

**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Mouloud Mammeri de TIZI OUZOU
Faculté des Sciences Biologiques et des Sciences Agronomiques
Département Biologie**



**Mémoire de fin d'études
Master Académique en Biologie
Option : Cultures Pérennes
THEME**

L'étude des caractéristiques pomologique des olives et étude physico-chimique de l'huile d'olive de la variété chemlal de la région de Beni Douala

Réalisé par : M^r BOUSSAKOU Ali Abderrahmane

Promotrice : M^{me} HEDJAL . M

MCA

UMMTO

Co-Promotrice: M^{lle} BELKALEM. L

Doctorante

UMMTO

Présidente du jury : M^{me} AIT MOULOUD. L

MCA

UMMTO

Examinatrice : M^{lle} GUERMAH . D

Doctorante

UMMTO

2018-2019

Remerciements

D'abord je tiens à remercier, le bon Dieu de m'avoir donné la force, le courage et la volonté pour réaliser et accomplir ce modeste travail.

Mes vifs remerciements à ma promotrice **M^{me} HEDJAL.M**, Maitre de conférence chargé de cours classe A au département des sciences biologiques à l'UMMTO, d'avoir accepté de m'encadrer, et d'avoir dirigé ce travail ainsi que pour ces conseils, ses encouragements et son aide tout au long de la réalisation de ce mémoire. J'espère qu'elle trouve ici l'expression de mes gratitude et profond respect.

Mes sincères remerciements vont également à ma Co-promotrice mademoiselle **BELKALEM. L** doctorante à l'UMMTO, qui a fait preuve d'un grand apport pour la réalisation de ce travail.

Mes vifs remerciements s'adressent aux membres du jury:

M^{me} AIT MOULOUD. L qui m'a fait l'honneur de présider ce jury.

M^{elle} GUERMAH. D qui a accepté aimablement d'évaluer ce modeste travail.

Mes remerciements s'adressent également aux personnels du laboratoire commun I et II de l'UMMTO.

Enfin, mes remerciements vont également à tous ceux et celles qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce modeste travail.

DEDICACES

Je dédie ce modeste travail à

A mes chers parents, pour leur encouragements, soutiens et surtout leur amour et sacrifices
pour nous.

A mes chers sœurs (Houda, Marwa et Bouchra). En témoignage de l'attachement, de
l'amour et de l'affection que je porte pour vous.

A mes chers amis (Nabil, Abed, Jigo, Kahina). En témoignage de l'amitié qui nous uni et
des souvenirs de tous les moments que nous avons passé ensemble. JE vous souhaite une vie
plein de santé et de bonheur.

A toute la promotion Master II Culture Pérennes (2018/2019).

Figure 01 : Communes limitrophes de Béni Douala (Wikipédia, 2019).....	3
Figure 02 : Carte géographique de la région de Beni Douala (Google Earth, 2019).....	3
Figure 03 : Variété d'olive Chemlal (photo originale, 2018).....	4
Figure 04: photographie du verger (photo originale, 2018).....	5
Figure 05 : Mesure pomologique des olives avec une balance analytique et un pied à coulisse (photo original, 2019).....	6
Figure 06 : Différentes étapes pour déterminer d'indice de maturité (photo originale, 2018).	8
Figure 07 : photographie de l'oléodoseur : système à deux phases (Broyeur, Malaxeur, Centrifugation)	9
Figure 08 : Différentes étapes de détermination du taux d'humidité de l'huile d'olive (photo originale, 2019).....	13
Figure 09 : Différentes étapes pour mesurer l'humidité des olives (photo originale ,2019)	15
Figure 10 : Valeur moyenne de la longueur, la largeur et le poids des fruits des échantillons d'olives de la variété Chemlal	19
Figure 11: Extinction spécifique en l'UV et AK des échantillons des huiles dans la région d'étude.....	21
Figure 12: Valeurs moyennes des taux d'acides gras des échantillons des huiles d'olive de la variété chemlal analysés.....	26
Figure 13: Relation entre l'indice de maturité des olives et le poids des olives de la région de Beni-Douala	27
Figure 14 : Relation entre la teneur en chlorophylle et l'acide linoléique (C18:2w6)	28
Figure 15: Relation entre l'absorbance à 270nm et l'acide palmétoïque	29
Figure 16: Relation entre l'indice de peroxyde et l'acide linoléique (C18:3w3).....	30

