliments d'origine animale [01]. L'huile d'olive représente la principale source de gras de l'alimentation méditerranéenne, elle se distingue des autres huiles végétales par son contenu élevé en acide oléique, un acide gras monoinsaturé, ainsi que par la présence de différents polyphénols qui lui confèrent des propriétés bénéfiques. L'alimentation méditerranéenne est aujourd'hui considérée comme un modèle nutritionnel capable de diminuer la survenue des maladies cardiovasculaires et des cancers. Selon l'étude française des 3 cités (Bordeaux, Dijon et Montpellier) une diminution importante (41%) du risque d'AVC a été observée pour les plus grands consommateurs d'huile d'olive. Ces observations sont en accord avec plusieurs études antérieures montrant que l'adhésion à un régime méditerranéen riche en huile d'olive est associé à des effets bénéfiques sur plusieurs facteurs de risque de maladies cardiovasculaires comme les taux de lipides sanguins, la tension artérielle, la glycémie, l'inflammation et le risque de thrombose [90]. (Annexe XII)

2.2. Les usages pharmaceutiques de l'huile d'olive

C'est en 1748 que l'huile d'olive a fait son apparition dans la pharmacopée française. L'Officine de Darvault, ouvrage édité pour la première fois en 1844, recense encore plusieurs préparations médicinales à base d'huile d'olive parmi lesquelles figurent des huiles, des liniments, des emplâtres, des pommades et des onguents. De nos jours, les spécialités pharmaceutiques contenant de l'huile d'olive sont peu nombreuses [01].

Préparations pharmaceutiques composées d'huile d'olive

- Liniment oléo-calcaire : Il est utilisé pour les brûlures superficielles mais surtout pour l'érythème fessier du nourrisson. (100g d'Huile d'olive et 100 g d'eaux de chaux).
- Huile camphrée : il est composé de 100g de Camphre naturel et de 900g d'Huile d'olive [91].

Spécialités pharmaceutiques actuelles contenant de l'huile d'olive [92]**L'huile d'olive est le principe actif**

Voie orale :

Tableau VII : Produits pharmaceutiques par voie orale dont le principe actif est l'huile d'olive [92].

Nom	Forme	Laboratoire	Indication
AROMACAPS N°1	Capsule	Super Diet	Complément alimentaire
BABYGIO 2	Poudre instantanée	Vitagermine	Alimentation du nourrisson à partir du 5 ^{ème} mois jusqu'à un an.
HERBADIRT	Substitut de repas	Arkopharma	Régimes amaigrissants
MENOLISTICA	Capsules molles	Holistica	Complément alimentaire
OLIVALAX	Capsules molles	Tisane provençale	Laxatif stimulant
OMEGACOEUR	Capsules molles	Holistica	Complément alimentaire riche en acides gras essentiels
RADICOPENE	Capsules	Metapharm	Complément nutritionnel antioxydant

Voie parentérale :

ClinOléic® C'est une émulsion lipidique pour usage parentérale. Il est utilisé dans le cadre d'une nutrition parentérale lorsque l'alimentation orale ou entérale est impossible, insuffisante ou contre-indiquée [93].

L'huile d'olive est l'excipient**Tableau VIII:** Produits pharmaceutiques par voie nasale dont l'excipient est l'huile d'olive [93].

Nom	Forme	Laboratoire	Indication
HUILE GOMENOLEE® (voie nasale)	Solution à 2% et à 5 %	Goménol	Traitement des rhinites croûteuses post-traumatiques
PINORHINOL® (voie nasale)	Solution nasale	GNR Pharma	Décongestion nasal anti-infectieux

GOMENOLEO® : Solution pour application locale, les ampoules stériles à 2% et à 5% : traitement des rhinites croûteuses, lubrification des sondes urinaires et des instruments d'endoscopie. Les Flacons à 5 % : traitement d'appoint des fissures, gerçures, crevasses [93].

En Algérie:

Il existe quelques produits dans lesquels l'huile d'olive est présente comme principe actif ou excipient [94]:

Tableau IX : Produits pharmaceutiques à base de l'huile d'olive commercialisé en Algérie [94].

Nom	Forme	Laboratoire	Indication
OXYBIO	Crème (Excipient)	Dermosens	Les irritations de la peau.
HEMO+	Crème (Principe actif)	Dermosens	Les hémorroïdes et fissure anale
LENTISCIA	Crème (Principe actif)	Dermosens	Crème cicatrisante et anti infectieuse

3. L'huile d'olive en cosmétologie

L'huile d'olive est utilisée pour la fabrication des savons et plus particulièrement « savon de Marseille ». Sa composition chimique, tout comme celle de la feuille d'olivier lui confère d'autres propriétés cosmétiques.

Propriétés cosmétiques de l'huile d'olive

Tableau X: Propriétés cosmétiques de l'huile d'olive [30].

La vitamine E	Photoprotection : Des études suggèrent que la vitamine E aurait un effet photoprotecteur, son application juste après l'exposition aux UV, elle réduirait l'importance de l'érythème, l'épaississement de l'épiderme et sa desquamation. Hydratantes : La vitamine E améliore la fonction barrière de la peau en renforçant le film hydro-lipidique de surface et les membranes cellulaires. Au fur et à mesure des applications, la perte en eau est donc diminuée. Ces propriétés hydratantes engendrent des propriétés anti-rides.
Le glycérol	L'utilisation la plus importante du glycérol est liée à ses propriétés hydratantes et émoullientes, mais aussi comme solvant inodore. Il est utilisé dans les dentifrices et les soins d'hygiène buccale car il a meilleur goût et il est plus soluble que le sorbitol.
Le squalène	Il a été démontré que le squalène présent dans l'huile d'olive aurait des propriétés antioxydantes sur la peau. Il diminuerait l'érythème de la peau.
L'hydroxy-tyrosol	L'hydroxytyrosol, antioxydant présent dans l'huile d'olive, pourrait lui aussi protéger des UV. Il protégerait les kératinocytes contre le stress oxydatif.
L'oleuropéine	L'oleuropéine est reconnue pour renforcer le bouclier naturel de la peau grâce à ses propriétés antioxydantes, antiseptiques et anti-inflammatoire.
L'acide oléanolique	Il a un effet sur la perméabilité de la barrière cutanée a été étudié. Il favoriserait le rétablissement de la barrière cutanée et induirait une différenciation des kératinocytes.

Ces propriétés cosmétiques ainsi que le côté naturel font de l'huile d'olive un produit très « tendance » et de nombreuses marques ont développé des gammes de soins dédiés à l'olivier. Néanmoins, un régime alimentaire riche en huile d'olive contribue à renforcer ces effets et à prévenir les altérations physiologiques causées par le temps et les facteurs extérieurs [30].



PARTIE PRATIQUE

1. Rappel des objectifs de l'étude

Objectif principal

Contrôler la qualité et classer les huiles d'olive des différentes régions de la wilaya de Tizi-Ouzou.

Objectifs secondaires

- Déterminer les paramètres physico-chimiques caractérisant l'huile d'olive des différentes régions de la wilaya de Tizi-Ouzou.
- Tester certains paramètres de pureté de ces huiles d'olive étudiées.

2. Type de l'étude

Il s'agit d'une étude descriptive.

L'étude s'est portée sur des échantillons de l'huile d'olive choisis dans sept différentes régions de Tizi-Ouzou.

3. Lieu de l'étude

Les échantillons ont été choisis dans différentes régions et leurs analyses ont été réalisées au niveau du laboratoire d'Hydro-bromatologie et du laboratoire de Chimie Analytique, de la faculté de médecine de l'université Mouloud MAMMERI de Tizi-Ouzou.

4. Durée de l'étude

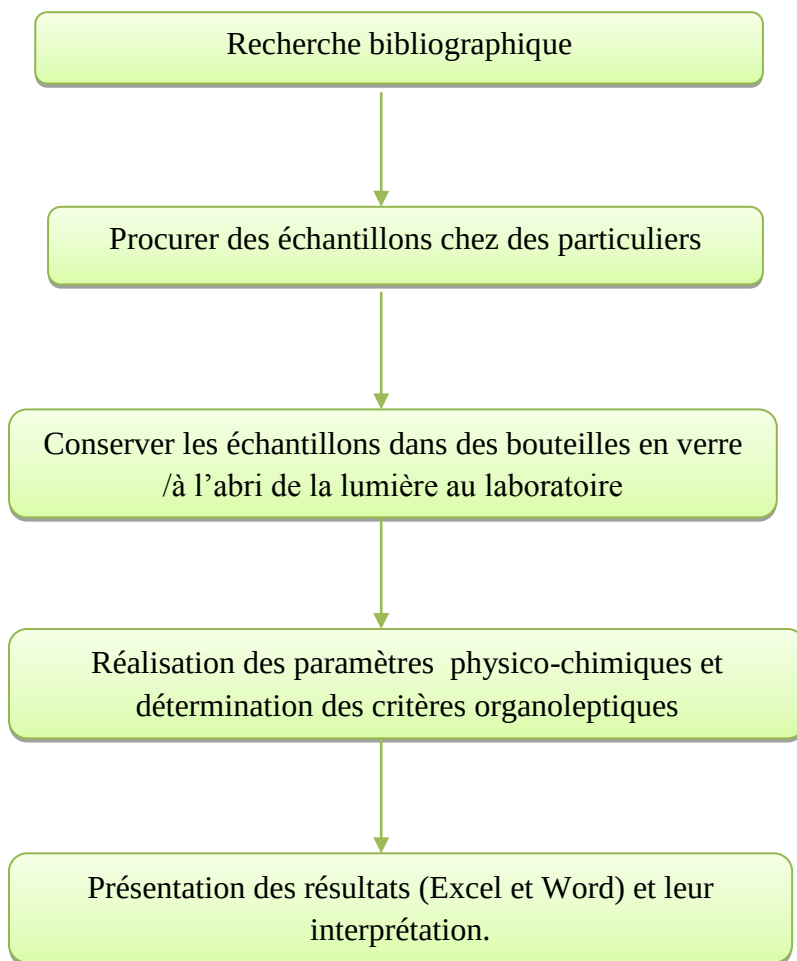
L'étude a été réalisée sur une période allant de mars 2019 à mai 2019.

5. Fiche de renseignement

La fiche de renseignement comporte 4 volets : (Annexe XII)

- Identification de l'échantillon ;
- Caractères physico-chimique ;
- Caractères organoleptiques ;
- Résultats et classification.

6. Déroulement de l'étude



Figure(09) : Schéma de déroulement de l'étude.

7. Echantillonnage

Les échantillons de l'huile d'olive de cette étude étaient issus des fruits récoltés manuellement et à hauteur d'homme sur toute les frondaisons.

L'étude est portée sur sept échantillons récupérés directement chez les propriétaires des champs d'olivier des différentes régions de la wilaya de Tizi-Ouzou. Ce choix a pour but d'avoir un échantillonnage diversifié par sa localisation géographique.

Tableau XI : Echantillons de l'huile d'olive de différentes régions de Tizi-Ouzou.

Echantillon	Région	Année de récolte
Echantillon E1	Mekla	2018/2019
Echantillon E2	Beni-Douala	2017/2018
Echantillon E3	IlloulaOumalou	2018/2019
Echantillon E4	Aghribs	2017/2018
Echantillon E5	LarbaaNathIrathen	2018/2019
Echantillon E6	Ouaguenoun	2018/2019
Echantillon E7	Tizi-Ghennif	2018/2019



Figure (10) : Echantillons de l'huile d'olive de différentes régions de Tizi-Ouzou.

Les sept échantillons sont extraits dans des huileries par les méthodes d'extraction automatisées.

Les échantillons de l'huile d'olive ont été préservés dans des bouteilles en verre propres et sèches, conservé à l'abri de la lumière et à une température de 20 °C.

MATERIELS



Matériels

1. Verrerie, consommable et appareillage utilisés

Le tableau XII suivant présente la verrerie et le consommable qui ont été utilisés.

Tableau XII: Verrerie et consommable utilisés lors de l'analyse physico-chimique.

Verrerie	Consommable
Bechers en verre de différents volumes : 50,100 et 250ml.	Papiers d'aluminium.
Burette graduée de 25ml.	Barreaux magnétiques.
Erlenmeyers de différents volumes : 100, 200 et 250ml.	Compte-goutte.
Eprouvettes de différents volumes : 10, 25, 50 et 100ml.	Gants propre.
Pipettes gradués en verre.	Lunettes de protection.
Fioles.	Masques FFP2.
Ballon rodé.	Pissettes d'eau distillée.
Pycnomètre.	Poires.
Réfrigèrent.	

Le tableau XIII suivant présente la liste des appareils utilisés pour réaliser l'analyse physico-chimique des différents échantillons de l'huile d'olive.

Tableau XIII : Appareils utilisés lors de l'analyse physico-chimique.

Appareillage	Model	Fonction
Agitateurs magnétiques/ plaques chauffantes.	Stuart YB1720.	Agitation magnétique et chauffage.
Agitateurs magnétiques/ plaques chauffantes.	Nahita 690-1.	Agitation magnétique et chauffage.
Balance analytique.	KERNPLT 2000-3DM/ ALT 220-5DAM.	Pesée précise.
Balance.	OHAUS Adventurer Pro AV412.	
Distillateur.	GFL2004.	Fournir de l'eau distillée.
pH-mètre.	METTLER TOLEDO.	Mesure du pH.
Spectrophotomètre UV-VISIBLE.	Série Lambda25 Perkin Elmer.	Mesure des densités optiques à des longueurs d'ondes du spectre UV-VISIBLE.
Refractomètre.	METTLER TOLEDO.	Mesure de l'indice de réfraction.
Thermomètre.		Mesure de la température.
Chauffe ballon.	Nahita 655.	Chauffer les ballons.
Etuve.	Memmert 100-800	Chauffage et séchage.

2. Réactifs

Le tableau XIV suivant présente la liste des réactifs utilisés pour réaliser l'analyse physico-chimique des différents échantillons de l'huile d'olive.

Tableau XIV : Réactifs utilisés lors de l'analyse physico-chimiques.

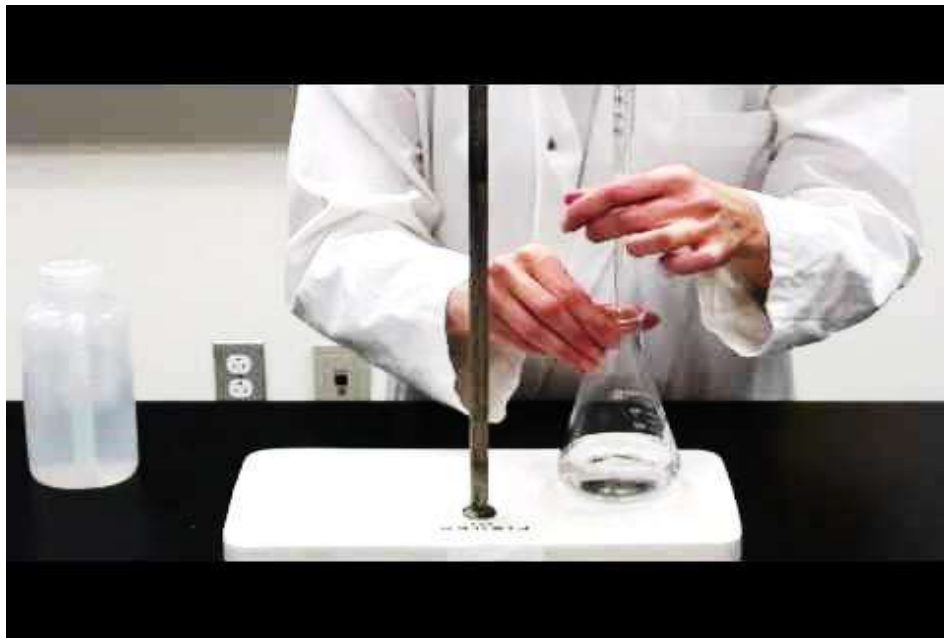
Réactifs.	Formule brute.	Poids molaire.
éthanol.	C ₂ H ₅ OH	46,07 g/mol
Potasse	KOH	56,1056 g/mol
Phénophtaléine	C ₂₀ H ₁₄ O ₄	318,32 g/mol
Acide acétique.	CH ₃ COOH	60,052 g/mol
Chloroforme.	CHCl ₃	119,38 g/mol
thiosulfate de sodium pentahydraté.	Na ₂ S ₂ O ₃ ·5H ₂ O	158,11 g/mol
emploi d'amidon.	(C ₆ H ₁₀ O ₅) _n	
iodure de potassium.	KI	166,0028 g/mol
acide chlorhydrique.	HCl	36,46094 g/mol
Cyclohexane.	C ₆ H ₁₂	84,16 g/mol
Eau distillé	H ₂ O	18,01528 g/mol

Le tableau XV suivant présente la liste des réactifs préparés pour réaliser les paramètres chimiques des différents échantillons de l'huile d'olive.

Tableau XV: Réactifs préparés lors de l'analyse chimique. (Annexe XV)

Paramètres	Réactifs	Préparation
L'indice d'acide.	Solution de potasse.	3g de KOH dans 100 ml d'alcool 60°.
L'indice de peroxyde.	Solution de thiosulfate de sodium.	2,48 g de Na ₂ S ₂ O ₃ dans 1l d'eau distillée.
	Solution d'emploi d'amidon.	1g d'amidon dans 100ml d'eau distillée tiède.
	Solution d'iodure de potassium.	50g de KI dans 100 ml d'eau distillée.
L'indice de saponification.	Solution de la potasse alcoolique.	3g de KOH dans 100 ml d'alcool 60°.
	Solution d'acide chlorhydrique.	Par dilution d'une solution commerciale.

METHODES



Méthodes

1. Caractérisation physico-chimique

1.1. Critères chimiques

1.1.1 L'indice d'acide et l'acidité

Principe

La détermination de l'indice d'acide de l'huile est basée sur un titrage des acides gras libres avec une solution d'hydroxyde de potassium en présence d'un indicateur coloré selon la réaction suivante :



Réaction : Neutralisation des acides gras libres par une base.[100].

Mode opératoire

- Peser 1g d'huile dans un erlenmeyer ;
- Ajouter 75ml d'éthanol à 95°C ;
- Neutraliser le mélange en présence de quelques gouttes de phénolphtaléine à 1% ;
- Agiter énergiquement et titrer avec la solution d'hydroxyde de potassium (la solution éthanolique titrée est à 0.1N) jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante ;
- Noter le volume de la solution éthanolique de KOH ajoutée ;
- Effectuer un essai à blanc de la même manière[96].



Figure 11 : Détermination de l'indice d'acide.

L'expression des résultats

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

$$IA = (M \times V \times N) / P$$

(mg de KOH/g d'huile)

M : Masse molaire du KOH (56.11 g/mol).

V : Volume de KOH de 0.1N, exprimé en millilitres (ml).

N : Normalité de la solution de la potasse KOH.

P : Masse de la prise d'essai, exprimé en grammes (g).

L'acidité : L'acidité oléique est exprimée en pourcentage en masse selon la formule suivante :

$$A = (M' \times N \times V \times 100) / P \times 1000$$

M' : Poids moléculaire de l'acide oléique (282 g/mol).

V : Volume de KOH de 0.1N, exprimé en millilitres (ml).

N : Normalité de la solution de la potasse KOH.

P : Masse de la prise d'essai, exprimé en grammes (g).

1.1.2 L'indice de peroxyde

Principe

Il est basé sur le traitement de l'huile d'olive en solution dans un mélange d'acide acétique et du chloroforme (3:2 V/V) par une solution d'iodure de potassium (KI), c'est le titrage de l'iode libéré par une solution titrée de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2 \text{S}_2\text{O}_3$).

Mode opératoire

- Peser dans un erlenmeyer 2 g d'huile ;
- Ajouter 10 ml chloroforme;
- Ajouter 15 ml d'acide acétique et dissoudre rapidement la prise d'essai en agitant ;
- puis 1 ml d'une solution d'iodure de potassium (KI) saturé à 50% ;
- Boucher aussitôt l'erlenmeyer avec du papier aluminium, l'agiter durant 2 min ;

- Laisser le mélange 5 mn à l'abri de la lumière et à une température comprise entre 15 et 25 °C ;
- Ajouter 75 ml d'eau distillée et bien agiter ;
- Ajouter quelques gouttes d'empois d'amidon comme indicateur coloré ;
- Titrer l'iode libéré par la solution de thiosulfate de sodium en agitant vigoureusement,
- Effectuer de la même façon un essai à blanc[102].



Figure 12 : Détermination de l'indice de peroxyde.

L'expression des résultats

L'indice de peroxyde est calculé selon les formules ci-dessous :

- Indice de peroxyde exprimé en (milliéquivalents / Kg) :

$$IP = (V - V_0) / P \times 10$$

- Indice de peroxyde exprimé en (millimoles / Kg) :

$$IP = (V - V_0) / P \times 5$$

- Indice de peroxyde exprimé en (microgrammes / Kg) :

$$IP = (V - V_0) / P \times 80$$

Rappels : $IP \text{ (mmol/ kg)} = IP \text{ (méq / kg)}/2$ et $IP \text{ (méq / kg)} = (\mu\text{g / kg})/8.$

V₀ : Volume de Na₂S₂O₃ (0,01N), en (ml) nécessaire pour titrer l'essai à blanc ;

V : Volume de Na₂S₂O₃ (0,01N), en (ml) nécessaire pour titrer l'échantillon ;

P : Masse en (g), de la prise d'essai.

1.1.3 L'indice de saponification

Principe

Si l'on traite un ester par de la potasse suffisamment concentrée et chaude, il y aura régénération suivant une réaction totale d'alcool et le sel de potassium de l'acide puis formation d'ester.



Mode opératoire

- Peser 1g d'huile dans un ballon rodé ;
- Ajouter 25ml de KOH alcoolique à 0,5N (mol /l) ;
- Adopter le mélange contenu dans le ballon à un réfrigérant ;
- Placer dans un chauffe ballon ;
- Laisser à ébullition pendant une heure ;
- Refroidir le ballon sous l'eau du robinet ;
- Ajouter quelques gouttes de phénolphtaléine ;
- Titrer par une solution de HCl à 0,5N jusqu'à la disparition de la couleur rose et la réapparition de la couleur initiale du mélange ;
- Effectuer dans les mêmes conditions un essai à blanc [102].



Figure 13 : Détermination de l'indice de saponification.

L'expression des résultats

L'indice de saponification est calculé selon la formule suivante:

$$IS = (V_0 - V) / P \times N \times M$$

M : est la masse molaire du KOH, exprimée en (g/mol);

V₀ : est le volume d'HCL utilisé pour l'essai à blanc, exprimé en (ml);

V : est le volume en (ml), de HCL utilisé pour l'échantillon à analyser ;

P : est la masse en (g), de la prise d'essai ; **N** est la normalité de la solution du KOH.

1.2. Paramètres physiques

1.2.1 L'absorbance dans l'ultra-violet

L'oxydation des corps gras, en particulier ceux contenant l'acide linoléique, conduit à la formation d'hydroxy-peroxyde linoléique, qui absorbe au voisinage de 232 nanomètre (nm).

Si l'oxydation se poursuit, il se forme des produits secondaires en particulier des dicétones et cétones insaturés qui absorbent vers 270 nm.

L'extinction à 232 nm et à 270 nm d'un corps gras brut peut donc être considérée comme une image de son état d'oxydation[70].

Pour la variation de l'extinction spécifique ΔK , on mesure l'absorbance de l'échantillon d'huile d'olive aux longueurs d'ondes 266nm et 274nm[102].