Tableau 1 : Conditions opératoires pour l'analyse des esters méthyliques	17
Tableau 2 : Valeur moyenne des indices de maturité de l'huile d'olive de la variété Chemlal de la région de Béni-Douala.....	19
Tableau 3 : Taux moyen d'humidité d'huile d'olive de la variété chemlal des échantillons analysés	20
Tableau 4 : Moyennes des taux d'humidité des olives de la variété chemlal des échantillons analysés	21
Tableau 5 : Résultat de valeur moyenne d'indice d'acidité des huiles d'olive étudiées....	22
Tableau 6 : Valeur moyenne de l'indice de peroxyde des huiles d'olive dans la région d'étude.	23
Tableau 7 : Valeur moyenne de l'indice d'iode des huiles de la région d'étude.....	23
Tableau 8: Teneurs en chlorophylle exprimées en ppm de l'huile d'olive étudiée.....	24
Tableau 9 : Teneurs en caroténoïdes exprimées en ppm de l'huile d'olive étudiée.....	24
Tableau 10 : Composition en acides gras des échantillons des huiles d'olive analysées ..	25

- A:** Absorbance à la longueur d'onde
- °C:** Degré (Celsius)
- C:** concentration de la solution
- COI:** Conseil Oléicole International
- Cm:** Centimètre
- CPG:** Chromatographie en phase gazeuse
- D:** épaisseur de la cuve
- G:** Gramme
- H:** Humidité
- Ha:** Hectare
- IA:** Indice d'acidité
- IM:** Indice de maturité
- IP:** Indice de peroxye
- ISO:** International Standard Organisation
- ITAFV:** Institut Technique de l'Arboriculture Fruitière et de la Vigne
- Kg:** Kilogramme
- KOH:** L'iodure de potassium
- L:** Longueur de la cuve
- L:** Litre
- M:** Mètre
- M:** Poids Molaire
- Meq:** Milliéquivalent
- Min:** Minute
- ml:** millilitre
- N:** Normalité
- Na₂S₂O₃:** Thiosulfate de potassium
- NaOH:** L'hydroxyde de sodium
- Nm:** Nanomètre
- O₂:** Oxygène
- Ppm:** Partie par million
- Qx:** Quintaux
- V:** Volume
- λ:** Longueur d'onde
- %:** Pourcentage

Introduction	1
---------------------------	----------

CHAPITRE I: MATERIELS ET METHODES

I. Présentation de la zone d'étude.....	3
I.2- Matériel végétal.....	4
I.2-1- Systématique.....	4
I.2-2- Caractéristiques de la variété Chemlal	5
I.3- Echantillonnage des olives.....	6
I.4- Mesures pomologiques des fruits.....	6
I.4-1- largeur, longueur, poids des olives	6
I.4-2- Indice de maturité	7
I.5- Extraction de l'huile d'olive	9
I.6- Analyses physico-chimiques de l'huile d'olive	10
I.6-1- Analyse chimique de l'huile d'olive.....	10
I.6-1- 1- Indice d'acidité libre (IA)	10
I.6-1- 2- Indice de Peroxyde (IP).....	11
I.6-1-3- Indice d'iode.....	11
I.6-1-4- Teneur en chlorophylle et caroténoïde	12
I.6-2- Analyses physiques de l'huile d'olive	13
I.6-2-1- Humidité de l'huile d'olive	13
I.6-2-2- Humidité des olives.....	14
I.6-2-3- Absorbance en ultra-violet.....	15
I.7- Analyse des esters méthyliques des acides gras.....	16
I.8- Analyses statistique.....	18

CHAPITRE II RESULTATS ET DISCUSSIONS

II.1- L'huile d'olive	19
II.1.1- Mesures pomologiques des fruits	19
II.1.1.1-Longueur, largeur et poids	19
II.1.1.2-Indice de Maturité	19
II.1.2-Analyses physico-chimiques de l'huile d'olive.....	20
II.1.2.1-Analyses physiques de l'huile d'olive	20

II.1.2.1.1 -Taux d'humidité de l'huile d'olive	20
II.1.2.1.2 -Humidité des olives.....	21
II.1.2.1.3 -Absorbance dans ultra-violet	21
II.1.2.2 -Analyses chimiques	22
II.1.2.2.1 -Indice d'acidité	22
II.1.2.2.2 -Indice de peroxyde.....	23
II.1.2.2.3 -Indice d'iode	23
II.1.2.2.3 -Teneurs en Chlorophylles	24
II.1.2.2.4 -Teneurs en caroténoïdes.....	24
II.1.3 -Détermination de la Composition en acides gras des huiles d'olive.....	25
II. 1.4 - Corrélation entre les paramètres de l'huile d'olive.....	27
II.1.4.1 - Relation entre l'indice de maturité et le poids des olives.....	27
II.1.4.2 - Relation entre la teneur en chlorophylle et l'acide linoléique.....	28
II.1.4.3 - Relation entre l'absorbance à 270nm et l'acide palmétoléique.	29
II.1.4.4 - Relation entre l'indice de peroxyde et l'acide oléique.....	30
Conclusion	31
Références bibliographiques	

L'olivier est un arbre fruitier de la famille des oléacées dont le nom latin est « *Olea europaea(L)*. ». Il est l'une des plus anciennes cultures ligneuses. Il joue un rôle important dans l'économie rurale, le patrimoine local et la protection de l'environnement. Il compte actuellement plus de 900 millions d'arbres cultivés à travers le monde, mais le bassin méditerranéen reste sa terre de prédilection, avec près de 95% des oliveraies mondiales (LAZZERI, 2009).

Le conseil oléicole International COI (2001) estime que la production mondiale de l'huile d'olive a 2590.5 milliers de tonnes, l'Union Européenne (UE) est de loin le plus grand producteur mondial (75% de la production) ; l'Espagne en produisant 43% suivi d'Italie et de la Grèce avec respectivement 32% et 22%, assurant ainsi 97% de la production européenne.

La culture de l'olivier revêt une importance non négligeable pour l'Algérie et surtout la Kabylie. Le verger oléicole représente 168.080 ha, soit 2,24% de SAU (surface agricole utilisée) et plus de 34,09% du verger arboricole national (ABDELGUERFI, 2003).

Le verger oléicole national se compose de 83% d'oliviers à huile dont 60% est concentré en Kabylie et 23% dans le reste des wilayas (AIT KHLIFA, 2006).

L'huile d'olive est l'un des ingrédients les plus importants du régime alimentaire pour des raisons organoleptiques (aliment riche en arômes et en saveurs), et aussi dans les domaines de la santé (aspects nutritionnels et diététiques) (DUGO et *al.*; 2004) elle est sans doute la meilleure des matières grasses utilisées pour la nutrition humaine. Elle représente pour plusieurs pays un enjeu économique et social de première importance.

Elle est extraite du fruit frais, mûr et de bonne qualité, pratiquement unique parmi les huiles végétales. Elle peut être consommée en l'état en gardant son patrimoine vitaminique, ses acides gras essentiels et d'autres éléments naturels importants qui interviennent directement sur l'harmonie de notre équilibre biologique.

L'huile d'olive est commercialisée selon la norme du conseil oléicole international qui définit les différentes dénominations et les critères physico-chimiques permettant d'attester la qualité et vérifier sa pureté. Ces normes sévères de commercialisation ont posé problème aux huiles d'olives algériennes, celles-ci ont du mal à répondre aux exigences du marché mondial et de ce fait, elles sont qualifiées de qualité inférieure. En particulier la Kabylie.

C'est dans ce contexte que s'inscrit notre étude, dont l'objectif est de déterminer et d'étudier les caractéristiques pomologique du fruit et les propriétés physico-chimiques de la variété Chemlal de la région de Beni Douala.

Ce travail comporte trois partie: matériels et méthodes et résultats discussion, et enfin une conclusion.

I. Matériels et méthodes

I. Présentation de la zone d'étude

Béni Douala, ou Aït Douala (At Dwala en kabyle), est une commune de la wilaya de Tizi Ouzou (Algérie). Elle est située à 17 km au sud de la ville de Tizi Ouzou et à 55 km de la mer Méditerranée. Elle se trouve à une altitude d'environ 850 mètres.