Mode opératoire

- Peser 0,5g d'huile dans une fiole de 50ml ;
- Compléter au trait de jauge avec du cyclohexane ;
- Introduire le blanc (cyclohexane) ainsi préparé dans une cuve de 1cm et procéder à la détermination de son absorbance ;
- Introduire l'échantillon ainsi préparé dans une cuve de 1cm et procéder à la détermination de son absorbance par rapport à celle du cyclohexane dans la cuve témoin ;
- Les absorbances sont déterminées aux longueurs d'ondes 270nm, 232nm et 266nm et 274 nm[70].



Figure 14 : Détermination de l'absorbance dans l'ultra-violet.

L'expression des résultats

L'extinction spécifique aux longueurs d'ondes précisées est calculée par la formule suivante :

$$E = A_{\lambda} / C \times S$$

A_{λ} : Absorbance mesurée à la longueur d'onde (λ).

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

S : Chemin optique (1cm).

La variation de l'extinction spécifique K est déterminée selon l'équation suivante :

$$\Delta K = K_m - (K_{m-4} + K_{m+4})/2$$

K_m : est l'extinction spécifique à la longueur d'onde d'absorbance maximale m, aux environs de 270.

K_{m-4} : est l'extinction spécifique à la longueur d'onde d'absorbance maximale m, aux environs de 266.

K_{m+4} : est l'extinction spécifique à la longueur d'onde d'absorbance maximale m, aux environs de 274 [102].

1.2.2 L'indice de réfraction

Principe

Suivant le réfractomètre utilisé, soit mesurer directement l'angle de réfraction, soit observer la limite de réfraction totale, l'huile étant maintenue dans les conditions d'isotropisme et de transparence[70].

Mode opératoire

- Etalonner l'appareil par l'eau distillée dont l'indice de réfraction est égale à 1,33 ;
- Nettoyer la lame du réfractomètre;
- Déposer une goutte d'huile d'olive dans la lame du réfractomètre et régler le cercle de chambre sombre et claire dans la moitié ;
- Effectuer la lecture des résultats en prenant compte de la température[70].



Figure 15 : Détermination de l'indice de réfraction.

Expression des résultats

$$n_d^{20} = n_d^T + 0,00045 \times (T - 20)$$

n_d^T : Valeur de lecture à la température t à laquelle a été effectuée la détermination ;

n_d^{20} : Indice de réfraction à la température 20°C ;

T : Température à laquelle a été effectuée la détermination, exprimée en degré Celsius (°C)[108].

1.2.3 Densité relative (d)

Principe

La densité est le rapport de la masse d'un certain volume d'huile à 20°C, et la masse d'un volume égale d'eau distillée à la même température. Elle est déterminée en effectuant des pesées successives de volume égal d'huile et d'eau à la température de 20°C[96].

Mode opératoire

- Nettoyer soigneusement le pycnomètre;
- Déterminer la masse m_0 du pycnomètre vide ;
- Déterminer la masse m_1 du pycnomètre rempli d'eau distillée ;

- Nettoyer et sécher le pycnomètre ;
- Peser 1g d'huile et laisser 30min dans un bain marie à 20°C ;
- Déterminer la masse m_2 du pycnomètre contenant d'huile d'olive.

L'expression des résultats

La densité relative est donnée par la formule suivante :

$$D_{20}^{20} = (m_2 - m_0) / (m_1 - m_0)$$

m_0 : Masse du pycnomètre vide, exprimée en gramme (g).

m_1 : Masse du pycnomètre rempli d'eau distillée, exprimée en gramme (g).

m_2 : Masse du pycnomètre rempli d'huile d'olive, exprimée en gramme (g).

1.2.4 Teneur en chlorophylles et caroténoïdes

Principe

La détermination de la teneur en chlorophylles et caroténoïdes dans l'huile d'olive est effectuée selon la méthode décrite par. Elle consiste en une quantification des absorbances par spectrophotométrie des longueurs d'ondes, respectivement: 472nm et 670nm[34].

Mode opératoire

- Peser 6g d'huile dans une fiole de 20ml ;
- Compléter au trait de jauge avec du cyclohexane ;
- Introduire le blanc (cyclohexane) ainsi préparé dans une cuve de 1cm et procéder à la détermination de son absorbance;
- Introduire l'échantillon ainsi préparé dans une cuve de 1cm et procéder à la détermination de son absorbance par rapport à celle du cyclohexane dans la cuve témoin ;
- Les absorbances sont déterminées aux longueurs d'ondes 472nm et 670nm[34].



Figure 16 : Détermination de la teneur en chlorophylles et caroténoïdes.

L'expression des résultats

Les teneurs en pigments ont été déterminées comme suit :

$$\text{CHLOROPHYLLE (mg/Kg)} = (A_{670} * 10^6) / (E_0 * 100 * L)$$

$$\text{CAROTENOÏDE (mg/Kg)} = (A_{470} * 10^6) / (E_0' * 100 * L)$$

A_{670} : Absorbance à la longueur d'onde λ de 670 nm.

A_{470} : Absorbance à la longueur d'onde λ de 470 nm.

E_0 : Coefficient d'extinction spécifique de la phéophytine (une composante majeure des pigments chlorophylliens) égale à 610.

E_0' : Coefficient d'extinction spécifique de la lutéine (un élément majeur des caroténoïdes), égale à 2000.

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

1.2.5 Potentiel d'hydrogène

Le pH donne une indication sur l'acidité ou l'alcalinité du milieu, il est déterminé à partir de la quantité d'ions d'hydrogènes libres (H) contenue dans l'huile d'olive[70].

Mode opératoire

- Régler la température du pH mètre sur le milieu ambiant, rincer toujours la sonde à l'aide d'eau distillée, puis avec l'éthanol et essuyer ;
- Prendre 5 0ml d'huile d'olive à analyser dans un bécher ;
- Plonger la sonde dans la solution et lire le pH[70].



Figure 17 : Détermination du pH.

2. L'analyse sensorielle l'huile d'olive

L'analyse organoleptique est complémentaire aux analyses physico-chimiques, et qui ne concerne que le domaine des huiles vierges. Cette analyse permet de juger à la fois de l'état des olives avant trituration (olives gelées, olives chômées par dégradation anaérobie, olives moisies) et du vieillissement de l'huile (huile oxydée à caractère rance, huile à défaut de lies par fermentation des dépôts).

Cette analyse qui pourrait paraître subjective est en fait très objective. Elle a été codifiée de manière très détaillée et est officialisée par la CEE. L'analyse physico-chimique ne suffit pas pour définir une bonne huile, elle doit être irréprochable du point de vue goût, odeur et texture. Seule une analyse sensorielle par un jury de dégustateurs compétents permet d'apprécier ces critères de manière objective. Les attributs sensoriels d'une huile ont été classés en deux catégories : les attributs positifs et les défauts.

Les défauts sont codifiés de la manière suivante:

- le RANCE indique une mauvaise conservation.
- le CHAUME indique que les olives ont fermenté avant d'être triturées.

- le SEC indique que les olives ont séché avant trituration.
- le VINEUX indique que les olives ont subi une fermentation en milieu pauvre en oxygène.
- le MOISI indique que les olives ont moisi dans un milieu humide et chaud.

Les attributs positifs de l'huile sont:

- le FRUITE représente l'ensemble des arômes issus de l'olive fraîche: fruité VERT, fruité MUR ou DOUX, fruité NOIR. Les arômes de pomme, d'amande, de banane et de nombreux autres peuvent être détectés.
- l'AMER est la marque du fruité de l'olive: les variétés d'olives donnent des huiles plus ou moins amères en début de saison. Cette amertume s'atténue au fur et à mesure de la maturité des olives. Par la suite l'huile perd de son amertume avec son vieillissement. L'amertume est associée à la présence d'antioxydants naturels. Les huiles amères se conservent généralement bien.
- le DOUX qui en est l'inverse- le VERT PIQUANT ou l'ARDENCE qui provient d'olives vertes. Elle provoque une sensation tactile d'irritation. Elle diminue avec la maturité des olives. Avec le vieillissement l'ardence diminue plus vite que l'amertume.

L'évaluation du profil sensoriel par les dégustateurs

L'évaluation des caractéristiques organoleptiques de nos échantillons d'huile d'olive a été réalisée à l'université, au laboratoire d'hydro-bromatologie par quatre volontaires. Chaque dégustateur doit flairer, puis déguster l'huile soumise à examen. Il doit ensuite porter, sur la feuille de profil, il doit mentionner l'intensité à laquelle il perçoit chacun des attributs négatifs et positifs. Au cas où des attributs négatifs non énumérés seraient perçus, ceux-ci doivent être portés sous la rubrique « autres ».

La feuille de profil sensoriel mise en disposition des dégustateurs. Annexe (XV)

RESULTATS



Résultats

1. Caractérisation physico-chimique

1.1 Caractères chimiques

1.1.1 Indice d'acide (IA) et Acidité libre(A)

La répartition des échantillons d'huile d'olive selon l'indice d'acide :

L'indice d'acide le plus élevé correspond à l'échantillon E₁ de la région de Mekla et le plus bas à l'échantillon E₄ de la région d'Aghribs.

Les résultats des indices d'acides des échantillons sont représentés dans le tableau et le graphe suivants :

Tableau XVI : Répartition des échantillons d'huile d'olive selon l'indice d'acide.

Echantillons	E ₁	E ₂	E ₃	E ₄	E ₅	E ₆	E ₇
Indice d'acide	21	3,36	7,8	1,6	5,04	5,6	15,71
Norme C.O.I	< 4,0 mg de NaOH / g d'huile						

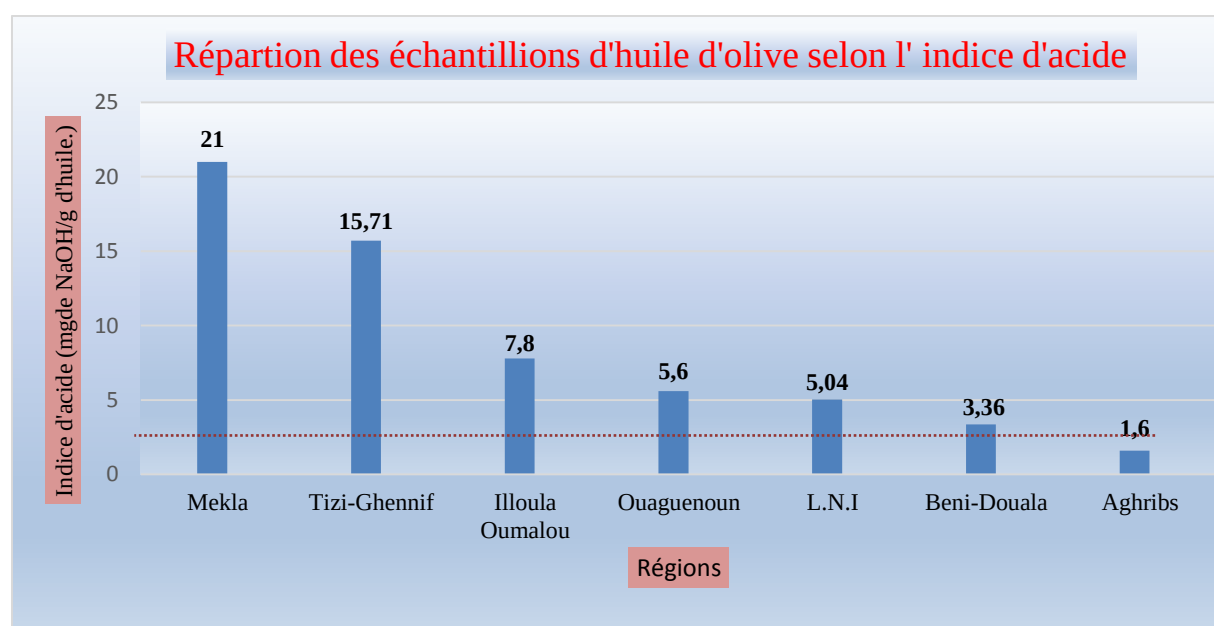


Figure 18 : Représentation graphique de la répartition des échantillons d'huile d'olive selon l'indice d'acide.

L'acidité des échantillons étudiés varient entre 0.8% et 10.7%.

Les résultats des acidités des échantillons sont représentés dans le tableau et le graphe suivants :

Tableau XVII : Répartition des échantillons d'huile d'olive selon l'acidité.

Echantillons	E ₁	E ₂	E ₃	E ₄	E ₅	E ₆	E ₇
Acidité %	10,7	1,6	3,9	0,8	2,5	2,8	8,17
Norme C.O.I	< 3,3 g d'acide Oléique libre/100g d'huile						

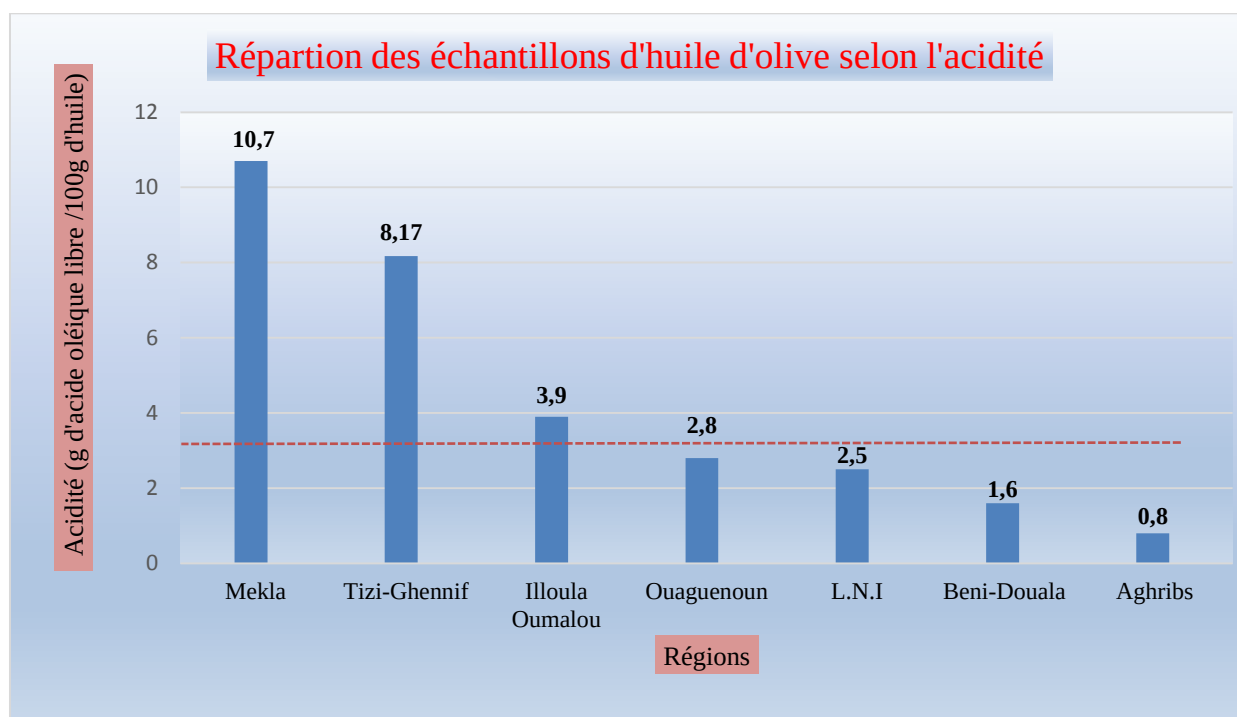


Figure 19 : Représentation graphique de la répartition des échantillons d'huile d'olive selon l'acidité.

1.1.2 L'indice de peroxyde

La répartition des échantillons d'huile d'olive selon l'indice de peroxyde :

L'indice de peroxyde le plus élevé correspond à l'échantillon E₇ de la région de Tizi-Ghennif et le plus bas à l'échantillon E₂ de la région de Beni-Douala.

Les résultats des indices de peroxydes des échantillons étudiés exprimés en milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme d'huile (méq O₂/ kg d'huile), sont représentés dans le tableau et le graphe suivant :

Tableau XVIII : Répartition des échantillons d'huile d'olive selon l'indice de peroxyde.

Echantillons	E ₁	E ₂	E ₃	E ₄	E ₅	E ₆	E ₇
Indice de peroxyde	17	8,5	22	12	12	21	38
Norme C.O.I	< 20 méq d'O ₂ actif/ Kg d'huile						

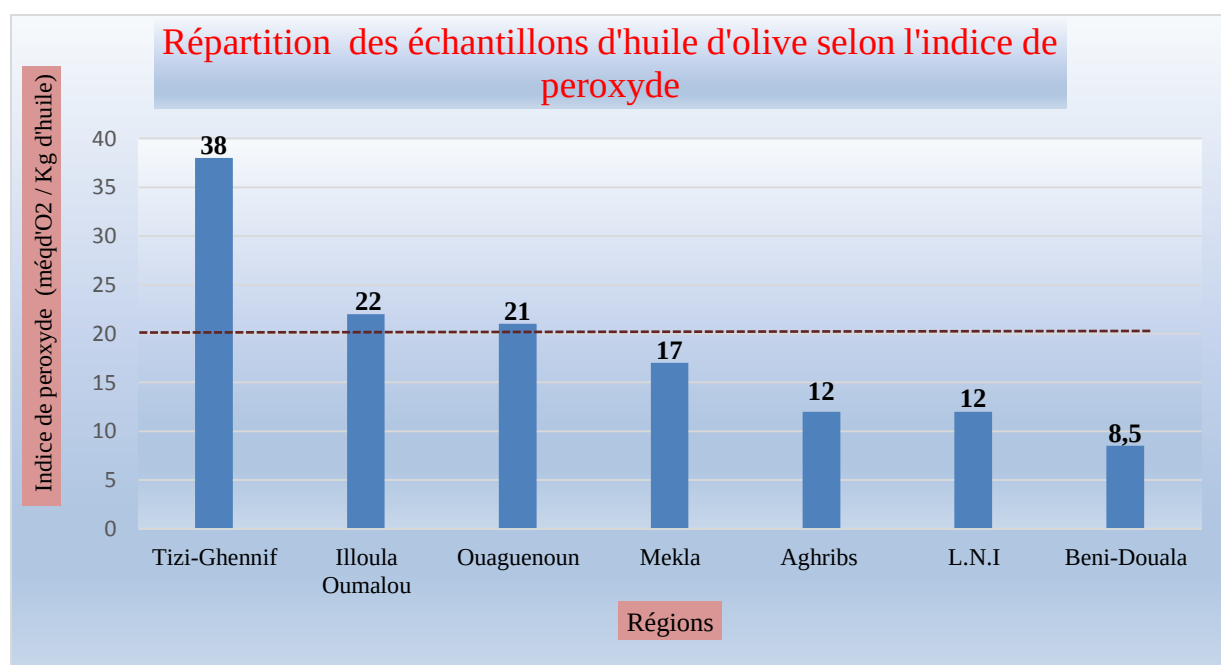


Figure 20 : Représentation graphique de la répartition des échantillons d'huile d'olive selon l'indice de peroxyde.

1.1.3 L'indice de saponification

La répartition des échantillons d'huile d'olive selon l'indice de saponification :

Les valeurs obtenues de l'indice de saponification des échantillons varient entre 187 et 196 (mg KOH/g d'huile).

Les résultats sont représentés dans le tableau et le graphe suivants :

Tableau XIX : Répartition des échantillons d'huile d'olive selon l'indice de saponification.

Echantillons	E ₁	E ₂	E ₃	E ₄	E ₅	E ₆	E ₇
Indice de saponification	190	196	193	196	196	187	196
Norme Codex Alimentarius	184 - 196 (mg KOH/g d'huile)						

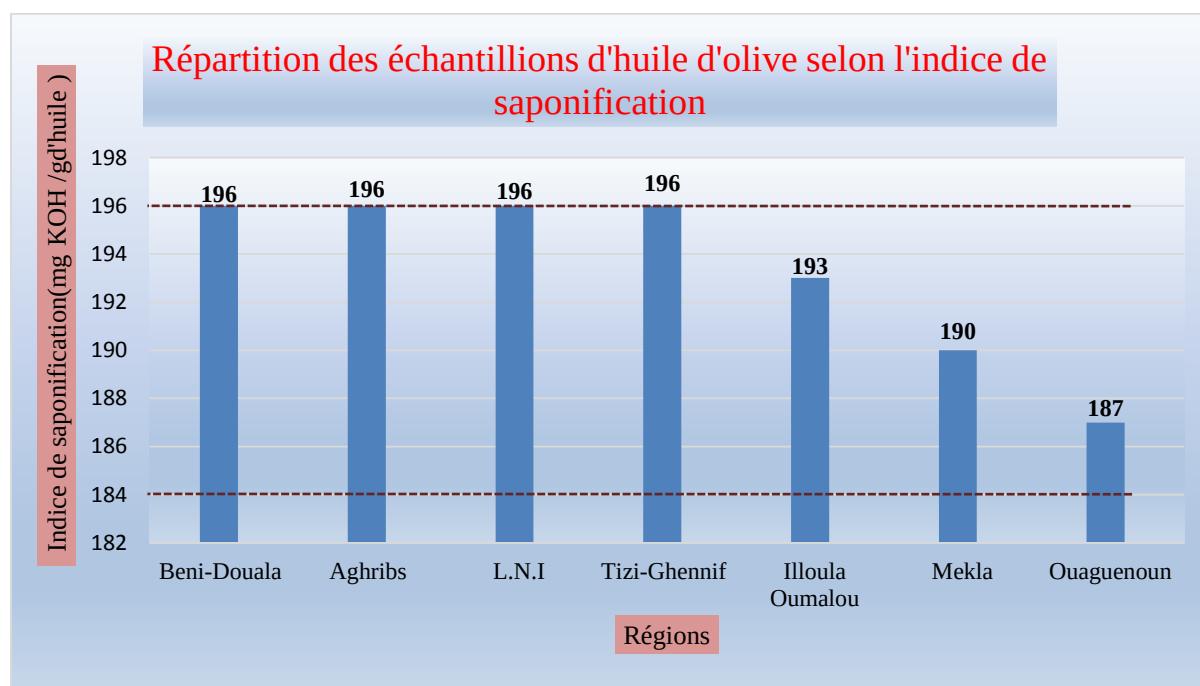


Figure 21 : Représentation graphique de la répartition des échantillons d'huile d'olive selon l'indice de saponification.

1.2 Caractères physiques

1.2.1 L'absorbance dans l'ultra-violet

L'absorbance à la longueur d'onde 232 nm varie entre une valeur minimale de 2.19 qui correspond à l'huile d'olive de la région d'Aghribs (E₄) et une valeur maximale de 2,99 enregistrée dans la région de Tizi-Ghennif (E₇). L'absorbance à la longueur d'onde 270 nm varie entre une valeur minimale de 0.17 qui correspond aux huiles de L.N.I (E₅) et d'Aghribs (E₄) et une valeur maximale enregistrée dans la région Tizi-Ghennif (E₇).

Les résultats des absorbances par spectrophotomètre des échantillons sont représentés dans les tableaux et graphes suivants :

Tableau XX : Répartition des échantillons d'huile d'olive selon l'absorbance dans l'UV.

Echantillons	E ₁	E ₂	E ₃	E ₄	E ₅	E ₆	E ₇
Absorbance UV K ₂₃₂	2,33	2,48	2,63	2,19	2,26	2,78	2,99
Absorbance UV K ₂₇₀	0,23	0,22	0,22	0,17	0,17	0,22	0,29
Norme C.O.I	K ₂₃₂ < 2,60 K ₂₇₀ < 0,25						

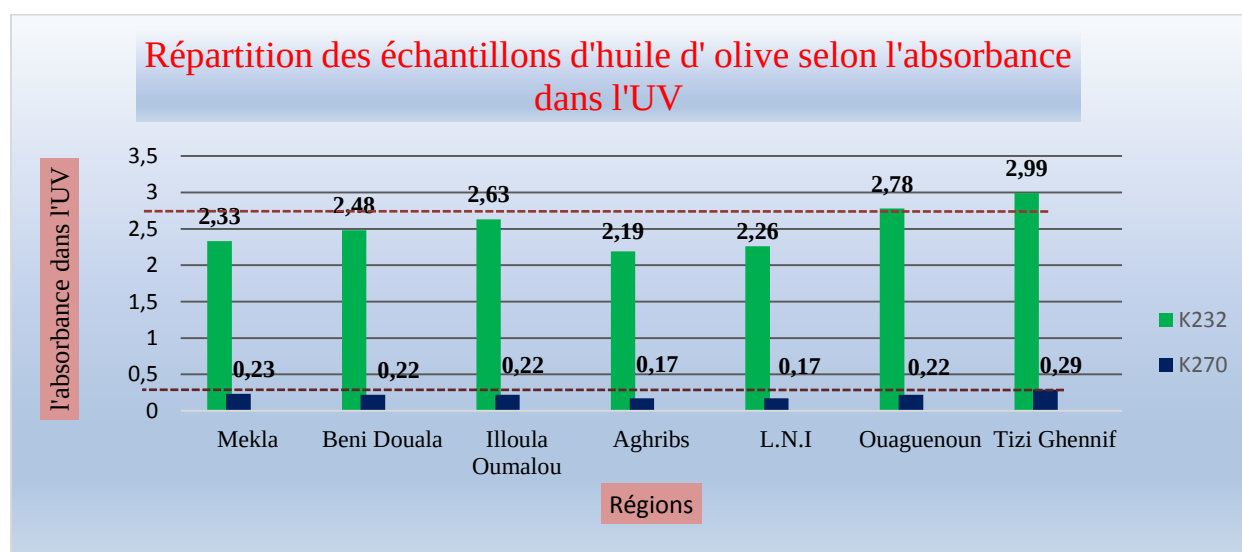


Figure 22 : Représentation graphique de la répartition des échantillons d'huile d'olive selon l'absorbance dans l'UV.

La répartition des échantillons d'huile d'olive selon l'extinction spécifique (Σk):

Les valeurs obtenues de l'extinction spécifique des échantillons varient entre 0.005 et 0.0435.

Tableau XXI : Répartition des échantillons d'huile d'olive selon la variation de l'extinction spécifique (Σk).

Echantillons	E ₁	E ₂	E ₃	E ₄	E ₅	E ₆	E ₇
Absorbance UV K ₂₆₆	0,22	0,22	0,23	0,18	0,18	0,22	0,28
Absorbance UV K ₂₇₄	0,21	0,20	0,21	0,17	0,16	0,21	0,26
Σk	0,009	0,0045	0,005	0,0015	0,005	0,005	0,0435
Norme C.O.I	$\Sigma k \leq 0.01$						

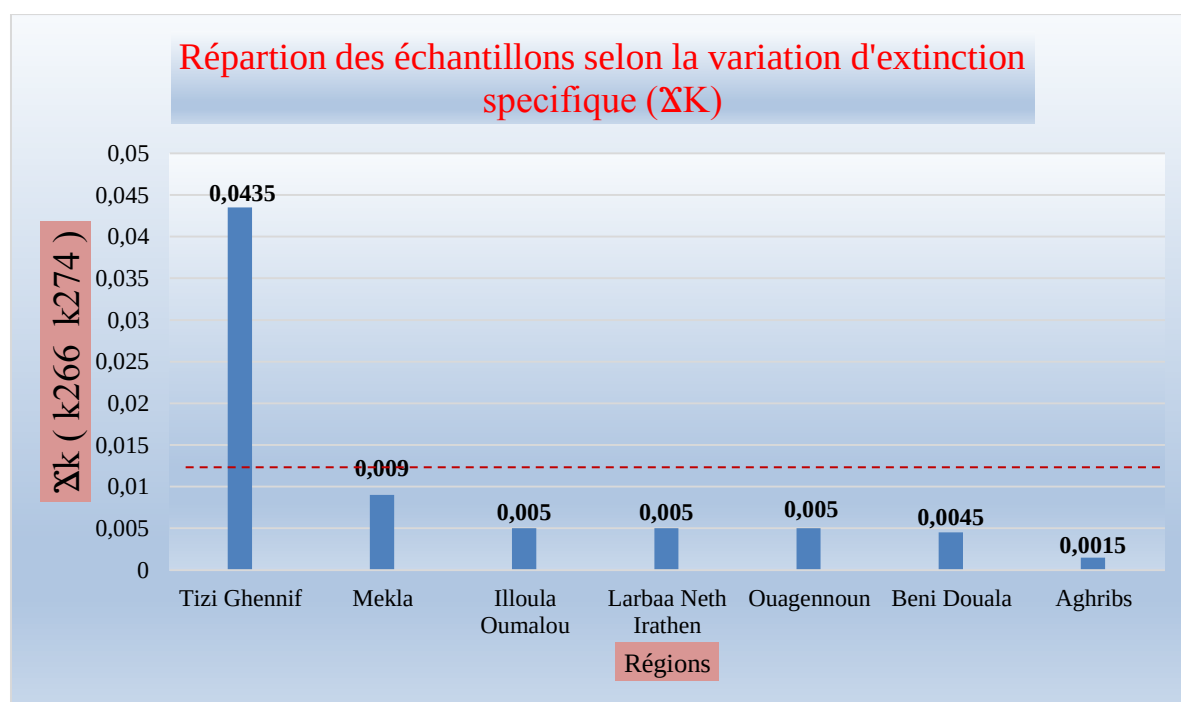


Figure 23: Représentation graphique de la répartition des échantillons d'huile d'olive selon la variation de l'extinction spécifique Σk .

1.2.2 L'indice de réfraction

La répartition des échantillons d'huile d'olive selon l'indice de réfraction :

L'indice de réfraction des échantillons analysés sont compris entre 1,4678 et 1,4687.

Les résultats des indices de réfraction des échantillons sont représentés dans le tableau et le graphe suivants :

Tableau XXII : Répartition des échantillons d'huile d'olive selon l'indice de réfraction.

Echantillons	E ₁	E ₂	E ₃	E ₄	E ₅	E ₆	E ₇
Indice de réfraction	1,4679	1,4687	1,4682	1,4686	1,4681	1,4686	1,4678
Norme C.A	1,4677 – 1,4705 (n^{d20})						

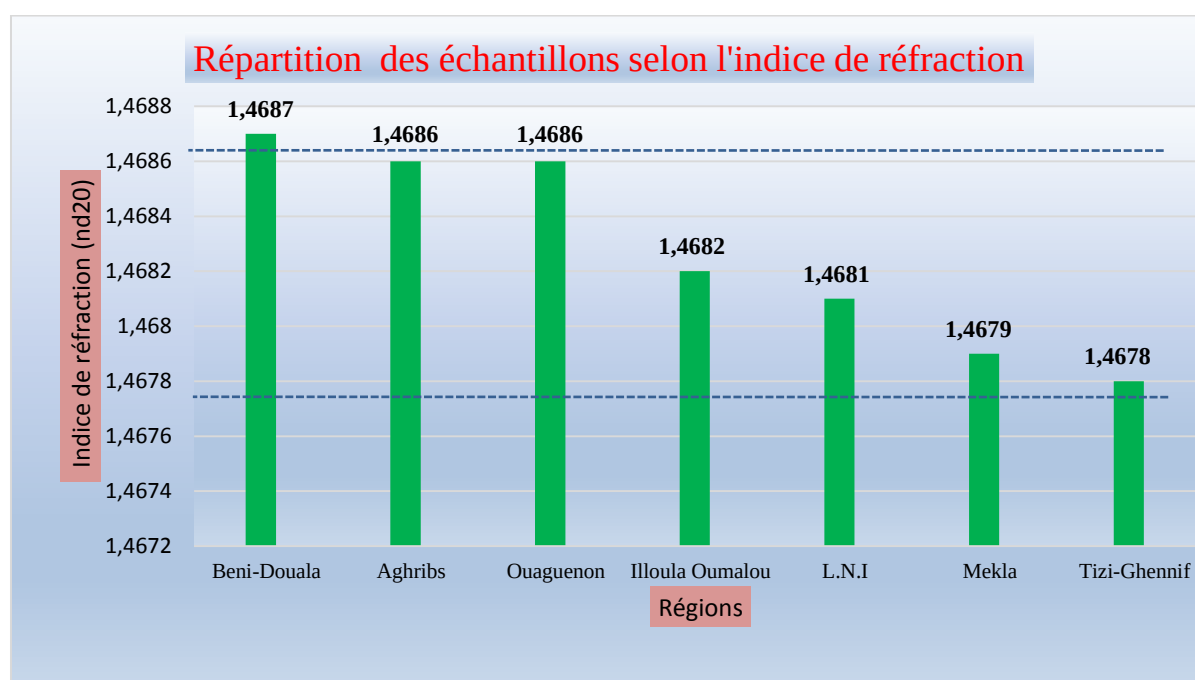


Figure 24 : Représentation graphique de la répartition des échantillons d'huile d'olive selon l'indice de réfraction.

1.2.3 Densité relative (d)

La répartition des échantillons d'huile d'olive selon la densité relative :

Tous les échantillons avaient une densité relative dans la norme, elle varie entre une valeur minimale de 0,910 enregistrée à la région de L.N.I (E₅) et une valeur maximale de 0,916 correspondant à la région d'Aghribs (E₄).

Les résultats des densités relatives des échantillons sont représentés dans le tableau et le graphe suivants :

Tableau XXIII: Répartition des échantillons d'huile d'olive selon la densité relative.

Echantillons	E ₁	E ₂	E ₃	E ₄	E ₅	E ₆	E ₇
Densité relative	0,911	0,912	0,916	0,913	0,910	0,915	0,910
Norme C.O.I/ C.A	0,910 – 0,916 (20°C/eau à 20°C)						

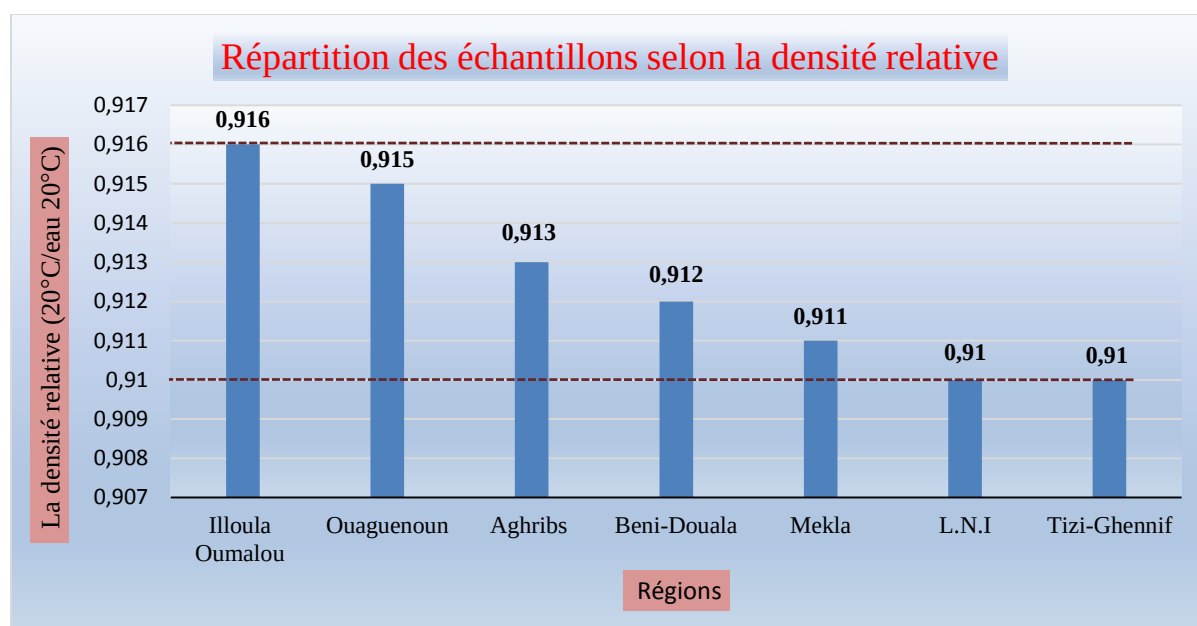


Figure 25 : Représentation graphique de la répartition des échantillons d'huile d'olive selon la densité relative.

1.2.4 Teneur en chlorophylles et caroténoïdes

La répartition des échantillons d'huile d'olive selon la teneur en pigments : chlorophylles et caroténoïdes :

La teneur en pigments (chlorophylles et caroténoïdes) la plus élevée correspond à l'échantillon (E₁) de la région de Mekla et la plus basse à l'échantillon (E₆) de la région de Ouaguenoun.

Les teneurs obtenues pour les chlorophylles et caroténoïdes, des échantillons d'huiles étudiés, exprimées en (mg/kg), sont représentées dans les tableaux et graphes suivants :

Tableau XXIV: Répartition des échantillons d'huile d'olive selon la teneur en chlorophylles.

Echantillons	E ₁	E ₂	E ₃	E ₄	E ₅	E ₆	E ₇
Chlorophylle (ppm)	6,623	2,512	2,691	2,430	1,892	0,125	1,701

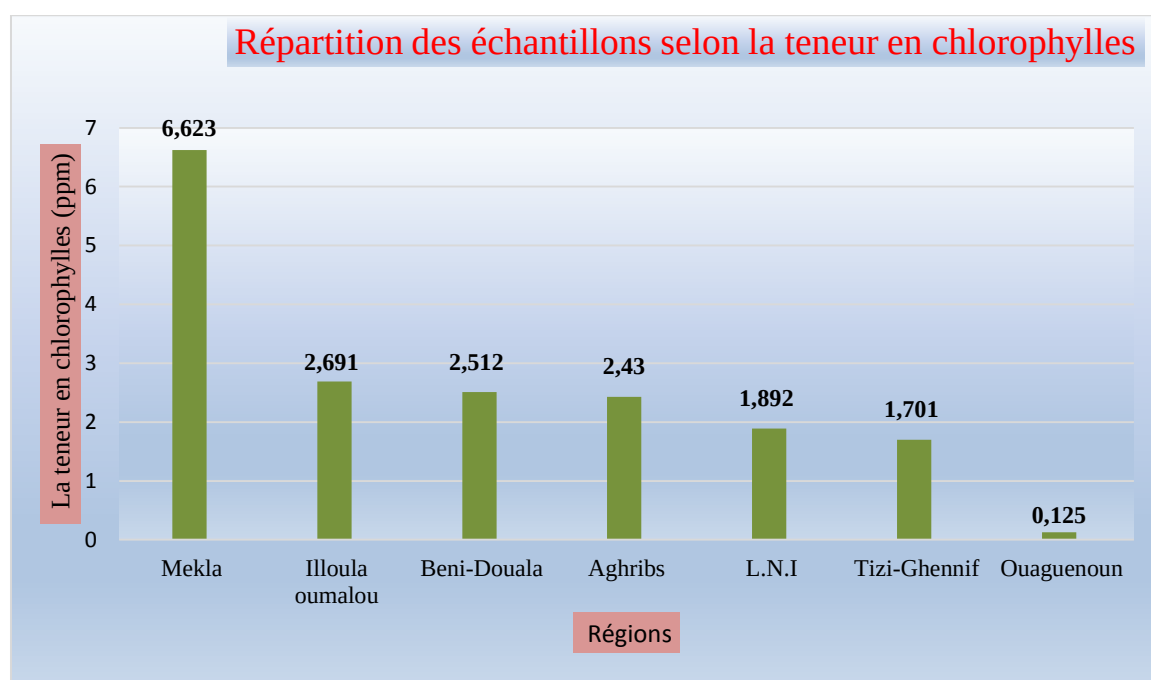
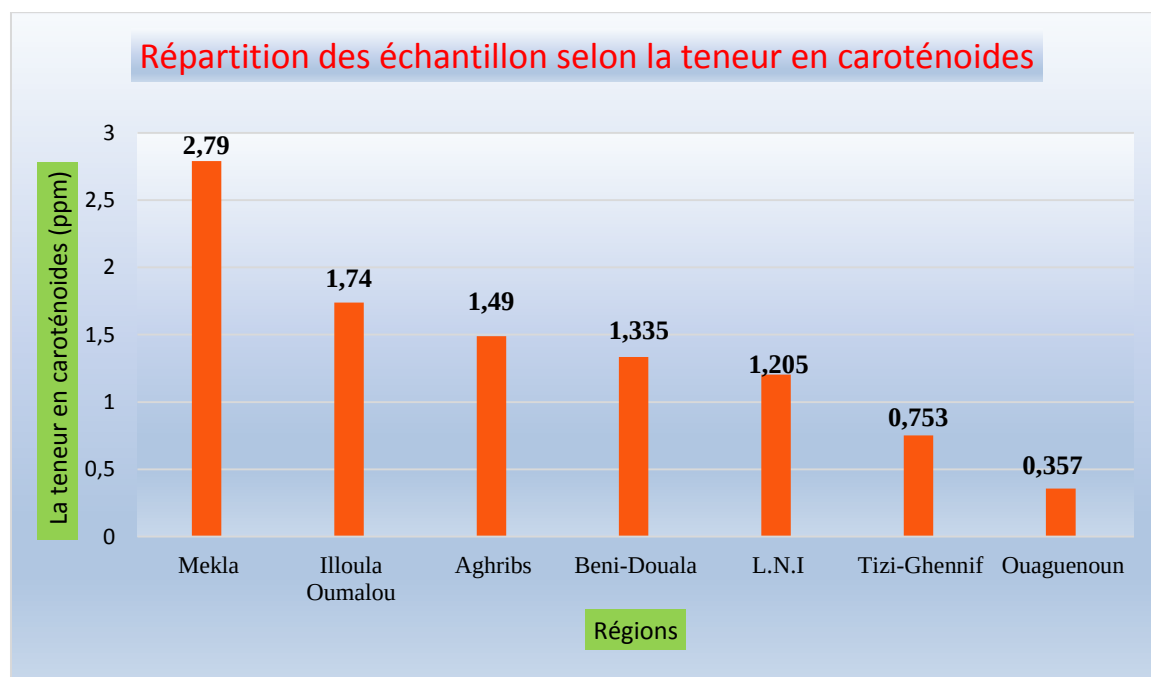


Figure 26 : Représentation graphique de la répartition des échantillons d'huile d'olive selon la teneur en chlorophylles.

Tableau XXV : Répartition des échantillons d'huile d'olive selon la teneur en caroténoïdes.

Echantillons	E ₁	E ₂	E ₃	E ₄	E ₅	E ₆	E ₇
Caroténoïdes (ppm)	2,790	1,335	1,740	1,490	1,205	0,357	0,753

**Figure 27** : Représentation graphique de la répartition des échantillons d'huile d'olive selon la teneur en caroténoïdes.

1.2.5 Potentiel d'hydrogène

La répartition des échantillons d'huile d'olive selon le pH.

Les valeurs du pH varient entre 4.80 et 6.40.

Les résultats du potentiel d'hydrogène des échantillons sont représentés dans le tableau et le graphe suivants :

Tableau XXVI: Répartition des échantillons d'huile d'olive selon le pH.

Echantillons	E ₁	E ₂	E ₃	E ₄	E ₅	E ₆	E ₇
pH	4.80	6.20	5.10	6.4	6.17	6.18	4.90

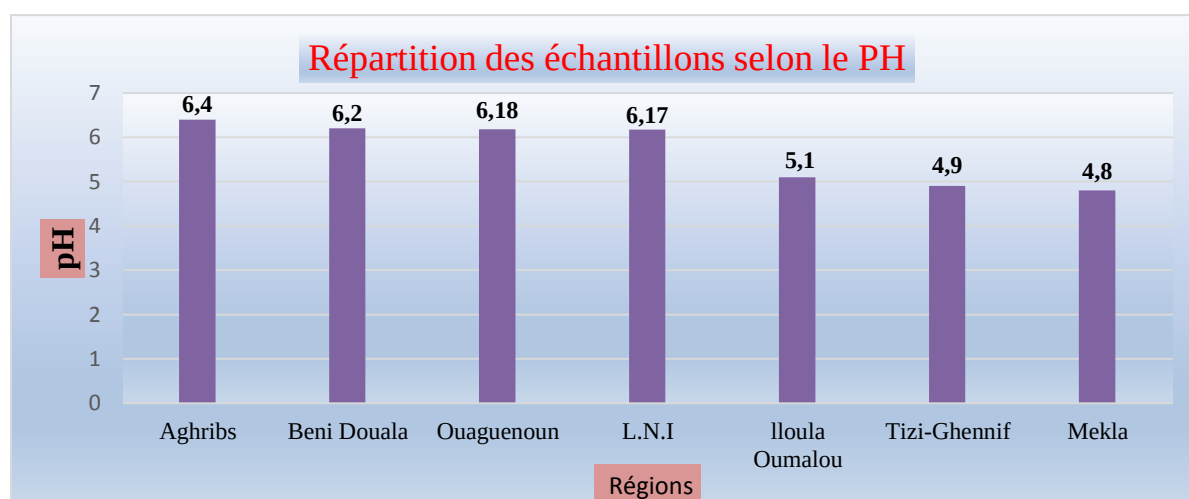


Figure 28 : Représentation graphique de la répartition des échantillons d'huile d'olive selon le pH.

2. L'analyse sensorielle de l'huile d'olive

L'analyse sensorielle est l'examen des propriétés organoleptiques d'une huile d'olive, à savoir: sa couleur, son odeur, sa saveur et son gout par les organes des sens.

Les résultats des tests sensoriels effectués sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau XXVII : L'analyse sensorielle des échantillons étudiés.

Echantillon Caractère	E ₁	E ₂	E ₃	E ₄	E ₅	E ₆	E ₇
Couleur	Jaune foncé	Jaune clair	Jaune foncé	Jaune clair	Jaune foncé	Jaune clair	Jaune au vert
Aspect (Viscosité)	Moyenne avec sédiment	faible	moyenne	moyenne	moyenne	moyenne	Forte
Odeur	Désagréable	Agréable	Acceptable	Agréable	Acceptable	Acceptable	Désagréable
Saveur	Mauvaise	Bonne	Bonne	Bonne	Moyennement mauvaise	Moyennement bonne	Mauvaise
Gout	Moisi-acide	Fruité (olive)	Sucré	Fruité (olive)	Terre-humidité	Fruité (olive)	Amer

DISCUSSION



1. Caractérisation physico-chimique

1.1 Caractères chimiques

1.1.1 L'indice d'acide et l'acidité libre (A%)

L'indice d'acide dépassent les normes établies par le COI (>4.0 mg NaOH / g d'huile) pour les échantillons Melka (E_1), Tizi-Ghennif (E_7), Illoula (E_3) et Ouaguenoun (E_6). Pour les échantillons de Beni-Douala (E_2), Aghribs (E_4) répondent à la norme du COI.

Les échantillons ont des acidités variables, ils varient entre 0.8% et 10.7%.

Quatre échantillons (Beni-Douala (E_2), Aghribs (E_4), Larbaa Nath Irathen (E_5) et Ouaguenoun (E_6)) ont des acidités inférieures par rapport à la norme du COI; alors que les trois autres (Mekla (E_1), Illoula (E_3) et Tizi-Ghennif (E_7)) sont supérieurs à la norme internationale.

La moyenne de l'acidité pour les huiles étudiées est de 4.5%, Cette valeur est semblable à celle rapportée par (Oudina et Baziz, 2017) qui ont montré que l'acidité libre reste en dessous de 3.3% (la norme de COI)[95].

La plupart des valeurs obtenues de l'indice d'acidité sont nettement supérieures par rapport à celle retrouvée dans la wilaya de Tlemcen selon l'étude de (ADDOU Sarah, 2017)[96].

Cela peut être dû à l'entreposage prolongé des olives à l'aire libre qui ne doit pas excéder 5 jours, ou aussi au manque de lavage et de tri des récoltes avant la trituration.

Les acides gras libres résultent de l'action des lipases sur les triglycérides, ou de toute autre activité hydrolytique de ces triglycérides pouvant se produire avant, pendant ou après la trituration des olives[97]. Une acidité élevée peut être due à l'état de maturité avancé du fruit et / ou stockage prolongé et inadéquat avant trituration. Les olives peuvent subir dans ce cas des lésions qui peuvent engendrer des contaminations de l'huile. Cela altère ces caractéristiques organoleptiques.

Les échantillons (E_1) et (E_7) présentent respectivement une acidité de 10.7 % et de 8.17%, très élevée par rapport à la norme du COI.

Cela peut être dû à un insecte « la mouche de l'olive » qui a été détecté dans plusieurs wilayas d'Algérie dont Tizi-Ouzou[98].

Les dégâts engendrés par la mouche de l'olive sont à la fois d'ordre quantitatif et qualitatif.

La larve de cette mouche se développe à l'intérieur de l'olive affectant directement l'alimentation du fruit, sa maturation et sa force d'attachement au pédoncule, provoquant ainsi une chute accélérée. En mettant la pulpe de l'olive au contact de l'air et des déjections de la larve, les dégâts de mouche conduisent à une altération de la qualité de l'huile, facilement détectable au goût et par une augmentation de l'acidité, de l'indice de peroxyde et du K_{232} [99]. Les deux échantillons (E_2) et (E_4) dont l'année de récolte est 2017/2018 gardent toujours une acidité très faible $<2\%$, cela prouve qu'une bonne conservation permet à l'huile de garder toutes ses valeurs nutritionnelles et thérapeutiques même une année après la récolte.

1.1.2 L'indice de peroxyde

L'indice de peroxyde (IP) des échantillons étudiés oscille entre 8.5 et 38 méq O_2 actif / Kg d'huile d'olive. La majorité des huiles testées répondent à la norme établie par le COI (≤ 20 meq d' O_2 / Kg d'huile) sauf trois échantillons. Cependant, les échantillons (E_3) et (E_6) leurs indices de peroxydes sont assez proches de la limite établie par le COI, alors que l'échantillon E_7 dépasse de loin la norme. Ceci peut être expliqué par une oxydation des huiles d'olive suite aux conditions de récoltes et post récoltes des olives (modalité de transport et de conservation des fruits avant le broyage et pendant la transformation), ou c'est dû à la mouche de l'olive.

Les valeurs obtenues sont très supérieures par rapport à celle rapportée dans la wilaya de Tlemcen selon l'étude réalisée (ADDON Sarah, 2017). Alors que la moyenne de l'indice de peroxyde des échantillons étudiés est de 18.5 méq O_2 actif / Kg assez proche de la valeur retrouvée dans l'étude de (Oudina et baziz, 2017) concernant la wilaya de Tizi-Ouzou qui est de 13.2 méq O_2 actif / Kg.

La présence de l'oxygène dans l'huile d'olive, ainsi que certains facteurs (UV, eau, enzyme, trace métallique, etc.) peuvent conduire à la formation des peroxydes, particulièrement par deux réactions d'oxydation : l'auto-oxydation et la photo-oxydation.

Dans les deux cas, un radical libre se forme à partir d'un acide gras insaturé qui réagit avec une molécule d'oxygène provoquant la formation d'un radical libre peroxydique, ce dernier réagit avec un autre acide gras insaturé et forme par la suite l'hydroperoxyde (auto-oxydation).

La photo-oxydation, les radiations lumineuses (UV) excitent une molécule du pigment (chlorophylle) qui initie le processus de l'oxydation en présence d'oxygène[100].

1.1.3 Indice de saponification

Les valeurs obtenues de l'indice de saponification des échantillons varient entre 187 et 196, ils sont situés dans l'intervalle fixé par le Codex Alimentarius compris entre 184-196 pour les huiles d'olives vierges.

Cela prouve que les huiles étudiées sont riches en acide gras à chaîne courte, et moins riche en acide gras à longue chaîne (ce paramètre étant inversement proportionnel à la longueur de la chaîne).

1.2 Caractères physiques

1.2.1 L'absorbance dans l'UV

Les valeurs des extinctions spécifiques en ultra-violet K_{270} et K_{232} obtenues pour les échantillons E₁, E₂, E₄, E₅ indiquent qu'elles n'excèdent pas les limites fixées par le Conseil Oléicole International pour les huiles d'olives vierges, qui sont respectivement 0,25 et 2,60.

Pour les échantillons E₃ et E₆, leurs valeurs de K_{270} restent dans la norme du COI ; alors que leurs valeurs de K_{232} dépassent la limite.

La valeur de K_{270} de l'échantillon E₇ est au voisinage de 0,3, (Cette dernière représente la limite fixée par COI pour les huiles d'olive courantes) et la valeur de K_{232} est nettement supérieure à 2,60.

Plusieurs facteurs peuvent expliquer ces résultats. Il s'agit de la récolte tardive des olives, une exposition excessive des olives et de l'huile extraite à l'oxygène de l'air et à la lumière, voir aussi à un réchauffement de la pâte lors de la trituration[101].

L'élévation de la valeur de k_{232} pour E₃, E₆ et E₇, indiquent ces huiles sont peroxydées. Il est à noter que ces mêmes huiles, ont présenté des valeurs d'indice de peroxyde plus élevées (22, 21 et 38 méq O₂ / Kg d'huile).

Quant à la variation de l'extinction spécifique, la majorité des échantillons leurs valeurs restent dans la limite établie par le COI. ($\Delta K \leq 0.01$), sauf l'échantillon E₇ est supérieur à la norme.

1.2.2 Indice de réfraction

Les indices de réfraction des échantillons analysés sont compris entre 1,4678 et 1,4687. Toutes ces valeurs répondent à la norme établie par le Codex Alimentarius, donc on peut dire aussi que les huiles étudiées sont pures.

1.2.3 Densité relative

Les résultats obtenus de la densité relative des échantillons étudiés varient entre 0,910 et 0,916, ils sont tous conformes par rapport à la norme établies par le conseil oléicole international et le Codex Alimentarius 0,910 – 0,916 (20°C/eau à 20°C).

Cela indique que les huiles étudiées sont toutes pures.

1.2.4 Teneur en chlorophylles et caroténoïdes

Les résultats obtenus varient de 0.125 à 6.623 ppm pour les chlorophylles et de 0.357 à 2.790 ppm pour les caroténoïdes.

Ces valeurs sont dans les normes car la teneur en chlorophylles, pour une huile d'olive extra vierge, varie de 1 à 10 ppm.

L'huile d'olive particulièrement riche en chlorophylles est plus sensible à l'oxydation, pour cela de faibles teneurs sont souhaitées pour éviter l'action pro-oxydante des pigments chlorophylliens et pour assurer ainsi une bonne conservation des huiles; d'où l'intérêt de produire des huiles d'olive à partir d'olives mûres et de procéder au défeuillage lors de l'extraction de l'huile. En effet, au début de la maturité des olives, la concentration en chlorophylles est élevée. Cette valeur diminue continuellement au fur et à mesure de la maturité des olives. Cette diminution est due à la dégradation de la chlorophylle en phéophytines qui confèrent à l'huile sa couleur jaune[102].

Plusieurs études ont confirmé que les teneurs en pigments, notamment les chlorophylles et les caroténoïdes varient en fonction du cultivar et diminuent au cours de la maturation des fruits. Cette diminution est plus prononcée pour les chlorophylles que pour les caroténoïdes, en parallèle d'autres composés peuvent se former tels que les anthocyanes. Cependant, l'intensité de cette diminution est fortement dépendante du métabolisme caractéristique de chaque variété[103, 104,105].

1.2.5 Potentiel d'hydrogène

Les résultats du potentiel d'hydrogène des échantillons étudiés sont en corrélation avec leurs acidités. L'échantillon (E1) ayant l'acidité la plus élevée présente le pH le plus bas, et l'échantillon (E4) ayant l'acidité la plus basse présente le pH le plus élevé.

2. Analyse sensoriels

L'ensemble des huiles étudiées ont une couleur jaunâtre sauf l'huile (E₇) qui est jaune verdâtre, leurs viscosité est moyenne pour la plupart.

Du point de vue gustatif, tous les échantillons étudiés sont des huiles vierges propres à la consommation sauf les échantillons (E₁) et (E₇) présentent une mauvaise saveur et leur odeur est désagréable, ces mêmes échantillons ont montré une acidité élevée respectivement 10,7% et 8,17%.

Les caractéristiques organoleptiques de l'huile d'olive sont liées à la variété des fruits, au degré de maturité au moment de la récolte, aux facteurs écologiques, aux variations dans les opérations de récolte et de stockage des fruits et également à la variabilité des processus d'extraction et de stockage de l'huile d'olive.

Ces résultats des tests organoleptiques restent subjectifs car cela nécessite un membre de jury professionnel et expérimenté dans la dégustation de l'huile d'olive.

Présentation globale

Tableau XXVIII : tableau récapitulatif des résultats obtenus

Echantillons Caractères		E ₁	E ₂	E ₃	E ₄	E ₅	E ₆	E ₇	Norme
Caractères chimiques	I.A	21	3,36	7,8	1,6	5,04	5,6	15,71	< 4,0
	A%	10,7	1,6	3,9	0,8	2,5	2,8	8,17	<3,3
	I.P	17	8,5	22	12	12	21	38	<20
	I.S	190	196	193	196	196	187	196	184-196
Caractères physiques	K232	2,33	2,48	2,63	2,19	2,26	2,78	2,99	< 2,60
	K270	0,23	0,22	0,22	0,17	0,17	0,22	0,29	< 0,25
	I.R	1,4679	1,4687	1,4682	1,4686	1,4681	1,4686	1,4678	1,4677 – 1,4705
	D20	0,911	0,912	0,916	0,913	0,910	0,915	0,910	0,910 – 0,916
	Chlorophylles	6,623	2,512	2,691	2,430	1,892	0,125	1,701	
	Caroténoïdes	2,790	1,335	1,740	1,490	1,205	0,357	0.753	
	pH	4,80	6,20	5,10	6,40	6,17	6,18	4,90	/

L'échantillon E₁ : a une acidité élevée de 10.7% dépasse de loin la norme du COI, et l'indice de peroxyde et les absorbances K₂₇₀ et K₂₃₂ répondent aux normes.

L'échantillon E₂ : les trois paramètres de qualité : l'acidité, l'indice de peroxyde et les absorbances dans UV à 232nm et 270 nm répondent aux normes du COI, avec une acidité inférieure à 2%.

L'échantillon E₃ : a une acidité, un indice de peroxyde et K₂₃₂ qui dépassent les normes du COI.

L'échantillon E₄ : les trois paramètres de qualité répondent à la norme et son acidité est < 0.8%.

L'échantillon E₅ : son acidité est inférieure à 3.3%, les autres paramètres : l'indice de peroxyde et les absorbances dans UV à 232nm et 270nm répondent aux normes.

L'échantillon E₆ : son acidité est inférieure à 3.3%, mais son indice de peroxyde et le K₂₃₂ dépassent les normes du COI.

L'échantillon E₇ : tous les paramètres de qualité : l'acidité, l'indice de peroxyde et les absorbances dans UV à 232nm et 270nm ne répondent pas aux normes du COI.

D'après les résultats obtenus pour l'indice de réfraction et la densité relative, on pourrait dire que les huiles étudiées sont pures.

Les valeurs de l'indice de saponification obtenues indiquent que les huiles d'olives étudiées contiennent des acides gras à chaîne courte, et elles sont moins riches en acide gras à chaîne longue.

Selon les résultats obtenus au cours de cette étude et les normes établies par le Conseil Oléicole International, les échantillons étudiés peuvent être classés en:

- ❖ L'échantillon E₄ est une huile de la catégorie « huile d'olive vierge extra ».
- ❖ L'échantillon E₂ est une huile de la catégorie « huile d'olive vierge ».
- ❖ Les échantillons E₅ et E₆ sont des huiles de la catégorie « huile d'olive vierge courante ».
- ❖ Les échantillons E₁, E₃ et E₇ sont des huiles de la catégorie « huile d'olive vierge lampante ».

A decorative frame resembling a scroll, with a light green border and rounded corners. The frame has a vertical strip on the left side and a horizontal strip at the bottom, both with rounded ends. The text is centered within the frame.

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

Actuellement, il n'est plus une découverte que la composition de l'huile d'olive et ses vertus nutritionnelles et thérapeutiques font d'elle un excellent produit dans la gamme des huiles végétales. Ainsi, la recherche de la qualité devient plus que jamais la solution pour que ce produit soit concurrentiel vis-à-vis des autres matières grasses. Or celui-ci est fondé sur les caractéristiques physico-chimiques et organoleptiques.

Il est primordial de s'assurer de la qualité nutritionnelle et sanitaire des huiles destinées à la consommation afin de détecter et dénoncer les fraudes assez courantes qui minent ce type de commerce, ainsi que le non-respect des conditions de récolte, de stockage, de transport, de méthode d'extraction et de conservation peuvent conduire à une altération de la qualité du produit. Ces pratiques qui peuvent entraîner de sérieux problèmes de sécurité alimentaires et affecter le bien-être et le plaisir de manger.

L'étude des caractéristiques physico-chimiques des huiles d'olive de différentes régions de la wilaya de Tizi-Ouzou a été réalisée par la mesure de l'acidité libre, l'indice de peroxyde, l'évaluation des coefficients d'extinctions spécifiques, la détermination de la teneur en pigments, ainsi que l'indice de réfraction, la densité relative et l'indice de saponification.

Les résultats des tests réalisés ont permis de classer les échantillons étudiés selon la classification du Conseil Oléicole International (COI) : une seule huile d'olive de qualité vierge extra, une autre de qualité vierge, deux autres sont dans la catégorie d'huile d'olive vierge courante et ainsi quatre échantillons sont retrouvés dans la classe des huiles d'olive lampantes.

Ces résultats peuvent être expliqués par l'influence de plusieurs facteurs : le degré de maturité des olives pressés stockage prolongé et inadéquat avant trituration et mauvaise conservation. Les échantillons (E1 et E7) ont présenté des acidités libre très élevées cela peut être causé par la mouche d'olive qui a été enregistré dans plusieurs wilaya, Tizi-Ouzou en fait partie. Ce sont des huiles non consommables.

D'après les résultats obtenus pour l'indice de réfraction et la densité relative, on pourrait dire que les huiles étudiées sont pures.

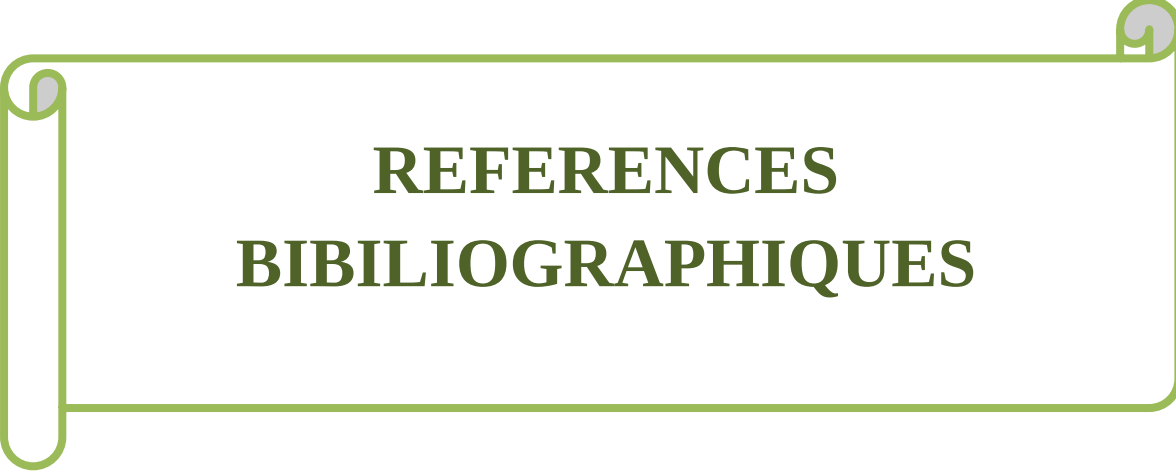
Les valeurs de l'indice de saponification obtenues indiquent que les huiles d'olives étudiés contiennent des acides gras à chaîne courte, et elles sont moins riches en acide gras à chaîne longue.

Pour valoriser d'avantage ces huiles régionales et leur donner une valeur ajoutée, il est nécessaire de sensibiliser les agriculteurs pour améliorer les pratiques et les techniques culturales et les propriétaires des huileries traditionnelles en ce qui concerne le stockage, la transformation et la conservation des huiles.

Ces résultats sont des informations utiles, surtout avec l'ouverture du marché à la commercialisation de l'huile d'olive vierge extra, cela nécessite le respect des bonnes pratiques de conservation et de stockage ainsi que les bonnes conduites d'hygiène afin d'offrir un produit de bonne qualité et propre à la consommation contenant tous ses effets thérapeutiques.

En perspective, il convient de :

- Sensibiliser les agriculteurs et les propriétaires des champs d'olivier au respect des bonnes pratiques de récolte, stockage et conservation ;
- Améliorer les méthodes d'extraction en ciblant ses étapes clés ;
- Enrichissement de l'huile d'olive post récolte par ultrasons afin d'aromatiser l'huile en molécule bioactive de façon rapide et peu onéreuse ;
- Sensibiliser les consommateurs à l'importance de la bonne conservation de l'huile d'olive ;
- Encourager d'avantage l'ouverture du marché à la commercialisation de l'huile d'olive algérienne ;
- Synthétiser d'avantage des produits pharmaceutiques et cosmétologiques à base de l'huile d'olive ;
- Encourager les recherches sur les effets thérapeutiques des polyphénols de l'huile d'olive ainsi que leurs extractions.

A decorative scroll graphic with a light green border and a small grey circle at the top right corner. The text is centered within the scroll.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [01] HENRY, (2003) ; L'huile d'olive, son intérêt nutritionnel, ses utilisations en pharmacie et en cosmétique. Université de LORRAINE.
- [02] Kamel Boudjadi, L'Algérie Au 7e Rang Mondial De Production D'olive, 07/02/2018
<http://www.berberes.com/nouvelles/5991-l-algerie-au-7e-rang-mondial-de-production-d-olive>
- [03] A.B., Malgré les efforts de l'état la production de l'huile d'olive toujours à la traîne.
08/03/2018. <https://www.lesoirdalgerie.com/actualites/la-production-de-lhuile-dolive-toujours-a-la-traine-1531>
- [04] Sébastien VEILLIET, (2010). Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : Entre Tradition et Innovation. Université AIX-MARSEILLE.
- [05] Pinatel C., Petit C., Ollivier D et Artaud J. (2004). Outil pour l'amélioration organoleptique des huiles d'olive vierges. *Oléagineux, Corps Gras, Lipides* .11(3) : 217-222.
- [06] VLADIMIR AVENARD, (2008). L'olivier et les vertus thérapeutiques de ses feuilles, université de NANTES.
- [07] AFIDOL. 2019. <https://afidol.org/oleiculteur/classification-de-lolivier/>
- [08] Fouin J .et Sarfati C .2002. Le guide des huiles d'olive. *Editions du Rouergue*. 335p.
- [09] Chevalier A. 1948. L'origine de l'olivier cultivé et ses variations. *Revue Internationale de Botanique d'Agriculture Tropicale*, 28:1-25.
- [10] Jacotot B. 1993. L'huile d'olive, de la gastronomie à la santé .*Editions Artulen*, 224p.
- [11] Uzzan A., 1992. L'huile d'olive. In « Manuel des corps gras », Lavoisier, Paris, 221-228.
- [12] Lopez-Villalta L. G., 1997. Technique de production. In «Encyclopédie Mondiale de l'Olivier», Conseil Oléicole International, Madrid (Espagne), 145 - 190.
- [13] Argenson C. 2008. La culture de l'olivier dans le monde, ses productions, les tendances. *Le Nouvel Olivier*, 61 : 8-11.
- [14] SAAD Dahbia., Intitulé Etude des endomycorhizes de la variété Sigoise d'olivier (*Olea europaea*L.) et essai de leur application à des boutures semi-ligneuses, p:10-11.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [15] Nasles O., (2006).l'olivier, outil d'entretien du territoire dans les pays méditerranés. Nouvel Olivier, 52 : 3-5
- [16] Bensemmane A., 2009. L'oléiculture: Développons le secteur de l'Huile d'Olive en Algérie.
- [17] FAOSTAT., 2013. Site web: <http://faostat.fao.org>
- [18] Tizi-Ouzou, Oléiculture : Une production prévisionnelle de 450.000 quintaux. Bel. Adrar publié le : 03-12-2015 <http://www.elmoudjahid.com/fr/actualites/87228>
- [19] LOUSSERT R., BROUSSE G. L'olivier, techniques agricoles et production méditerranéenne Paris: Maisonneuve et Larose, 1978, p128.
- [20] ARGENSON C. Cueillette des olives, stockage, pressage et qualité Oléagineux Corps Gras Lipides, 1999,6 (1), p48.
- [21] DOUAT R. Guide complet de la culture de l'olivier Paris: De Vecchi, 1998,BOp
- [22] CALAISM. Trésors du Sud Paris: édition du chêne, 1997,128p.
- [23] PFE-Traitement des nuisances olfactives issues de l'étape de désodorisation des huiles végétales-Institut agronomique et vétérinaire – JANATI NASSIM.
- [24] Codex Alimentarius., NORME POUR LES HUILES D'OLIVE ET LES HUILES DE GRIGNONS D'OLIVE CODEX STAN 33-1981 Adoptée en 1981. Révision : 1989, 2003, 2015. Amendement : 2009, 2013.
- [25] Cichelli A. et Pertesana G.P.2004.High-performance liquid chromatographic analysis of chlorophylls, pheophytins and carotenoids in virgin olive oil: chemometrics approach to variety classification. Journal of chromatography, 1046:141-146.
- [26] Servili M., Selvaggini R., Esposto S., Taticchi A., Montedoro G. et Morozzi, G. 2004. Health and sensory properties of virgin olive oil hydrophilic phenols: agronomic and technological aspects of production that affect their occurrence in the oil. Journal of Chromatography A, 1054:113-127.
- [27] OLIVAE, juillet 2015. Journal officiel du Conseil Oléicole International, Ed française.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [28] ALAIS G., LINDEN G. Biochimie alimentaire, 4ème édition Paris: Masson, 1997,150p
- [29] Garcia-Gonzalez D.L., Aparicio-Rui R. et Aparicio R. 2008. Virgin olive oil-chemical implications on quality and health. European Journal of Lipid Science and Technology, 110:1-6.
- [30] LEROY Isabelle, (2011) L'HUILE D'OLIVE DANS TOUS SES ETATS. Université LILLE 2.
- [31] Moussouni, Zaidi., (2017). Qualité et activité antioxydante de l'huile d' d'olives issue des mélange de deux variétés différentes université de BEJAIA.
- [32] Covas MI ., De la torre K. et Farre-Albaladejo M.(2006). Postprandial LDL phenolic content and LDL oxidation are modulated by olive oil phenolic compounds in humans. Free Rad Biol Med ,40:608-616.
- [33] Nevado J., Penalvo G., Robledo V. et Martenez G., (2009). New CE–ESI-MS analytical method for the separation, identification and quantification of seven phenolic acids including three isomer compoundsin virgin olive oil. Talanta, 79: 1238-124.
- [34] BEDJAOUI, BENSALÉM (2012) ; Caractérisation physico-chimique de l'huile d'olive de deux variétés étrangères : Picholine marocaine et Maurino. Univrsité de BEJAIA.
- [35] Matos C., et al, (2007). Chemometric characterization of three varietal olive oils (cvs.Cobrancosa, Madural and Verdeal Transmontana) extracted from olives with diffefent maturation indices. Food Chemistry, 102: 406-414. Medjkouh L., Tamendjari.
- [36] M. MEZGHACHE, C. HENCHIRI, L.MARTINE , O.BERDEAUX, N.AOUF, P. JUANEDA, (2010), Contribution à l'étude de la fraction insaponifiable de trois huiles d'olive issues des variétés Guasto, Rougette et Blanquette plantés dans l'est algérien.
- [37] Burton G. W. & Ingold K. U. (1986) Vitamin E: Application of the principles of physical organic Chemistry to the exploration of its structure and function. Accounts of Chemical Research. 19 pp 194-201.
- [38] Viola D. 1997. L'huile d'olive et la santé, Conseil Oléicole International. 122.
- [39] Ryan D. et Robards K. 1998. Phenolics compounds in olives. Analyst, 123:41-44.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [40] BENLEMLIH.M , GHANAM.J , JOYEUX Henri (2012) POLYPHENOLS D'HUILE D'OLIVE, TRESORS SANTE !.
- [41] Alais c, Linden G, 1997. Lipides, vitaminesin Abrégé de biochimie alimentaire. Ed Masson, Paris : 70p, 112p.
- [42] TREMOLEIRES J et al, (1980) Manuel d'alimentation humaine. Tome1 : les bases d'alimentation. Ed : E.S.F.Paris. P553.
- [43] BEKTACHE F, BENYOUCEF D. Mémoire de fin de cycle « Alterations thermo-oxydative des huiles au cours des fritures profondes répétés. Université de Bejaia Abdrrahmane Mira, 2002/2003.
- [44] BOUKAHNOUN A, Directeur général du contrôle economique et de la répression des fraudes, « Guide de contrôle des huiles de friture », 2008, pp : 1-10.
- [45] CHEFTEL G-C., CHEFTEL H., « oxydation des lipides ». in : ''introduction a la biochimie et à la technologie des aliments ''. Vol. 1, Ed : tec et doc –Lavoisier, Paris, 1977 pp : 303-310.
- [46] Anonyme1, « information générale sur les corps gras », description et nomenclature, composition principale, altération subit par les corps gras, 2002.
- [47] BRIMBERG U.I et EILDIN K.A.,2003 on the kinetics of autooxidation of fats : influence of pro-oxidants, anttioxidadants and synergists. Journal of lipid technology. P.8391.
- [48] FRANCOIS. R, 1974. Generalités, huilerie in les industries des corps gras. Ed Tec & Doc, Lavoisier : 32p, 42p, 43p, 132p, 139p, 141p, 164p, 192p.
- [49] BENSEGHIER Kaoutar et KHAMED Oussama : « huiles alimentaires de graines *Pinus pinea* Extraction et Caractérisation physico-chimique » 2014.
- [50] Dénominations et définitions des huiles d'olive. COI
http://www.internationaloliveoil.org/estaticos/view/83-designations-and-definitions-of-olive-oils?lang=fr_FR
- [51] Huiles vierges VS huiles raffinées : quelle différence ?
<https://www.lodaite.com/blogs/news/huiles-vierges-vs-huiles-raffinees>

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [52] SOULHI ABDELAZIZ., Contribution du laboratoire officiel d'analyses et de recherches chimiques de casablanca a la promotion de la qualite de l'huile d'olive au maroc.
- [53] Boscou D. 1996. Olive oil: chemistry and technology. Champaign Illinois. American oil chemists Society, 69:552-556.
- [54] Psomiadou E., Konstantinos X., Blekas K.G., Tsimidou M.Z. et Boskou D. 2003. Proposed parameters for monitoring quality of virgin olive oil. European Journal of lipid Science and Technology, 105(8): 403-409.
- [55] CONSEIL OLÉICOLE INTERNATIONAL, Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive, COI/T.15/NC n° 3/Rév. 8 février 2015.
- [56] Clodoveo M., Delcuratolo D., Gomes T. et Colelli G .2007. Effet de la différentes températures et atmosphères de stockage sur Coratina huile d'olive qualité. Food Chemistry, 102: 571-576.
- [57] LION PH., 1995. Travaux pratiques de chimie organique. Ed. Dunod, Paris.
- [58] Christian Pinatel (2013). Association Française Interprofessionnelle de l'Olive AFIDOL : Acidité de l'huile d'olive.
- [59] Tanouti K., Elamrani A., Serghini-Caid H., Khalid A., Bahetta Y., Benali A ., Harkous M. et Khair M. 2010. Caractérisation d'huile d'olive produites dans les cooperatives pilotes (lakaram et kenine) au niveau du Maroc oriental. Les technologies de laboratoire, 5(18):18-26.
- [60] AFNOR Association Française de Normalisation, norme ISO 18321 (2015). Corps gras d'origine animale et végétale. Détermination de l'indice de peroxyde.
- [61] Kritsakis A., Kanavouras A. et Kritsakis K. 2002. Chemical analysis, quality control and packaging issues of olive oil. European Journal of Lipid Science and Technology, 104:628-638.
- [62] Morderet F .et Luchetti F. 1997. L'huile d'olive vierge: un aliment de qualité sous haute surveillance. Food Authenticity - Issues and Methodologies. Euroconférence La Baule, 4-6.
- [63] International Standard Organization, 1998. Méthode ISO/662. Corps gras d'origines animale et végétale -détermination de l'humidité. Ed.2.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [64] NF EN ISO 663 mai 2009. Corps gras d'origine animale et végétale. Détermination de la teneur en impuretés insolubles.
- [65] Mordert F. 1999. Conférence Chevreul : Evolution des critères de qualité des huiles d'olive vierge-Perspectives. OCL, 61:69-76.
- [66] Brigitte Pouyet, Véronique Ollivier, 2014., Réglementations sur l'étiquetage et la présentation des huiles d'olive. OCL
- [67] CONSEIL OLEICOLE INTERNATIONAL., Analyse sensorielle de l'huile d'olive méthode d'évaluation organoleptique de l'huile d'olive vierge., COI/T.20/Doc. n° 15/Rév. 10 2018.
- [68] CODEX ALIMENTARIUS, STANDARD FOR OLIVE OILS AND OLIVE POMACE OILS CODEX STAN 33-1981 Adopted in 1981. Revision: 1989, 2003, 2015. Amendment: 2009, 2013.
- [69] ISO/TS 23647:2010(fr) Corps gras d'origine végétale — Détermination de la teneur en cires par chromatographie en phase gazeuse
<https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:ts:23647:ed-1:v1:fr>
- [70] AZZOUNI, BENARIBA (2017) Comparaison physico-chimique et organoleptique de quelques huiles d'olives de la région de Tlemcen. Université de TELMCEN.
- [71] MINISTÈRE DU COMMERCE., direction générale du contrôle économique et de la répression des fraudes., Direction des Laboratoires d'Essais et d'Analyses de la Qualité, Méthodes officielles d'analyses physico-chimiques relatives aux corps gras d'origine animales et végétales.
- [72] Conseil Oléicole International, COI
<http://www.internationaloliveoil.org/estaticos/view/100-mission-statement>
- [73] A propos du Codex Alimentarius, <http://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/fr/>
- [74] BABA HAMED A.M., 2017 ; effets des facteurs agro-écologique sur le rendement et la qualité de l'huile d'olive, université ABOU BEKR BELKAID, TELEMEN.
- [75] Tamendjari A., Bellal M.M., Laribi R. et Angerosa F. 2004. Impact de l'attaque du ravageur *Bactrocera oleae* et de stockage des olives de la variété Chemlal sur la qualité de l'huile. La rivista Italiana delle Sostanze Grasse, 81 : 23-27.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[76] L'huile d'olive et les maladies cardio-vasculaires

http://www.internationaloliveoil.org/estaticos/view/88-olive-oil-and-cardiovascular-diseases?lang=fr_FR

[77] Vrai-Faux sur l'huile d'olive: L'huile d'olive permet de réduire les risques de maladies cardiovasculaires

<https://www.passeportsante.net/fr/Actualites/Dossiers/DossierComplexe.aspx?doc=vrai-faux-huile-olive-p5>

[78] Les bienfaits de l'huile d'olive. Publié le 22 Juin 2010 par Estelle Deneuve, journaliste santé

Validé par : Dr Marie-Antoinette Séjean, Médecin nutritionniste, Médecin spécialiste en nutrition
<https://www.medisite.fr/aliments-et-vertus-sante-les-bienfaits-de-lhuile-dolive.13835.74.html?page=0%2C6>

[79] L'huile d'olive et la pression artérielle.

<http://www.internationaloliveoil.org/estaticos/view/91-olive-oil-and-blood-pressure>

[80] Daccache A, Lion C, Sibille N, Gerard M, Slomianny C, Lippens G, Cotelle P (2011). Oleuropein and derivatives from olives as Tau aggregation inhibitors. *Neurochemistry International*.

[81] Domitrovic, R., Jakovac, H., Marchesi, V.V., Sain, I., Romic, Z. et Rahelic, D. (2012). Preventive and therapeutic effects of oleuropein against carbon tetrachloride-induced liver damage in mice. *Pharmacol Res*, 65(4), 451-464.

[82] Casaburi, I., Puoci, F., Chimento, A., Sirianni, R., Ruggiero, C., Avena, P. et Pezzi, V. (2013). Potential of olive oil phenols as chemopreventive and therapeutic agents against cancer: a review of in vitro studies. *Mol Nutr Food Res*, 57(1), 71- 83.

[83] Lu, J., Huang, G., Wang, Z., Zhuang, S., Xu, L., Song, B., Xiong, Y. et Guan, S. (2013). Tyrosol exhibits negative regulatory effects on LPS response and endotoxemia. *Food Chem Toxicol*, 62, 172-178.

[84] BEN SAÂD, (MAI 2015) Effets anticancéreux du régime méditerranéen : rôle des composés phytochimiques de l'huile d'olive sur l' action de la cytokine pro-inflammatoire tnf- α dans les glioblastomes. Université du QUÉBEC.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[85] L'huile d'olive et ses propriétés antioxydantes

http://www.internationaloliveoil.org/estaticos/view/89-the-antioxidant-properties-of-the-olive-oil?lang=fr_FR

[86] COI, L'huile d'olive et l'appareil digestif, 2019

http://www.internationaloliveoil.org/estaticos/view/95-olive-oil-and-the-digestive-system?lang=fr_FR

[87] Belotti. L'huile d'olive : anti-inflammatoire et anti-douleur. Lorene dim 11 Mar 18

<http://www.huilerie-romeo.com/lhuile-dolive-anti-inflammatoire-et-anti-douleur/>

[88] Le régime méditerranéen.

<http://www.oliodecarlo.com/fr/regime-mediterraneen/>

[89] Pyramide du régime méditerranéen.

http://www.internationaloliveoil.org/estaticos/view/87-mediterranean-diet-pyramid?lang=fr_FR

[90] L'huile d'olive, l'âme du régime méditerranéen. Dr Martin Juneau, M.D., FRCP 01-12-2016

<https://observatoireprevention.org/2016/12/01/lhuile-dolive-lame-du-regime-mediterraneen-2/>

[91] DORVAULT F. L'officine. 22ème édition Paris: Vigot, 1987, 2009p

[92] VIDAL 2003 Paris, édition du Vidal, 2003, 79ème édition.

[93] RACOUSSOT A L'huile d'olive: place et effets par voie orale. Illustration par le régime Crétois, étude clinique des effets de l'huile d'olive en nutrition parentérale, 73p Th : Pharm : Rouen: 2002

[94] Dermosens, <https://www.dermosens.com>

[95] OUDINA.M.A et BAZIZ.A, 2017, Etude des caractéristiques physico-chimiques et biochimiques de trois échantillons d'huiles d'olives Algérien, Université des Frères MENTOURI Constantine 1.

[96] ADDOU.S, 2017 , Etude des paramètres physico-chimiques et organoleptiques de l'huile d'olives de la variété Siguoise dans la région de Tlemcen., UNIVERSITE de TLEMEN.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [97] CHIMI.H,2001, Qualité des huiles d'olive au Maroc, programme national de transfert de virgin olive oil. Prediction of storage time beyond which the oil is no longer of « extra » quality. Technologie en agriculture-bulletin mensuel d'information et de liaison du PNTTA. Vol79,p : 1-4
- [98] Akli. N, La récolte des olives menacée, 9 octobre 2018
<https://www.depechedekabylie.com/kabylie/tizi-ouzou/195130-la-recolte-des-olives-menacee/>
- [99] AFIDOL, 2019 <https://afidol.org/oleiculteur/mouche-de-lolive/>
- [100] SELKA, TCHOUAR, 2014. Contribution à l'étude physico-chimique et organoleptique de deux huiles d'olive d'extraction traditionnelle et industrielle de la wilaya de Tlemcen. Université de TELMCEN.
- [101] Tanouti K., Serghini-Caid H., Chaieb E., Benali A., Harkous M.et Elamrani A. (2011). Quality improvement of olive oils produced in the eastern Morocco. Les technologies de Laboratoire. 6 (22) : 1-12.
- [102] S. BOULFANE, N. MAATA, A. ANOUAR et S. HILALI, 2015 .Caractérisation physicochimique des huiles d'olive produites dans les huileries traditionnelles de la région de la Chaouia-Maroc , Journal of Applied Biosciences 87:8022– 8029 ISSN 1997–5902.
- [103] Minguez-Mosquera, I., Rejano J.L., Gandul B., Higinio A. et Garrido J. 1990. Pigments present in the olive oil. Journal of American Oil Chemist's Society, (3):192-196.
- [104] Loussert R., Brousse G. 1978. L'olivier, Ed. Maisonneuve et Larose, Paris, 1:45.
- [105] Leonardis A. et Macciola V.2002.Catalytic effet of the Cu (II) and (III) cyclohanebutyrate on olive oil oxidation measured by rancimat .European Journal of Lipids and Science, 156- 160.
- [106] L'olivier dans le monde, <https://blog.tramier.fr>.
- [107] Institut Technique Des Arbres Fruitiers. (ITAF, 2008).
- [108] ARAB K ; BOUCHENAK O ; YAHIAOUI K. 2014 . Etude physico-chimique et évaluation de l'activité antibactérienne des huiles essentielles de la Sarriette des montagnes vis-à-vis des bactéries isolées des infections urinaires, REVUE AGRICULTURE , Revue semestrielle . Université Ferhat Abbas Sétif 1.

ANNEXES

Annexe I :

A. L'appareil végétatif :

L'olivier est un arbre sempervirent, à croissance lente, peut atteindre 15 mètres selon le climat et les sols.

Il appartient au genre *Olea* qui comprend une trentaine d'espèces différentes dans le monde. *Olea europaea* est la seule espèce portant un fruit comestible.

- **Le tronc :** Il est lisse et de couleur gris-verdâtre pour le jeune arbre mais devient avec l'âge, crevassée et noueux de couleur gris foncé (Pagnol, 1996).

- **Le bois :** Il est dur et compact, de couleur brun très clair marbré qui devient plus foncé.

- **L'écorce :** L'écorce est très mince, percevant le moindre choc mécanique. l'épiderme devient alors épais, rude, crevasse, et se détache en plaque. (Moreaux 1997,A)

- **Le système racinaire :**

Un système racinaire dominé par une racine principale centrale, après 4 à 5 ans il développe un système racinaire latéral (Shimon ,1997).

- **La feuille :** la feuille est persistante, d'une durée de 3ans, elle est simple, lancéolée, pointue, sur le rameau elles sont opposées et le pétiole est court.

Sur la face supérieure : la feuille est luisante et de couleur vert foncé.

Sur la face inférieure : elle est recouverte de poils et d'aspect argenté.

B. L'appareil reproducteur :

- **la fleur :**

La fleur est de couleur blanche et odorante, elle comprend quatre sépales, quatre pétales et deux étamines. L'ovaire se trouve au centre du calice, la formule florale est de type : $(4S) + (4P) + 2E + 2C$. Elles sont regroupées en petites grappes sur une large tige. La fécondation se fait principalement par le vent, rarement par les insectes.

- **Le fruit :**

Est une drupe, charnue, ovoïde, de couleur verte au début qui devient noir à maturité complète. Elle est composée de trois éléments :

La peau (épicarpe) : recouverte de matière cireuse imperméable à l'eau, le changement de couleur est dû à une oxydation par les phenoloxydase.

La pulpe (mésocarpe) : charnue et riche en matière grasse stockée durant la lipogenèse.

ANNEXES

Le noyau : très dur, osseux, contient une graine rarement deux. La forme et le nombre de sillons à la surface caractérisent chaque variété d'olivier et constituent un élément de reconnaissance.

Annexe II :

Tableau : Cycle annuel de l'olivier.

Phases végétatives	Début	Durée	Manifestations
Repos végétatif	Décembre-Janvier	1 à 3 mois	Activité germinative arrêtée ou ralentie
Induction florale	Février	-	Les fruits poussent sur le bois poussé l'année précédente (>taille)
Reprise de la végétation	Fin février	20-25 jours	Emission d'une nouvelle végétation de couleur claire
Apparition de boutons floraux	Mi-mars	18-23 jours	Inflorescences de couleur verte blanchâtre à maturité
Floraison	De début mai à mi-juin	7 jours	Fleurs ouvertes et bien apparentes, pollinisation et fécondation.
Fructification	Fin mai – juin		Chute de pétales, hécatombe précoce des fleurs et des fruits.
Développement des fruits	Seconde moitié de juin	3-4 semaines	Fruits petites mais bien apparents.
Durcissement du noyau	Juillet	7-25 jours	Fin de la formation des fruits devenant résistants à la coupe et à la section.
Croissances des fruits	Aout	1.5-2 mois	Augmentation considérable de la taille des fruits et apparition des lenticelles
Début de maturation.	De mi-octobre à décembre		Au moins la moitié de la surface du fruit vire du vert au rouge violacé
Maturation complète	De fin octobre à décembre		Fruits avec une coloration uniforme violette à noire.

ANNEXES

ANNEXE III :

Tableau : Répartition de la production mondiale d'huile d'olive (campagne 2009/2010) (COI, 2009a)

Pays	Production (1000 tonnes)	Production (% total Monde)
Espagne	1200	41,6
Italie	540	18,7
Grèce	348	12,1
Portugal	50	1,7
<i>France</i>	5	0,2
Total Europe	2148,4	74,6
Syrie	150	5,2
Turquie	147	5,1
Tunisie	140	4,9
Maroc	95	3,3
Algérie	50	1,7
Total Monde	2881,5	

ANNEXE IV :

Tableau : Répartition géographique de la production des olives destinés à la fabrication de l'huile et des huileries en Algérie (source : Observatoire à partir des données DSASI et ITAFV)

Wilaya	Production d'olives en tonnes	Nombre d'huller les
BEJAIA	73 423	416
TIZI OUZOU	49 094	464
BOUIRA	29 488	209
SETIF	23 760	59
JIJEL	22 934	150
SKIKDA	21 184	77
B.B. ARRERIDJ	12 928	85
Autres Wilayat	91 599	220
TOTAL	324 411	1 680

ANNEXES

ANNEXE V :

Différentes étapes de transformation de l'olive à l'huile d'olive :



Figure 1 : Effeuillage et lavage des olives



Figure 2 : Broyeur à marteau



figure 3 : Broyeur à meule.

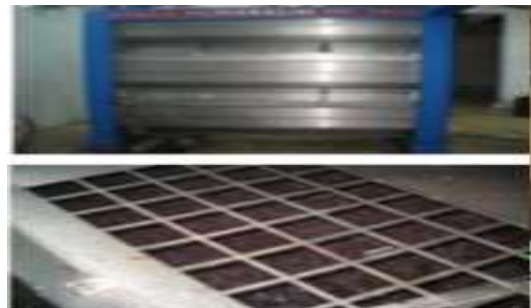


Figure 4 : Malaxeur.



Figure 05 : Centrifugeuse.



Figure 06 : Décanteur.

ANNEXE VI :

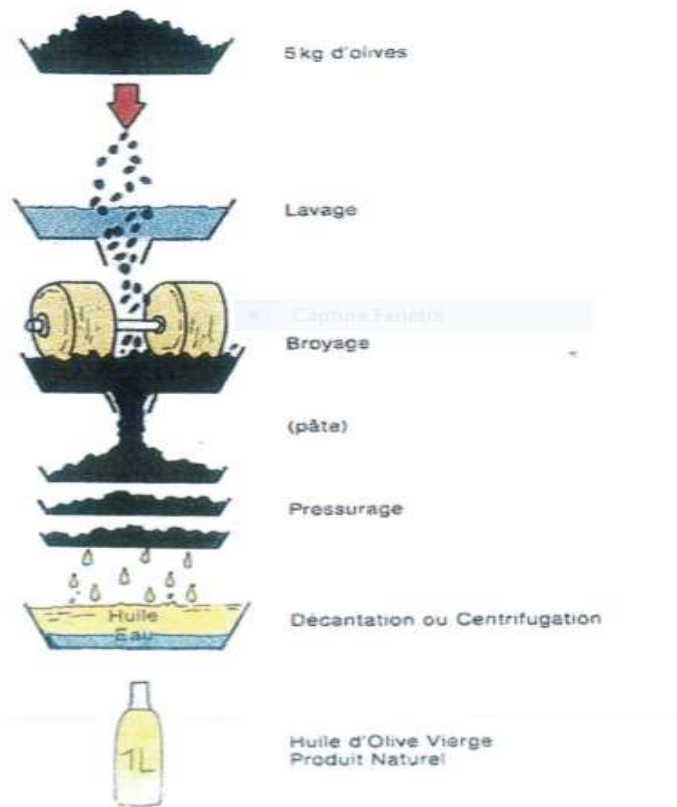


Figure : schéma d'obtention de l'huile d'olive

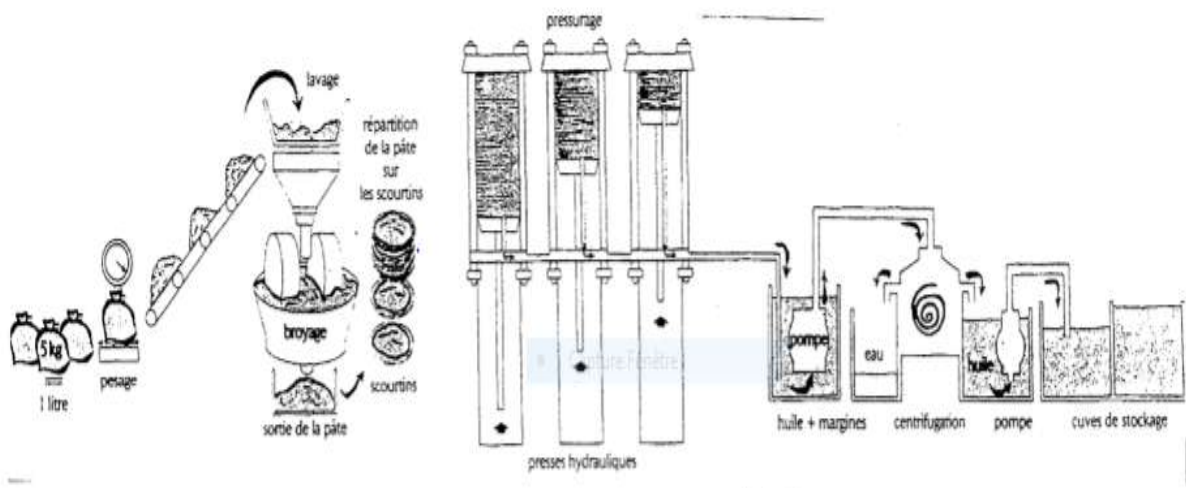


Figure : fabrication de l'huile d'olive

ANNEXES

ANNEXE VII :

Les étapes du Raffinage	Composants éliminés	Composants parasites Introduit
Épuration et Dégommage (Démucilagination).	- Phosphatides. - Composés protidiques. - Glycolipides. - Mucilage.	-Eau.
Neutralisation en cas de raffinage chimique	- Acides gras libres (AGL). - Phosphatides résiduels. - Composés métalliques. - Composés d'origine de dégradation oxydative. - Insecticides organophosphorés.	-Savon. - Eau.
Lavage	- Savon. - Traces de soude. - Phosphatides résiduels.	-Eau.
Séchage	- Eau	
Décoloration	- Pigments (caroténoïde et chlorophylliens) - Savon - Hydrocarbures polycycliques (si traitement au carbone actif).	-Destruction des peroxydes et formation des isomères à double liaison conjuguée. -Acides gras libre par acidification des savons.
Décirage (frigélisation)	- Substances insolubles à basses températures. - Cires.	
Distillation neutralisante en cas de raffinage physique	Les acides gras libres .	
Désodorisation	- Acides gras libres (AGL) - Substances volatiles responsables de l'odeur et du gout. - Peroxydes et produits de dégradations - Pesticides organochlorés. - Stérols et tocophérols.	-Formation d'isomères géométriques et des dimères.

Tableau : Les étapes du raffinage de l'huile d'olive et leurs effets sur les constituants et la composition.

ANNEXES

ANNEXE VIII :

Tableau : La composition en acide gras d'une huile d'olive selon les résultats d'Ollivier et coll. (2003) et selon la norme du Codex Alimentarius.

Acide gras	Formule brute	Ollivier et coll. (%)	Codex alimentarius (%)
Acide myristique	C14:0	Tr	<0,1
Acide palmitique	C16:0	7,5-15,6	7,5-20
Acide sapiénique	C16:1 n-9	0,1-0,2	0,3-3,5
Acide palmitoléique	C16:1n-7	0,3-1,9	0,3-3,5
Acide margarique	C17:0	<0,3	<0,5
Acide margaroléique	C17:1n-8	<0,5	<0,6
Acide stéarique	C18:0	1,4-3,4	0,5-5
Acide oléique	C18:1n-9	60,9-82,1	55-83
Acide vaccénique	C18:1n-7	0,7-3,6	-
Acide linoléique	C18:2n-6	4,5-16,1	3,5-21
Acide α -linoléique	C18:3n-3	0,4-1,2	<1,5
Acide arachidonique	C20:0	0,3-0,5	<0,8
Acide gadoléique	C20:1n-9	0,2-0,5	
Acide béhénique	C22:0	<0,2	<0,2
Acide lignocérique	C24:0	<0,1	<1

ANNEXES

ANNEXE IX :

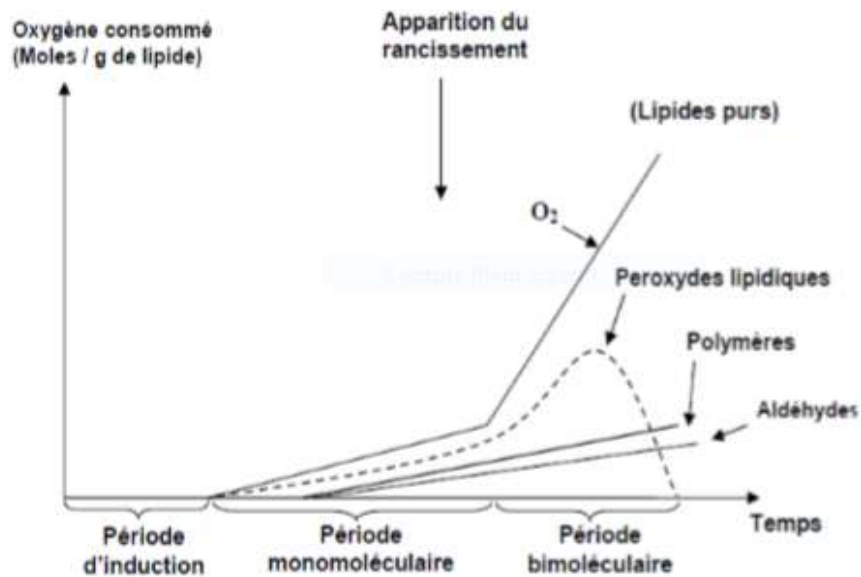


Figure : déroulement du rancissement dans le temps.

Tableau : Les Principaux altérations des corps gras.

Type d'altération	Agent responsable	Produits
Oxydative	Air (Oxygène)	Produits non volatils : - Monomères oxydés - Dimères et oligomères - Polymères oxydés Produits volatils : - Hydrocarbures, cétones, aldéhydes, alcools, acides.
Thermique	Température	- Monomères cycliques - Dimères apolaires et oligomères - Polymères - Acides gras (Trans) (AGT)
Hydrolytique	Humidité	- Acides gras libres (AGL) - Di glycérides - Mono glycérides - Glycérol

ANNEXES

Biologique	Micro-organismes	-acides gras. -des produits d'oxydation. -aldéhydes. -cétones.
-------------------	------------------	---

ANNEXE X :

Classification de l'huile de grignons d'olive :

L'huile de grignons d'olive : elle est commercialisée selon les dénominations et définitions ci-après:

L'huile de grignons d'olive brute est l'huile de grignons d'olive dont les caractéristiques correspondent à celles fixées pour cette catégorie par la Norme commerciale du COI. Elle est destinée au raffinage en vue de son utilisation pour la consommation humaine ou destinée à des usages techniques.

L'huile de grignons d'olive raffinée est l'huile obtenue à partir de l'huile de grignons d'olive brute par des techniques de raffinage n'entraînant pas de modifications de la structure glycéridique initiale. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,3 gramme pour 100 grammes et ses autres caractéristiques correspondent à celles fixées pour cette catégorie par la Norme commerciale du COI. Ce produit peut être vendu directement aux consommateurs seulement si le pays de vente au détail l'autorise ;

L'huile de grignons d'olive est l'huile constituée par le coupage d'huile de grignons d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges propres à la consommation en l'état. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 1 gramme pour 100 grammes et ses autres caractéristiques correspondent à celles fixées pour cette catégorie par la Norme commerciale du COI. Le pays de vente au détail peut exiger une dénomination plus précise. Ce coupage ne peut, en aucun cas, être dénommé huile d'olive.

CODEX ALIMENTARIUS

NORMES ALIMENTAIRES INTERNATIONALES



Organisation des Nations
Unies pour l'alimentation
et l'agriculture



Organisation
mondiale de la Santé

E-mail: codex@fao.org - www.codexalimentarius.org

ANNEXE XI :

Les normes du Codex Alimentarius.

NORME POUR LES HUILES D'OLIVE ET LES HUILES DE GRIGNONS D'OLIVE

CODEX STAN 33-1981

Adoptée en 1981. Révision : 1989, 2003, 2015. Amendement : 2009, 2013.

Précédemment CAC/RS 33-1970.

1. CHAMP D'APPLICATION

La présente norme s'applique aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive décrites à la section 2 présentées dans un état propre à la consommation humaine.

2. DESCRIPTION

L'huile d'olive est l'huile provenant uniquement du fruit de l'olivier (*Olea europaea* L.), à l'exclusion des huiles obtenues par solvants ou par des procédés de réestérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature.

Les huiles d'olive vierges sont les huiles obtenues du fruit de l'olivier uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions, particulièrement thermiques, 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.

L'huile de grignons d'olive est l'huile obtenue par traitement aux solvants autres que des solvants halogénés ou par d'autres procédés physiques, des grignons d'olive, à l'exclusion des huiles obtenues par des procédés de réestérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature.

3. FACTEURS ESSENTIELS DE COMPOSITION ET DE QUALITÉ

Huile d'olive vierge extra: huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,8 g/100 g et dont les autres caractéristiques correspondent à celles indiquées pour cette catégorie.

Huile d'olive vierge: huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 2 g/100 g et dont les autres caractéristiques correspondent à celles prescrites pour cette catégorie.

Huile d'olive vierge courante: huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 3,3 g/100 g et dont les autres caractéristiques correspondent à celles prescrites pour cette catégorie.¹

Huile d'olive raffinée: huile d'olive obtenue à partir des huiles d'olive vierges par des techniques de raffinage qui n'entraînent pas de modifications de la structure glycéridique initiale. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,3 g/100 g et ses autres caractéristiques correspondent à celles prescrites pour cette catégorie.¹

Huile d'olive: huile constituée par le coupage d'huile d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges propres à la consommation humaine. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 1 g/100 g et ses autres caractéristiques correspondent à celles prescrites pour cette catégorie.²

Huile de grignons d'olive raffinée: huile obtenue à partir d'huile de grignons d'olive brute par des techniques de raffinage n'entraînant pas de modifications de la structure glycéridique initiale. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,3 g/100 g et ses autres caractéristiques correspondent à celles prescrites pour cette catégorie.¹

Huile de grignons d'olive: huile constituée par le coupage d'huile de grignons d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 1 g/100g et ses autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie.²

3.1 Caractéristiques organoleptiques (odeur et saveur) des huiles d'olive vierges

	Médiane du défaut	Médiane de l'attribut fruité
Huile d'olive vierge extra	Me = 0	Me > 0
Huile d'olive vierge	0 < Me ≤ 2,5	Me > 0
Huile d'olive vierge courante	2,5 < Me ≤ 6,0*	

* Ou lorsque la médiane du défaut est inférieure ou égale à 2,5 et la médiane de l'attribut fruité est égale à 0.

¹ Ce produit peut être vendu directement aux consommateurs seulement si le pays de vente au détail l'autorise.
² Le pays de vente au détail peut exiger une dénomination plus précise.

Composition en acides gras déterminée par chromatographie en phase gazeuse (% acides gras totaux)

	Huiles d'olive vierges	Huile d'olive Huile d'olive raffinée	Huile de grignons d'olive Huile de grignons d'olive raffinée
Acides gras			
C14:0	0,0- 0,05	0,0- 0,05	0,0 - 0,05
C16:0	7,5- 20,0	7,5- 20,0	7,5 – 20,0
C16:1	0,3- 3,5	0,3- 3,5	0,3 - 3,5
C17:0	0,0- 0,3	0,0- 0,3	0,0 - 0,3
C17:1	0,0- 0,3	0,0- 0,3	0,0 - 0,3
C18:0	0,5- 5,0	0,5- 5,0	0,5 - 5,0
C18:1	55,0- 83,0	55,0- 83,0	55,0 – 83,0
C18:2	3,5 - 21,0	3,5 - 21,0	3,5 – 21,0
C18:3 ³			
C20:0	0,0- 0,6	0,0– 0,6	0,0 - 0,6
C20:1	0,0- 0,4	0,0– 0,4	0,0 - 0,4
C22:0	0,0- 0,2	0,0- 0,2	0,0 - 0,3
C24:0	0,0- 0,2	0,0- 0,2	0,0 - 0,2
Acides gras <i>trans</i>			
C18:1 T	0,0- 0,05	0,0- 0,20	0,0 - 0,40
C18:2 T + C18:3 T	0,0- 0,05	0,0- 0,30	0,0 - 0,35

Composition en stérols et en dialcools triterpéniques**Composition en desméthylstérols (% des stérols totaux)**

Cholestérol	≤ 0,5
Brassicastérol	≤ 0,2 pour les huiles de grignons d'olive ≤ 0,1 pour les autres catégories
Campestérol	≤ 4,0
Stigmastérol	< campestérol
Delta-7- stigmasténol	≤ 0,5
Bêta-sitostérol + delta-5-avénastérol + delta-5-23-stigmastadiénol + clérostérol + sitostanol +delta-5-24-stigmastadiénol	≥ 93,0

³ Dans l'attente des résultats de l'enquête du Conseil oléicole international (COI) et de leur examen par le Comité sur les graisses et les huiles, les limites nationales pourront continuer à être appliquées.

Teneur minimale en stérols totaux

Huiles d'olive vierges	)	
Huile d'olive raffinée	)	1000 mg/kg
Huile d'olive	)	
Huile de grignons d'olive raffinée		1800 mg/kg
Huile de grignons d'olive		1600 mg/kg

Teneur maximale en érythrodiol et uvaol (% des stérols totaux)

Huiles d'olive vierges	)	
Huile d'olive raffinée	)	≤4,5
Huile d'olive	)	

Teneur en cires

	Limite
Huiles d'olive vierges	≤ 250 mg/kg
Huile d'olive raffinée	≤ 350 mg/kg
Huile d'olive	≤ 350 mg/kg
Huile de grignons d'olive raffinée	> 350 mg/kg
Huile de grignons d'olive	> 350 mg/kg

Écart maximal entre la teneur réelle et la teneur théorique en triglycérides à ECN 42

Huiles d'olive vierges	0,2
Huile d'olive raffinée	0,3
Huile d'olive	0,3
Huiles de grignons d'olive	0,5

Teneur maximale en stigmastadiènes

Huiles d'olive vierges	0,15 mg/kg
------------------------	------------

Indice de peroxyde

Huiles d'olive vierges	≤ 20 milliéquivalents d'oxygène actif/kg d'huile
Huile d'olive raffinée	≤ 5 milliéquivalents d'oxygène actif/kg d'huile
Huile d'olive	≤ 15 milliéquivalents d'oxygène actif/kg d'huile
Huile de grignons d'olive raffinée	≤ 5 milliéquivalents d'oxygène actif/kg d'huile
Huile de grignons d'olive	≤ 15 milliéquivalents d'oxygène actif/kg d'huile

Absorbance dans l'ultraviolet K 270

	<u>Absorbance à 270 nm</u>	<u>Delta K</u>
Huile d'olive vierge	≤ 0,25	≤ 0,01
Huile d'olive vierge courante	≤ 0,30 ([*])	≤ 0,01
Huile d'olive raffinée	≤ 1,10	≤ 0,16
Huile d'olive	≤ 0,90	≤ 0,15
Huile de grignons d'olive raffinée	≤ 2,00	≤ 0,20
Huile de grignons d'olive	≤ 1,70	≤ 0,18

* Après passage de l'échantillon au travers d'alumine activée, l'absorbance à 270 nm doit être égale ou inférieure à 0,11.

4. ADDITIFS ALIMENTAIRES

4.1 Huiles d'olive vierges

Aucun additif n'est autorisé dans ces produits.

4.2 Huile d'olive raffinée, huile d'olive, huile de grignons d'olive raffinée et huile de grignons d'olive

L'adjonction d'*alpha*-tocophérols (d-*alpha*-tocophérol (INS 307a); de concentré de tocophérols mélangés (INS 307b) et de dl-*alpha*-tocophérol (INS 307c)) aux produits précités est autorisée pour remplacer les tocophérols naturels perdus au cours du processus de raffinage. La concentration d'*alpha*-tocophérols dans le produit final ne doit pas dépasser 200 mg/kg.

5. CONTAMINANTS

5.1 Les **produits** visés par les dispositions de la présente norme doivent être conformes aux limites maximales fixées dans la *Norme générale pour les contaminants et les toxines présents dans les produits de consommation humaine et animale* (CODEX STAN 193-1995).

5.2 Résidus de pesticides

Les produits visés par les dispositions de la présente norme doivent être conformes aux limites maximales de résidus fixées pour ces produits par la Commission du Codex Alimentarius.

5.3 Solvants halogénés

Teneur maximale de chaque solvant halogéné	0,1 mg/kg
--	-----------

Teneur maximale de la somme des solvants halogénés	0,2 mg/kg
---	-----------

6. HYGIÈNE

Il est **recommandé** de préparer et de manipuler les produits visés par les dispositions de la présente norme conformément aux sections appropriées du *Principes généraux d'hygiène alimentaire* (CAC/RCP 1-1969), ainsi que des autres textes pertinents du Codex tels que les Codes d'usages en matière d'hygiène et autres Codes d'usages.

Les produits doivent répondre à tous les critères microbiologiques établis conformément aux *Principes et de directives pour l'établissement et l'application de critères microbiologiques relatifs aux aliments* (CAC/GL 21-1997).

7. ÉTIQUETAGE

Le produit doit être étiqueté en conformité à la *Norme générale pour l'étiquetage des denrées alimentaires préemballées* (CODEX STAN 1 – 1985).

7.1 Nom du produit

Le nom du produit doit être conforme aux descriptions données à la Section 3 de la présente norme. L'appellation «huile d'olive» ne doit en aucun cas désigner les huiles de grignons d'olive.

7.2 Étiquetage des récipients non destinés à la vente au détail

Les renseignements nécessaires doivent figurer soit sur les récipients non destinés à la vente au détail soit dans les documents d'accompagnement; toutefois, le nom du produit, l'identification du lot, et le nom et l'adresse du fabricant ou de l'emballleur doivent figurer sur le récipient.

L'identification du lot, de même que le nom et l'adresse du fabricant ou de l'emballleur, peut cependant être remplacés par une marque d'identification, à condition que celle-ci soit clairement identifiable à l'aide des documents d'accompagnement.

8. MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE**Détermination des caractéristiques organoleptiques**

Méthode COI/T.20/Doc. n°15

Détermination de l'acidité libre

Méthode ISO 660: 1996, amendé 2003 ou AOCS Cd 3d-63 (03)

Détermination de la composition en acides gras

Méthode COI/T.20/Doc. n° 24 et ISO 5508: 1990 et AOCS Ch 2-91 (02) ou AOCS Ce 1f-96 (02). Pour préparation d'échantillon ISO 5509: 2000 ou AOCS Ce 2-66(97)

Détermination de la teneur en acides gras trans

Méthode COI/T.20/Doc. n°17 ou ISO 15304: 2001 ou AOCS Ce 1f-96 (02)

Détermination de la teneur en cires

Méthode COI/T.20/Doc. n°18 ou AOCS Ch 8-02 (02)

Calcul de la différence entre la teneur réelle et la teneur théorique en triglycérides à ECN 42

Méthode COI/T.20/Doc. n° 20 ou AOCS Ce 5b-89 (97)

Détermination de la composition et de la teneur en stérols

Méthode COI/T.20/Doc. n°10 ou ISO 12228: 1999 ou AOCS Ch 6-91 (97)

Détermination de la teneur en érythrodiol

Méthode COI/T.20/doc. n° 30-2011.

Détermination des stigmastadiènes

Méthode COI/T.20/Doc. n° 11 ou ISO 15788-1: 1999 ou AOCS Cd 26-96 (03) ou ISO 15788-2:2003.

Détermination de l'indice de peroxyde

Méthode ISO 3960: 2001 ou AOCS Cd 8b-90 (03)

Détermination de l'absorbance dans l'ultraviolet

Méthode COI/T.20/Doc. n°19 ou ISO 3656: 2002 ou AOCS Ch 5-91 (01).

Détermination de l'alpha-tocophérol

Méthode ISO 9936: 1997

Détection de traces de solvants halogénés

Méthode COI/T.20/Doc. n° 8

Échantillonnage

Méthode ISO 661: 1989 et ISO 5555: 2001

AUTRES FACTEURS DE COMPOSITION ET DE QUALITÉ

Ces facteurs de qualité et de composition sont des informations qui complètent les facteurs essentiels de composition et de qualité de la norme. Un produit conforme aux facteurs essentiels de qualité et de composition mais non conforme à ces facteurs complémentaires peut toutefois être aussi en conformité avec la norme.

1. FACTEURS DE QUALITÉLimite maximale**Eau et matières volatiles :**

Huiles d'olive vierges	0,2%
Huile d'olive raffinée	0,1%
Huile d'olive	0,1%
Huile de grignons d'olive raffinée	0,1%
Huile de grignons d'olive	0,1%

Impuretés insolubles :

Huiles d'olive vierges	0,1%
Huile d'olive raffinée	0,05%
Huile d'olive	0,05%
Huile de grignons d'olive raffinée	0,05%
Huile de grignons d'olive	0,05%

Métaux présents à l'état de traces:

Fer (Fe)	3 mg/kg
Cuivre (Cu)	0,1 mg/kg

Caractéristiques organoleptiques :

Huiles d'olive vierges:

Voir Section 3 de la norme.

Autres:

	<u>Odeur</u>	<u>Saveur</u>	<u>Couleur</u>
Huile d'olive raffinée	acceptable	Acceptable	jaune clair
Huile d'olive	bonne	Bonne	claire, jaune à vert
Huile de grignons d'olive raffinée	acceptable	Acceptable	claire, jaune à jaune-brun
Huile de grignons d'olive	acceptable	Acceptable	claire, jaune à vert

Aspect à 20 °C pendant 24 heures:

Huile d'olive raffinée, huile d'olive, huile de grignons
d'olive raffinée, huile de grignons d'olive:

limpide

2. FACTEURS DE COMPOSITION

Acide gras saturés en position 2 dans les triglycérides (somme des acides palmitique et stéarique)

	<u>Limite maximale</u>
Huiles d'olive vierges	1,5%
Huile d'olive raffinée	1,8%
Huile d'olive	1,8%
Huile de grignons d'olive raffinée	2,2%
Huile de grignons d'olive	2,2%

3. CARACTÉRISTIQUES CHIMIQUES ET PHYSIQUES

Densité relative (20° C/eau à 20° C) 0,910-0,916

²⁰

Indice de réfraction (n_D) :

Huiles d'olive vierges	}	1,4677-1,4705
Huile d'olive raffinée		
Huile d'olive		
Huiles de grignons d'olive		1,4680-1,4707

Indice de saponification (mg KOH/g d'huile) :

Huiles d'olive vierges	184 -196 }
Huile d'olive raffinée	
Huile d'olive	
Huiles de grignons d'olive	182 -193

Indice d'iode (Wijs) :

Huiles d'olive vierges	75-94 }
Huile d'olive raffinée	
Huile d'olive	
Huiles de grignons d'olive	75-92

Insaponifiable:

		<u>Limite maximale</u>
Huiles d'olive vierges	}	15 g/kg
Huile d'olive raffinée		
Huile d'olive		
Huiles de grignons d'olive		30 g/kg

Absorbance dans l'ultraviolet K 232

	<u>Absorbance dans l'ultraviolet à 232 nm</u>
Huile d'olive vierge extra	$\leq 2,50^4$
Huile d'olive vierge	$\leq 2,60^4$

⁴ Le pays de vente au détail peut exiger le respect de ces limites lors de la mise à disposition de l'huile au consommateur final.

4. MÉTHODES D'ANALYSE ET

D'ÉCHANTILLONNAGE Détermination de la

teneur en eau et en matières volatiles Méthode

ISO 662: 1998

Détermination de la teneur en impuretés insolubles dans l'éther de pétrole

Méthode ISO 663: 2000

Détermination des traces métalliques (fer,

cuivre) Méthode ISO 8294: 1994 ou AOAC

990.05

Détermination de l'indice de saponification

Méthode ISO 3657: 2002 ou AOCS Cd 3-25 (03)

Détermination de l'insaponifiable

Méthode ISO 3596: 2000 ou ISO 18609: 2000 ou AOCS Ca 6b-53 (01)

Détermination des acides gras en position 2 dans les

triglycérides Méthode ISO 6800: 1997 ou AOCS Ch 3-91 (97)

Détermination de la densité relative

Méthode UICPA 2.101, avec le facteur de conversion approprié

Détermination de l'indice de réfraction

Méthode ISO 6320: 2000 ou AOCS Cc 7-25 (02)

Détermination de l'indice d'iode

Méthode ISO 3961: 1996 ou AOAC 993.20 ou AOCS Cd 1d-92 (97) ou NMKL 39(2003)

Détermination des caractéristiques

organoleptiques Méthode COI/T.20/Doc. n°15

Détermination de l'absorbance dans l'ultraviolet

Méthode COI/T.20/Doc. n°19 ou ISO 3656: 2002 ou AOCS Ch 5-91 (01)

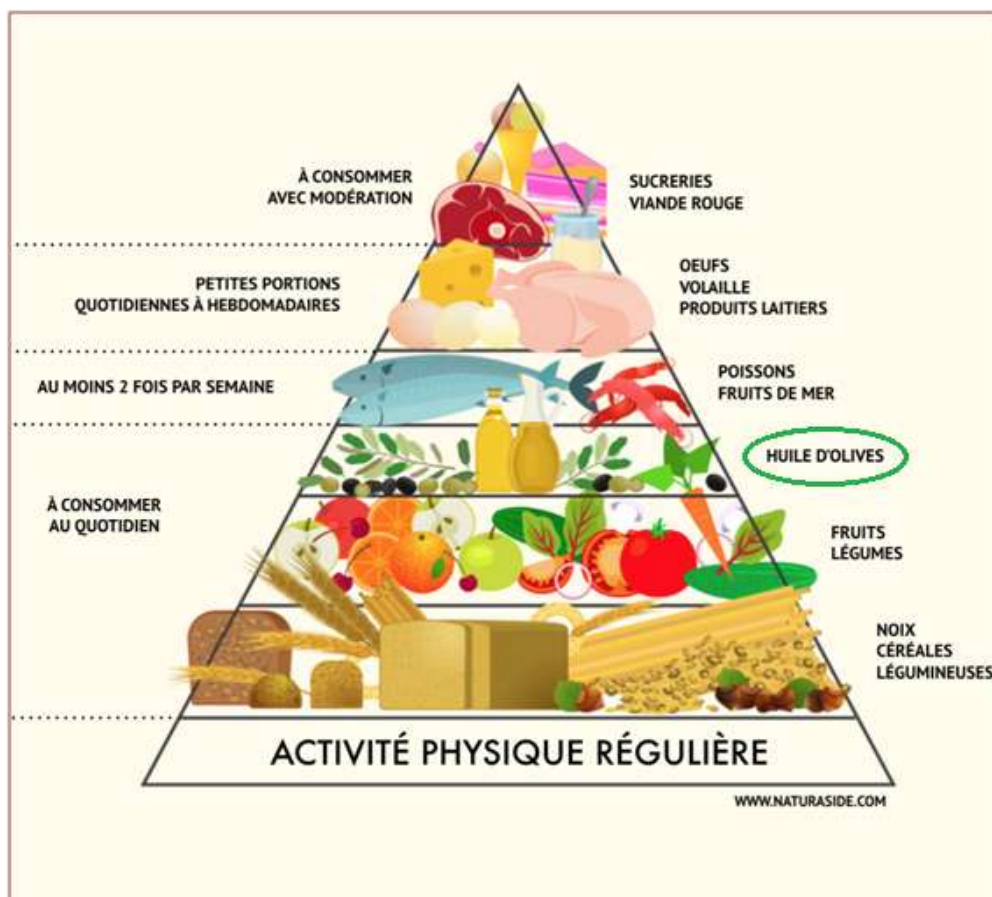
Échantillonnage

Méthodes ISO 661: 1989 et ISO 5555: 2001

ANNEXES

ANNEXE XII :

Figure : La pyramide du régime méditerranéen.



ANNEXE XIII :

Les autres effets de l'huile d'olive :

Huile d'olive et fonction immunitaire :

Des études sur les animaux ont dégagé l'idée que l'huile d'olive, riche en acide oléique, est capable de moduler les fonctions de cellules du système immunitaire. En effet, les cellules du système immunitaire ont une part importante dans les phénomènes inflammatoires impliqués dans l'athérosclérose.

Plusieurs études ont démontré, *in vivo*, les effets suppresseurs de régimes à base d'acide oléique sur la réponse immunitaire. Il y a des données comme quoi les effets de l'huile d'olive

ANNEXES

sur la fonction immunitaire dans les études sur les animaux, sont dus à l'acide oléique plus qu'aux antioxydants, bien que ces données ne soient pas concluantes.

A la différence des études sur les animaux, la consommation d'AGMI chez les humains en bonne santé ne semble pas révéler un effet supprimeur sur les fonctions des cellules immunitaires. Ce manque d'effet des AGMI chez les humains est susceptible d'être lié au fait que les quantités d'AGMI utilisées chez les animaux sont beaucoup plus élevées, et ceci à des taux non réalistes dans les études humaines. En conclusion, les AGMI ont un potentiel pour moduler la réponse immunitaire, mais les effets chez les humains sont moindres par rapport à ceux observés chez les animaux et ces données nécessitent de plus amples investigations.

L'huile d'olive et l'obésité :

L'obésité est un facteur de risque cardiovasculaire par ses effets délétères sur le profil lipidique et la pression artérielle, et son association au DNID. C'est une maladie multifactorielle. Parmi les facteurs, on retrouve le style de vie, l'environnement et la génétique.

La plupart du temps, les études ont démontré que ce n'est pas l'apport calorique excessif qui est en jeu, mais c'est la part trop importante des graisses. Cependant, dans une étude présentée au congrès d'Edimbourg, le Pr McManus a comparé un régime de type méditerranéen (plus gras et plus riche en graisses insaturées) à un régime hypolipidique classique pour la perte de poids chez 110 personnes en excès pondéral. A la fin de l'étude, la perte de poids était significativement plus importante dans le groupe à régime riche en graisses insaturées (35 % des apports énergétiques) que dans le groupe à alimentation pauvre en graisses (20 % des apports).

Le Pr Carmena, dans une autre étude a montré que des sujets obèses ont obtenu une perte de poids stable sous régime de type méditerranéen. Ces données peuvent sembler paradoxales, puisque l'huile d'olive, composant principal du régime méditerranéen, a un fort pouvoir énergétique comme toutes les graisses (9 Kcal/g). Cependant, dans ces régimes, la quantité d'huile d'olive consommée est raisonnable et ce type de régime apporte une grande variété d'aliments avec des qualités gustatives. De plus, l'huile d'olive consommée apporte ses effets lipidiques favorables : diminution des LDL et augmentation des HDL alors qu'une des

ANNEXES

principales conséquences de l'obésité est une augmentation des VLDL et LDL et une diminution des HDL.

L'Huile d'olive et grossesse :

L'huile d'olive joue un rôle fondamental pour le fœtus au cours de la période de gestation.

Selon les informations dont on dispose, les enfants de mères ayant consommé de l'huile d'olive au cours de leur grossesse ont un meilleur développement postnatal, en ce qui concerne la taille, le poids, le comportement et l'acquisition de réflexes psychomoteurs.

La vitamine E est nécessaire à la croissance du fœtus mais également du nouveau-né qui, au moment du premier contact avec l'oxygène, est obligé de lutter contre le stress oxydatif provoqué par cette nouvelle situation. Pour cela, il a besoin de réserves de vitamine E, substance qui ne se trouve pas en quantités abondantes dans l'huile d'olive mais qui est maintenue dans un état de concentration adéquat grâce à la résistance de l'huile à l'oxydation.

Ainsi, la quantité et la qualité du régime alimentaire suivi au cours de la grossesse jouent un rôle essentiel dans les adaptations métaboliques qui interviennent chez la mère et dans sa relation fonctionnelle avec le fœtus.

L'huile d'olive et l'allaitement :

La vitamine E qui est présente dans le sang de la femme enceinte se concentre au cours de l'accouchement dans la glande mammaire, ce qui permet à la mère de continuer à apporter cette vitamine à son bébé pendant l'allaitement. Le maintien des niveaux de cette vitamine au cours de l'allaitement est fondamental.

De même, l'emploi de l'huile d'olive est recommandé chez les prématurés et les nouveau-nés souffrant d'insuffisance biliaire ou pancréatique, en raison de son effet favorable sur le système hépatobiliaire.

L'huile d'olive fournit non seulement une quantité d'acides gras essentiels suffisante pour le développement du nouveau-né mais également un rapport acide linoléique/acide linolénique (les deux acides gras essentiels) similaire à celui du lait maternel.

ANNEXES

Outre la preuve de son efficacité dans la prévention de l'hypercholestérolémie et de l'athérosclérose, processus qui peut commencer dès l'enfance, l'acide oléique semble exercer une action positive sur la croissance au cours de cette période, dans la minéralisation et le développement des os.

ANNEXE XV:

Préparation des solutions utilisées selon la pharmacopée :

Solution d'empois d'amidon :

Empois d'amidon : 1g

Eau distillée : qsp 100ml

Mode opératoire :

- Dans une fiole jaugée de 100ml, introduire :
 - L'amidon 1g.
 - L'eau distillée 100ml.
- Insérer le barreau magnétique, et placer sur l'agitateur magnétique.
- Chauffer jusqu'à ébullition (~ 98°C) et jusqu'à dissolution complète de l'amidon (la solution devient transparente à la dissolution complète).
- Laisser refroidir à température ambiante.

Solution de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) à 0,01N (0,01 mol/L) :

Thiosulfate de sodium : 2,48g

Eau distillée : qsp 1l

Mode opératoire :

- Dans la fiole jaugée (1l), introduire :
 - Le thiosulfate de sodium pentahydraté (avec une masse =2,48g).
 - Mettre au volume avec de l'eau distillée.
 - Fermer la fiole jaugée avec son bouchon puis secouer légèrement jusqu'à dissolution complète du thiosulfate de sodium.
- Noter la concentration de la solution sur la fiole.

Solution d'iodure de potassium saturé à 50% :

Iodure de potassium 50g

Eau distillée: qsp 100ml

ANNEXES

Mode opératoire :

- Peser 50g d'iodure de potassium.
- Introduire l'iodure de potassium dans la fiole jaugée de 100ml.
- Remplir la fiole aux trois quarts avec de l'eau distillée. Après l'avoir bouchée, agiter cette fiole jusqu'à dissolution.
- Ajouter de l'eau distillée pour terminer au niveau du trait de jauge.
- Reboucher la fiole et retourner la plusieurs fois pour bien homogénéiser la solution
- Noter la concentration de la solution sur la fiole.

Solution de potasse alcoolique (0,5 mol /l) :

Potasse 3g

Alcool 60° qsp 100ml

Mode opératoire :

- Peser précisément 3g de potasse
- Introduire la potasse dans la fiole jaugée de 100ml.
- Remplir la fiole aux $\frac{3}{4}$ avec l'alcool 60°. Après l'avoir bouchée, agiter bien jusqu'à la dissolution complète.
- Ajouter l'alcool 60° jusqu'à le trait de jauge.
- Reboucher la fiole jaugée et retourner la pour bien homogénéiser la solution.

Préparation d'une solution d'acide chlorhydrique (0,5 mol/l) par dilution d'une solution commerciale :

- Verser la solution à diluer dans un bécher ; à l'aide d'une pipette graduée de 10ml munie d'une poire, prélever 8,5 ml de solution.
- La solution prélevée est introduite dans une fiole jaugée de 200ml contenant déjà environ 100ml d'eau distillée, afin de modérer l'élévation de température accompagnant la dilution et de limiter les éventuelles projections.
- Remplir la fiole jaugée aux trois quarts avec de l'eau distillée et, après l'avoir bouchée, l'agiter pour bien mélanger la solution.
- En fois la dilution terminée, il faut ajouter de l'eau distillée à la pissette dans premier temps puis à la pipette simple pour terminer au niveau du trait de jauge.
- Reboucher ensuite la fiole jaugée et la retourner plusieurs fois pour bien homogénéiser la solution.

ANNEXES

ANNEXE XVI:

La feuille de profil sensoriel

➤ Numéro de l'échantillon : **E1**

- Couleur :
- Aspect :
- Odeur :
- Saveur :
- Gout :

Autres :

➤ Numéro de l'échantillon : **E2**

- Couleur :
- Aspect :
- Odeur :
- Saveur :
- Gout :

Autres :

➤ Numéro de l'échantillon : **E3**

- Couleur :
- Aspect :
- Odeur :
- Saveur :
- Gout :

Autres :

➤ Numéro de l'échantillon : **E4**

- Couleur :
- Aspect :
- Odeur :
- Saveur :
- Gout :

ANNEXES

Autres :

➤ Numéro de l'échantillon : **E5**

- Couleur :
- Aspect :
- Odeur :
- Saveur :
- Gout :

Autres :

➤ Numéro de l'échantillon : **E6**

- Couleur :
- Aspect :
- Odeur :
- Saveur :
- Gout :

Autres :

➤ Numéro de l'échantillon : **E7**

- Couleur :
- Aspect :
- Odeur :
- Saveur :
- Gout :

Autres :

ANNEXES

ANNEXE XIV :

Fiche de renseignement

Identification de l'échantillon :

- ♦ Echantillon : Huile d'olive
- ♦ Origine : Duguesan
- ♦ Année de récolte : 2018/2019
- ♦ Numéro de l'échantillon : E6

Caractéristique physico-chimique :

- Chimique :
 - L'indice d'acide : 5,6 (mg/g huile) L'acidité : 2,5 %
 - L'indice de peroxyde : 27 (mg/kg huile)
 - L'indice de saponification : 153 (mg/kg huile)
- Physique :
 - L'absorbance dans l'ultra-violet : $K_{232} = 0,25$ $K_{233} = 0,24$ $K_{234} = 0,1$ $K_{235} = 0,20$
 - L'indice de réfraction : 1,4626
 - Densité relative (d_4^{20}) : 0,918
 - Teneur en chlorophylles et caroténoïdes :
 - Chlorophylles : 4,135 ppm
 - caroténoïdes : 0,312 ppm
 - Potentiel d'hydrogène :

Caractéristique organoleptique :

- Aspect : viscosité moyenne
- Couleur : Jaune clair
- Odeur : Agreste
- Saveur ou goût : fruité

Résultat et Classification :

Selon les normes établies par le conseil oléique international :

Huile d'olive vierge courante

Fiche de renseignement

Identification de l'échantillon :

- ♦ Echantillon : Huile d'olive
- ♦ Origine : BEN DOUALA
- ♦ Année de récolte : 2017/2018
- ♦ Numéro de l'échantillon : E2

Caractéristique physico-chimique :

- Chimique :
 - L'indice d'acide : 3,36 (mg/kg huile) L'acidité : 1,6 %
 - L'indice de peroxyde : 3,15 (mg/kg huile)
 - L'indice de saponification : 196 (mg/kg huile)
- Physique :
 - L'absorbance dans l'ultra-violet : $K_{232} = 0,48$ $K_{233} = 0,26$ $K_{234} = 0,28$ $K_{235} = 0,24$
 - L'indice de réfraction : 1,4637
 - Densité relative (d_4^{20}) : 0,912
 - Teneur en chlorophylles et caroténoïdes :
 - Chlorophylles : 2,548 ppm
 - caroténoïdes : 1,225 ppm
 - Potentiel d'hydrogène :

Caractéristique organoleptique :

- Aspect : viscosité faible
- Couleur : Jaune clair
- Odeur : Agreste
- Saveur ou goût : Bonne fruité

Résultat et Classification :

Selon les normes établies par le conseil oléique international :

Huile d'olive vierge

ANNEXES

Fiche de renseignement

Identification de l'échantillon :

- ♦ Echantillon : Huile d'olive
- ♦ Origine : MEKLA
- ♦ Année de récolte : 2019/2019
- ♦ Numéro de l'échantillon : E1

Caractéristique physico-chimique :

• Chimique :

- L'indice d'acide : 21 (mg/g huile) L'acidité : 16,7%
- L'indice de peroxyde : 17 (mg/kg huile)
- L'indice de saponification : 190 (mg/kg huile)

• Physique :

- L'absorbance dans l'ultra-violet : $K_{232} = 2,33$ $K_{232} = 2,68$ $K_{232} = 2,68$ $K_{232} = 2,68$
- L'indice de réfraction : 1,4639
- Densité relative (d) : 0,919
- Teneur en chlorophylles et caroténoïdes :
Chlorophylles : 6,623 ppm caroténoïdes : 8,750 ppm
- Potentiel d'hydrogène :

Caractéristique organoleptique :

- Aspect : Prisme d'un séminant Couleur : Jaune foncé
- Odeur : Disagréable - Saveur ou goût : Triste - Acide

Résultat et Classification :

Selon les normes établies par le conseil oléique international :

Huile d'olive vierge lampante

Fiche de renseignement

Identification de l'échantillon :

- ♦ Echantillon : Huile d'olive
- ♦ Origine : Liban - North Jericho
- ♦ Année de récolte : 2019/2019
- ♦ Numéro de l'échantillon : E5

Caractéristique physico-chimique :

• Chimique :

- L'indice d'acide : 5,04 (mg/g huile) L'acidité : 2,5%
- L'indice de peroxyde : 13 (mg/kg huile)
- L'indice de saponification : 196 (mg/kg huile)

• Physique :

- L'absorbance dans l'ultra-violet : $K_{232} = 2,26$ $K_{232} = 2,26$ $K_{232} = 2,26$ $K_{232} = 2,26$
- L'indice de réfraction : 1,4631
- Densité relative (d) : 0,919
- Teneur en chlorophylles et caroténoïdes :
Chlorophylles : 2,824 ppm caroténoïdes : 1,245 ppm
- Potentiel d'hydrogène :

Caractéristique organoleptique :

- Aspect : Visuel moyen Couleur : Jaune foncé
- Odeur : Agrochimique - Saveur ou goût : Triste - Humide

Résultat et Classification :

Selon les normes établies par le conseil oléique international :

Huile d'olive vierge extra

ANNEXES

Fiche de renseignement

Identification de l'échantillon :

- ♦ Echantillon : Huile d'olive
- ♦ Origine : Aghaba
- ♦ Année de récolte : 2017 / 2018
- ♦ Numéro de l'échantillon : E4

Caractéristique physico-chimique :

• Chimique :

- L'indice d'acide : 16 (mg/g huile) L'acidité : 0,19%
- L'indice de peroxyde : 32 (mg O₂/kg huile)
- L'indice de saponification : 196 (mg NaOH/g huile)

• Physique :

- L'absorbance dans l'ultra-violet : $K_{232} = 0,29$ $K_{232} = 0,12$ $K_{232} = 0,17$ $K_{232} = 0,13$
- L'indice de réfraction : 1,466
- Densité relative (d) : 0,923
- Teneur en chlorophylles et caroténoïdes :
Chlorophylles : 2,46% caroténoïdes : 1,42%
- Potentiel d'hydrogène :

Caractéristique organoleptique :

- Aspect : viscosité moyenne - Couleur : jaune clair
- Odeur : agréable - Saveur ou goût : bonne huile

Résultat et Classification :

Selon les normes établies par le conseil oléique international :

Huile d'olive extra vierge

Fiche de renseignement

Identification de l'échantillon :

- ♦ Echantillon : Huile d'olive
- ♦ Origine : Tizi Ghenni
- ♦ Année de récolte : 2018 / 2019
- ♦ Numéro de l'échantillon : 57

Caractéristique physico-chimique :

• Chimique :

- L'indice d'acide : 15,71 (mg/g huile) L'acidité : 0,173%
- L'indice de peroxyde : 33 (mg O₂/kg huile)
- L'indice de saponification : 194 (mg NaOH/g huile)

• Physique :

- L'absorbance dans l'ultra-violet : $K_{232} = 0,29$ $K_{232} = 0,29$ $K_{232} = 0,26$ $K_{232} = 0,28$
- L'indice de réfraction : 1,4678
- Densité relative (d) : 0,916
- Teneur en chlorophylles et caroténoïdes :
Chlorophylles : 4,76% caroténoïdes : 4,73%
- Potentiel d'hydrogène :

Caractéristique organoleptique :

- Aspect : viscosité forte - Couleur : jaune au vert
- Odeur : désagréable - Saveur ou goût : mauvais, amer

Résultat et Classification :

Selon les normes établies par le conseil oléique international :

Huile d'olive vierge lampante

ANNEXES

Fiche de renseignement

Identification de l'échantillon :

- ❖ Échantillon : Huile d'olive...
- ❖ Origine : ...ILOULA.....
- ❖ Année de récolte : 2018..12019.....
- ❖ Numéro de l'échantillon : ..E.3.....

Caractéristique physico-chimique :

• Chimique :

- L'indice d'acide : 7,8.(mg.kg huile) L'acidité : ...3,9%....
- L'indice de peroxyde : ...22.(mg.kg huile)
- L'indice de saponification : ...193.(mg.kg huile)

• Physique :

- L'absorbance dans l'ultra-violet : $K_{232} = 2,43$, $K_{270} = 0,22$, $K_{274} = 0,21$, $K_{266} = 0,23$
- L'indice de réfraction : 1,4682
- Densité relative (d) : ...0,916.
- Teneur en chlorophylles et caroténoïdes :
Chlorophylles: 2,691.. caroténoïdes : ...1,740
- Potentiel d'hydrogène :

Caractéristique organoleptique :

- Aspect : viscosité moyenne
- Couleur : ...Jaune foncé.....
- Odeur : ..acceptable....
- Saveur ou goût : ...Bon...sucré....

Résultat et Classification :

Selon les normes établies par le conseil oléique international :

.....Huile d'olive vierge Lampante.....

ANNEXES

ANNEXE XVII :

Qu'est-ce que la spectroscopie ?

La spectroscopie est une technique physique, permettant l'analyse de la matière grâce à ses interactions avec des radiations électromagnétiques.

2- Spectroscopie UV-Visible

2.1- Spectre d'absorption

Lorsque les radiations électromagnétiques rencontrent la matière, on observe une interaction entre matière et onde électromagnétique.

On parle de spectroscopie UV-visible, lorsque ces interactions sont observées dans le domaine UV-Visible (UV: 200 à 400nm et Visible 400 à 800nm),

Un spectrophotomètre permet de visualiser ces bandes d'absorptions.

On trace ainsi des spectres de transmission, ou bien d'absorption.

Le spectre de transmission renseigne sur tout ce qui n'a pas été absorbé. Le spectre d'absorption se déduit directement du spectre de transmission. Il renseigne sur toutes les radiations absorbées. C'est généralement, en chimie, sur ce spectre que l'on travaille.

Ex: spectrophotomètre

2.2- La loi de Beer-Lambert

Pour des espèces chimiques en solution aqueuse, la couleur de celle-ci est souvent due à la présence d'ions en solution. Les ligands qui entourent ces ions sont responsables de la couleur de

la solution. Exemple : solution de sulfate de cuivre avec de l'eau distillée, puis avec de l'eau salée.

La loi de Beer-Lambert permet de relier absorbance et concentration en espèce colorée, pour

ANNEXES

des solutions faiblement concentrées.

$A(\lambda) = \epsilon \lambda \times l \times c$ A est l'absorbance sans unité

$\epsilon \lambda$ est le coefficient d'absorption molaire en $L \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$

.

l : longueur de la cuve, en général, en cm

c : concentration en mol/L

2.3- Couleur perçue et longueur d'onde maximale

Une espèce chimique est caractérisée en spectroscopie UV-visible par la longueur d'onde (max) du maximum d'absorption et par la valeur du coefficient d'extinction molaire ϵ (λ_{max}) Correspondante.

La longueur d'onde du maximum d'absorbance donne une idée de la couleur à l'aide du cercle chromatique et des couleurs complémentaires.

ANNEXE XVIII :

L'automatisation du contrôle qualité de l'huile d'olive :

OxiTester permet d'effectuer rapidement des contrôles de la qualité dans toutes les phases de la filière de production de l'huile d'olive, en permettant d'évaluer les paramètres dans les fruits, les pâtes et directement dans l'huile.

C'est un analyseur de technologie photométrique, il permet d'analyser : Acidité, Peroxydes, Polyphénols, Indice de stabilité et K270.

Oxitester permet de contrôler la qualité de l'huile d'olive d'une manière plus rapide(en quelques minutes), simple et fiable. Il est, par conséquent, caractérisé par une forte sensibilité et une excellente résolution, précision et répétabilité de la mesure.

ANNEXE XIX :

La place de l'huile d'olive dans la pharmacopée.

01/2008:1456

OLIVE (HUILE D') RAFFINÉE

Olivae oleum raffinatum

DÉFINITION

L'huile d'olive raffinée est l'huile grasse obtenue par raffinage de l'huile d'olive brute préparée à partir des drupes mûres d'*Olea europaea* L., par pression à froid ou par tout autre moyen mécanique approprié. Un antioxydant approprié peut être ajouté.

CARACTÈRES

Liquide limpide, transparent, incolore ou jaune-vert, pratiquement insoluble dans l'éthanol à 96 pour cent, miscible à l'éther de pétrole (50-70 °C).

Refroidie, l'huile d'olive raffinée devient trouble à 10 °C et se solidifie en masse butyreuse vers 0 °C. La densité est voisine de 0,913.

IDENTIFICATION

- A. L'huile d'olive raffinée satisfait à l'essai de l'indice d'acide (voir Essai).
- B. Effectuez l'identification des huiles grasses par chromatographie sur couche mince (2.3.2). Le chromatogramme obtenu présente des taches correspondant à celles du chromatogramme type de l'huile d'olive (voir figure 2.3.2-1). Pour certaines huiles d'olive raffinées, la différence entre la taille des taches E et F est moins prononcée que dans le chromatogramme type.

ESSAI

Indice d'acide (2.5.1) : au maximum 0,3, déterminé sur 10,0 g d'huile d'olive raffinée.

Indice de peroxyde (2.5.5, Procédé A) : au maximum 10,0 ; si l'huile d'olive raffinée est destinée à la préparation de formes pharmaceutiques administrées par voie parentérale : au maximum 5,0.

Insaponifiable. Dans un ballon de 150 ml muni d'un réfrigérant à reflux, introduisez 5,0 g (*m* g) d'huile d'olive raffinée. Ajoutez 50 ml de solution alcoolique d'hydroxyde de potassium 2 *M* *R* et chauffez au bain-marie pendant 1 h, en agitant fréquemment. Ajoutez par le haut du réfrigérant 50 ml d'eau *R* et agitez. Laissez refroidir, transvasez le contenu du ballon dans une ampoule à décantation et lavez à plusieurs reprises le ballon avec de l'éther de pétrole *R1* jusqu'à un volume total de 50 ml. Ajoutez les liquides de lavage dans l'ampoule à décantation. Agitez énergiquement pendant 1 min. Laissez reposer et transvasez la couche aqueuse dans une deuxième ampoule à décantation. S'il se forme une émulsion, ajoutez de petits volumes d'éthanol à 96 pour cent *R* ou de solution concentrée d'hydroxyde de potassium *R*. Agitez la couche aqueuse avec 2 fois 50 ml d'éther de pétrole *R1*. Réunissez les solutions d'éther de pétrole dans une troisième ampoule à décantation et lavez avec 3 fois 50 ml d'éthanol à 50 pour cent *V/V* *R*. Dans un ballon taré de 250 ml, transvasez l'éther de pétrole. Lavez l'ampoule à décantation avec de petits volumes d'éther de pétrole *R1* et ajoutez les liquides de lavage dans le ballon taré. Evaporez l'éther de pétrole au bain-marie et desséchez le résidu à 100-105 °C pendant 15 min, en plaçant le ballon en position horizontale. Laissez refroidir dans un dessiccateur et pesez (*a* g). Répétez la dessiccation par périodes successives de 15 min, jusqu'à ce que la différence de masse entre 2 pesées successives ne dépasse pas 0,1 pour cent. Dissolvez le résidu dans 20 ml d'éthanol à 96 pour

cent *R*, neutralisé au préalable en présence de 0,1 ml de solution de bleu de bromophénol *R* et titrez, si nécessaire, par l'acide chlorhydrique 0,1 *M* (*b* ml).

Calculez la teneur pour cent de l'insaponifiable à l'aide de l'expression suivante :

$$\frac{100(a - 0,032b)}{m}$$

Si la valeur de 0,032*b* est supérieure à 5 pour cent de la valeur de *a*, l'essai n'est pas valable et doit être répété.

L'insaponifiable n'est pas supérieur à 1,5 pour cent.

Impuretés à réaction alcaline (2.4.19). L'huile d'olive raffinée satisfait à l'essai des impuretés à réaction alcaline.

Absorbance spécifique (2.2.25) : au maximum 1,20, déterminée à 270 nm.

Dissolvez 1,00 g d'huile d'olive raffinée dans du cyclohexane *R* et complétez à 100,0 ml avec le même solvant.

Composition en acides gras (2.4.22, Procédé A). Le mélange des acides gras constitutifs de l'huile d'olive raffinée est composé de :

- acides gras saturés de longueur de chaîne inférieure à *C*₁₆ : au maximum 0,1 pour cent,
- acide palmitique : 7,5 pour cent à 20,0 pour cent,
- acide palmitoléique (longueur de chaîne équivalente sur l'adipate de polyéthylène glycol 16,3) : au maximum 3,5 pour cent,
- acide stéarique : 0,5 pour cent à 5,0 pour cent,
- acide oléique (longueur de chaîne équivalente sur l'adipate de polyéthylène glycol 18,3) : 56,0 pour cent à 85,0 pour cent,
- acide linoléique (longueur de chaîne équivalente sur l'adipate de polyéthylène glycol 18,9) : 3,5 pour cent à 20,0 pour cent,
- acide linoléique (longueur de chaîne équivalente sur l'adipate de polyéthylène glycol 19,7) : au maximum 1,2 pour cent,
- acide arachidique : au maximum 0,7 pour cent,
- acide éicosénoïque (longueur de chaîne équivalente sur l'adipate de polyéthylène glycol 20,3) : au maximum 0,4 pour cent,
- acide béhénique : au maximum 0,2 pour cent,
- acide lignocérique : au maximum 0,2 pour cent.

Stérols (2.4.23). La fraction stérolique de l'huile d'olive raffinée contient :

- somme des teneurs en β-sitostérol, Δ5,23-stigmastadiénol, clérosterol, sitostanol, Δ5-avénastérol et Δ5,24-stigmastadiénol : au minimum 93,0 pour cent,
- cholestérol : au maximum 0,5 pour cent,
- Δ7-stigmastérol : au maximum 0,5 pour cent,
- campesterol : au maximum 4,0 pour cent,

la teneur en stigmastérol n'étant pas supérieure à la teneur en campesterol.

Huile de sésame. Dans une éprouvette de verre à bouchon rodé, agitez 10 ml d'huile d'olive raffinée pendant 1 min environ avec un mélange de 0,5 ml d'une solution de furfural *R* à 0,35 pour cent *V/V* dans l'anhydride acétique *R* et de 4,5 ml d'anhydride acétique *R*. Filtrez sur un filtre en papier imprégné d'anhydride acétique *R*. Au filtrat, ajoutez 0,2 ml d'acide sulfurique *R*. Il ne se développe pas de coloration vert-bleu.

Eau (2.5.32). L'huile d'olive raffinée destinée à la préparation de formes pharmaceutiques administrées par voie parentérale satisfait également à l'essai de teneur en eau.

Déterminée sur 5,0 g d'huile d'olive raffinée par la méthode coulométrique, la teneur en eau n'est pas supérieure à 0,1 pour cent. Utilisez comme solvant un mélange à volumes égaux de *décanol R* et de *méthanol anhydre R*.

CONSERVATION

En récipient bien rempli, à l'abri de la lumière et à une température ne dépassant pas 25 °C. L'huile d'olive raffinée destinée à la préparation de formes pharmaceutiques administrées par voie parentérale est conservée sous gaz inerte.

ÉTIQUETAGE

L'étiquette indique :

- dans les cas appropriés, que la substance convient à la préparation de formes pharmaceutiques administrées par voie parentérale,
- le nom du gaz inerte utilisé.

01/2008:0518

OLIVE (HUILE D') VIERGE

Olivae oleum virginale

DÉFINITION

L'huile d'olive vierge est l'huile grasse obtenue à partir des drupes mûres d'*Olea europaea L.*, par pression à froid ou par tout autre moyen mécanique approprié.

CARACTÈRES

Liquide limpide, transparent, jaune ou jaune-vert, d'odeur caractéristique, pratiquement insoluble dans l'alcool, miscible à l'éther de pétrole (50-70 °C).

Refroidie, l'huile d'olive vierge devient trouble à 10 °C et se solidifie en masse butyreuse vers 0 °C. La densité de l'huile d'olive vierge est voisine de 0,913.

IDENTIFICATION

Effectuez l'identification des huiles grasses par chromatographie sur couche mince (2.3.2). Le chromatogramme obtenu présente des taches correspondant à celles du chromatogramme type de l'huile d'olive (voir figure 2.3.2-1). Pour certaines huiles d'olive, la différence entre la taille des taches E et F est moins prononcée que dans le chromatogramme type.

ESSAI

Indice d'acide (2.5.1). Déterminé sur 5,0 g d'huile d'olive vierge, l'indice d'acide n'est pas supérieur à 2,0.

Indice de peroxyde (2.5.5, Procédé A) : au maximum 20,0.

Insaponifiable. Dans un ballon de 150 ml muni d'un réfrigérant à reflux, introduisez 5,0 g (*m* g) d'huile d'olive vierge. Ajoutez 50 ml de *solution alcoolique d'hydroxyde de potassium 2 M R* et chauffez au bain-marie pendant 1 h, en agitant fréquemment. Ajoutez par le haut du réfrigérant 50 ml d'*eau R* et agitez. Laissez refroidir, transvasez le contenu du ballon dans une ampoule à décantation et lavez à plusieurs reprises le ballon avec de l'*ether de pétrole R1* jusqu'à un volume total de 50 ml. Ajoutez les liquides de lavage dans l'ampoule à décantation. Agitez énergiquement pendant 1 min. Laissez reposer et transvasez la couche aqueuse dans une deuxième ampoule à décantation. S'il se forme une émulsion, ajoutez de petits volumes d'*alcool R* ou d'une solution concentrée d'*hydroxyde de potassium R*.

Agitez la couche aqueuse avec 2 fois 50 ml d'*ether de pétrole R1*. Réunissez les solutions d'*ether de pétrole* dans une troisième ampoule à décantation et lavez avec 3 fois 50 ml d'*alcool à 50 pour cent V/V R*. Transvasez l'*ether de pétrole* dans un ballon taré de 250 ml. Lavez l'ampoule à décantation avec de petits volumes d'*ether de pétrole R1* et ajoutez les liquides de lavage dans le ballon taré. Evaporez l'*ether de pétrole* au bain-marie et desséchez le résidu à 100-105 °C pendant 15 min, en plaçant le ballon en position horizontale. Laissez refroidir dans un dessiccateur et pesez (*a* g). Répétez la dessiccation par périodes successives de 15 min, jusqu'à ce que la différence de masse entre 2 pesées successives ne dépasse pas 0,1 pour cent. Dissolvez le résidu dans 20 ml d'*alcool R*, neutralisé au préalable en présence de 0,1 ml de *solution de bleu de bromophénol R* et titrez, si nécessaire, par l'*acide chlorhydrique 0,1 M* (*b* ml).

Calculez la teneur pour cent de l'insaponifiable à l'aide de l'expression :

$$\frac{100(a - 0,032b)}{m}$$

Si la valeur de 0,032*b* est supérieure à 5 pour cent de la valeur de *a*, l'essai n'est pas valable et doit être répété.

L'insaponifiable n'est pas supérieur à 1,5 pour cent.

Absorbance (2.2.25). Dissolvez 1,00 g d'huile d'olive vierge dans du *cyclohexane R* et complétez à 100,0 ml avec le même solvant. Déterminée à 270 nm, l'absorbance n'est pas supérieure à 0,20. Le rapport entre l'absorbance à 232 nm et l'absorbance à 270 nm est supérieur à 8.

Composition en acides gras (2.4.22, Procédé A). Le mélange des acides gras constitutifs de l'huile d'olive vierge est composé de :

- *acides gras saturés de longueur de chaîne inférieure à C₁₆* : au maximum 0,1 pour cent,
- *acide palmitique* : 7,5 pour cent à 20,0 pour cent,
- *acide palmitoléique* (longueur de chaîne équivalente sur l'adipate de polyéthylène glycol 16,3) : au maximum 3,5 pour cent,
- *acide stéarique* : 0,5 pour cent à 5,0 pour cent,
- *acide oléique* (longueur de chaîne équivalente sur l'adipate de polyéthylène glycol 18,3) : 56,0 pour cent à 85,0 pour cent,
- *acide linoléique* (longueur de chaîne équivalente sur l'adipate de polyéthylène glycol 18,9) : 3,5 pour cent à 20,0 pour cent,
- *acide linoléique* (longueur de chaîne équivalente sur l'adipate de polyéthylène glycol 19,7) : au maximum 1,2 pour cent,
- *acide arachidique* : au maximum 0,7 pour cent,
- *acide éicosénoïque* (longueur de chaîne équivalente sur l'adipate de polyéthylène glycol 20,3) : au maximum 0,4 pour cent,
- *acide béhénique* : au maximum 0,2 pour cent,
- *acide lignocérique* : au maximum 0,2 pour cent.

Stérols (2.4.23). La fraction stérolique de l'huile d'olive vierge contient :

- *somme des teneurs en β-sitostérol, Δ5,23-stigmastadiénol, clérostérol, sitostanol, Δ5-avénastérol et Δ5,24-stigmastadiénol* : au minimum 93,0 pour cent,
 - *cholestérol* : au maximum 0,5 pour cent,
 - *Δ7-stigmastérol* : au maximum 0,5 pour cent,
 - *campestérol* : au maximum 4,0 pour cent,
- la teneur en stigmastérol n'étant pas supérieure à la teneur en campestérol.

Huile de sésame. Dans une éprouvette de verre à bouchon rodé, agitez 10 ml d'huile d'olive vierge pendant 1 min environ avec un mélange de 0,5 ml d'une solution de *furfural R* à 0,35 pour cent V/V dans l'*anhydride acétique R* et de 4,5 ml d'*anhydride acétique R*. Filtrez sur un filtre en papier imprégné d'*anhydride acétique R*. Au filtrat, ajoutez 0,2 ml d'*acide sulfurique R*. Il ne se développe pas de coloration vert-bleu.

CONSERVATION

En récipient bien rempli, à l'abri de la lumière et à une température ne dépassant pas 25 °C.

01/2008:1878
corrigé 6.0

OLIVIER (FEUILLE D')

Oleae folium

DÉFINITION

Feuille séchée d'*Olea europaea L.*

Teneur : au minimum 5,0 pour cent d'oleuropéine ($C_{25}H_{32}O_{13}$; M_r 540,5) (drogue desséchée).

IDENTIFICATION

A. La feuille est simple, épaisse et coriace, lancéolée à obovale, d'une longueur de 30-50 mm et d'une largeur de 10-15 mm ; elle possède un apex mucroné et se rétrécit à la base en un court pétiole ; les bords sont entiers et réfléchis sur la face abaxiale. La face supérieure est de couleur vert-gris, lisse et luisante ; la face inférieure est plus claire et pubescente, surtout le long de la nervure médiane et des principales nervures latérales.

B. Réduisez la feuille d'olivier en poudre (355) (2.9.12). La poudre est vert-jaune. Examinez au microscope en utilisant de la solution d'*hydrate de chloral R*. La poudre présente les éléments suivants : des fragments d'épiderme vus de face, à petites cellules polygonales à paroi épaisse et, sur l'épiderme inférieur uniquement, à petits stomates anomocytiques (2.8.3) ; des fragments de limbe vus en coupe présentant une cuticule épaisse, 3 assises de cellules palissadiques et un parenchyme lacuneux à petites cellules ; de nombreuses sclérites à paroi très épaisse et pour la plupart semblables à des fibres se terminant en pointe émoussée ou parfois fourchée, isolées ou associées au parenchyme du mésophylle ; de nombreux poils peltés en écusson, de très grande taille, formés d'un pédicelle unicellulaire central à partir duquel rayonnent environ 10 à 30 cellules à paroi mince qui se séparent des cellules adjacentes sur les bords de l'écusson, lui donnant ainsi un aspect dentelé irrégulier.

C. Chromatographie sur couche mince (2.2.27).

Solution à examiner. A 1,0 g de feuille d'olivier pulvérisée (355) (2.9.12), ajoutez 10 ml de *méthanol R*. Chauffez à reflux pendant 15 min. Refroidissez et filtrez.

Solution témoin. Dissolvez 10 mg d'oleuropéine *R* et 1 mg de rutine *R* dans 1 ml de *méthanol R*.

Plaque : plaque au gel de silice pour CCM *R*.

Phase mobile : eau *R*, méthanol *R*, chlorure de méthylène *R* (1,5:15:85 V/V/V).

Dépôt : 10 µl, en bandes.

Développement : sur un parcours de 10 cm.

Séchage : à l'air.

Détection : pulvérisez du réactif à la vanilline *R* et chauffez à 100-105 °C pendant 5 min ; examinez à la lumière du jour.

Résultats : voir ci-après la séquence des bandes présentes dans les chromatogrammes obtenus avec la solution témoin et la solution à examiner. Par ailleurs, d'autres bandes de faible intensité peuvent être présentes dans le chromatogramme obtenu avec la solution à examiner.

Haut de la plaque	
	Une bande bleu-violet foncé (front du solvant)
	Une bande bleu-violet foncé
Oleuropéine : une bande vert-brun	Une bande vert-brun (oleuropéine)
Rutine : une bande jaune-brun	
Solution témoin	Solution à examiner

ESSAI

Perte à la dessiccation (2.2.32) : au maximum 10,0 pour cent, déterminé à l'étuve à 105 °C pendant 2 h sur 1,000 g de feuille d'olivier pulvérisée (355) (2.9.12).

Cendres totales (2.4.16) : au maximum 9,0 pour cent.

DOSAGE

Chromatographie liquide (2.2.29).

Solution à examiner. Dans un flacon, introduisez 1,000 g de feuille d'olivier pulvérisée (355) (2.9.12) et ajoutez 50 ml de *méthanol R*. Chauffez dans un bain-marie à 60 °C pendant 30 min, en agitant. Laissez refroidir et filtrez dans une fiole jaugée de 100 ml. Rincez la fiole et le filtre avec du *méthanol R* et complétez à 100,0 ml avec le même solvant. Prélevez 2,0 ml de cette solution et complétez à 20,0 ml avec de l'eau *R*.

Solution témoin. Dissolvez 5,0 mg d'oleuropéine *SCR* dans 5,0 ml de *méthanol R*. Prélevez 1,0 ml de cette solution et complétez à 25,0 ml avec de l'eau *R*.

Colonne :

- dimensions : $l = 0,15$ m, $\varnothing = 3,9$ mm,
- phase stationnaire : gel de silice octadécylsilylé pour chromatographie *R* (5 µm),
- température : 25 °C.

Phase mobile :

- phase mobile A : prélevez 1,0 ml d'*acide acétique glacial R* et complétez à 100 ml avec de l'eau *R*,
- phase mobile B : méthanol *R*,

Intervalle (min)	Phase mobile A (pour cent V/V)	Phase mobile B (pour cent V/V)
0 - 5	85 → 40	15 → 60
5 - 12	40 → 20	60 → 80
12 - 15	20 → 85	80 → 15

Débit : 1 ml/min.

Détection : spectrophotomètre à 254 nm.

Injection : 20 µl.

Temps de rétention : oleuropéine = environ 9 min.

Résumé

L'huile d'olive est un ingrédient d'exception qui opère une véritable fascination, sa composition et ses vertus nutritionnelles et thérapeutiques font d'elle un excellent produit dans la gamme végétale.

Méthodologie : cette étude est portée sur les huiles d'olive des différentes régions de la wilaya de Tizi-Ouzou de la campagne oléicole 2017/2019. Il a été question de contrôler la qualité de sept échantillons en effectuant des analyses physico-chimiques : acidité, indice de peroxyde, absorbance dans l'ultra-violet K232- K270, indice de réfraction, la densité relative, indice de saponification et la teneur en pigments ainsi qu'une analyse sensorielle.

Les résultats : les résultats obtenus ont permis de classer les huiles étudiées en quatre catégories : huile d'olive vierge extra, huile d'olive vierge, huile d'olive vierge courante et huile d'olive lampante.

Conclusion : les résultats obtenus confirment que les conditions de récolte, de trituration et de stockage des huiles d'olive influent la qualité de l'huile produite.

Par conséquent, il faut sensibiliser les agriculteurs pour améliorer les pratiques et les techniques culturales et les propriétaires des huileries en ce qui concerne le stockage, la transformation et la conservation des huiles.

Mots-clés : Huile d'olive, contrôle qualité, la pureté, consommable et non consommable.

Abstract

Olive oil is an excellent product in the plant range thanks to its composition and its nutritional and therapeutic virtues.

Our study focuses on olive oils in the different regions of Tizi-Ouzou, it's based on the olive growing season 2017/2019 and it's aimed to control the quality of seven samples by carrying out physical and chemical analysis: acidity, peroxide value, absorbance in the UV K232-K270, refractive index, relative density, Saponification value and the pigment content as well as the sensory analysis.

The results achieved allowed us to classify the oils studied into four categories: extra virgin olive oil, virgin olive oil, ordinary virgin olive oil and lampante olive oil.

In fact, our study confirms that the conditions for harvesting, trituration and olive oils storage affect the quality of the oil produced. Therefore, farmers should improve cropping practices and techniques while Oil Mills owners should respect and make better the storage, processing and preservation of oils.

Keywords : olive oil, quality control, purity, consumable, not consumable.