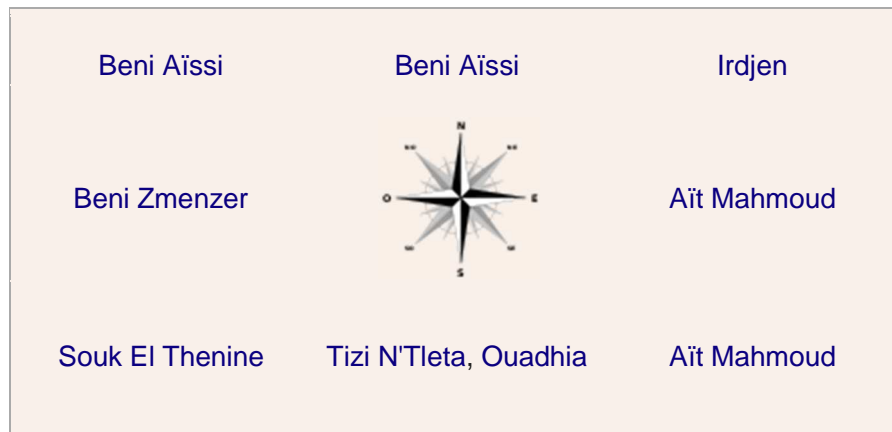


Figure 01 : Communes limitrophes de Béni Douala (Wikipédia,2019).



Figure 02 : Carte géographique de la région de Béni Douala (Google Earth, 2019)

I.2-Matériel végétal :

La variété d'olive utilisé est la variété chemlal.

I.2-1- Systématique

GUIGNARD (2004), classe l'olivier comme suit :

-Embranchement : Spermaphytes (organes de reproduction apparents dans la fleur ou le cône)

Sous embranchement : Angiospermes (plantes a fleurs)

-Classe : Dicotylédones

-sous classe : Astéridées

-Ordre : Lamiales

-Famille : Oléacés

-Genre : *Olea*

-Espèce: *Oléa oeuropa*



Figure 03 : Variété d'olive Chemlal (photo originale, 2018)

I.2-2- Caractéristiques de la variété Chemlal

L'olivier de la variété Chemlal est un arbre rustique au feuillage persistant, aux branches noueuses, à l'écorce claire et au port buissonnant. La taille peut atteindre en moyenne jusqu'à 7 mètres de hauteur, et un tronc de 1,50 mètre de diamètre. C'est un arbre à tronc droit souvent fissuré. Les feuilles de cette variété sont opposées, simples, coriaces, de forme elliptique lancéolées, de longueur moyenne, dont la couleur est verte grisâtre avec des marges lisses et un pédoncule court. Le fruit est une drupe charnue de forme allongée, asymétrique dont le sommet est pointu et sa longueur peut atteindre jusqu'à 3.5cm (Loussert et Brousse, 1973).

C'est une variété tardive, autostérile. Elle est associée à d'autres variétés qui assurent sa pollinisation comme Azeradj et Sigoise. Elle est originaire de la Kabylie, et elle occupe 40% du verger oléicole national. C'est une variété destinée à la production d'huile d'olive dont le rendement varie entre 18 à 22 %. Sa productivité est élevée et peu alternante.



Figure 04 : photographie du verger (photo originale, 2018).

I.3- Méthodes de récolte des olives

La cueillette des olives a été faite à la main au hasard autour des arbres (sur les quatre points cardinaux) sur trois parties du verger. Ces olives proviennent de 9 arbres choisies dont nous avons récolté environ 5 kilogrammes d'olives pour chaque partie.

Les échantillons ont été transportés dans des caisses en plastiques aérées. Après triage et stockage durant 3 jours avant la trituration (Anonyme, 2011).

I.4- Mesures pomologiques des fruits

I.4-1- largeur, longueur, poids des olives

Quarante fruits de chaque échantillon sont pris au hasard pour mesurer leur largeur, longueur et leur poids. La longueur et la largeur des olives ont été mesurées à l'aide d'un pied à coulisse. Les olives ont été ensuite pesées, une à une, à l'aide d'une balance analytique de précision. Les moyennes des pesées sont calculées pour chaque prélèvement.



Figure 05 : Mesure pomologique des olives avec une balance analytique et un pied à coulisse (photo original, 2019).

I.4-2- Indice de maturité

L'indice de maturité est déterminé sur la base de l'appréciation de la coloration de 100 olives qui sont prélevées au hasard pour chaque échantillon étudié. Ces olives sont réparties en 8 classes allant des olives à épiderme vert intense jusqu'aux olives à épiderme noir et pulpe entièrement foncée.

L'indice de maturité des olives est calculé comme suit :

$$I. M = \frac{A0 + B1 + C2 + D3 + E4 + F5 + G6 + H7}{10}$$

Où A, B, C, D, E, F, G et H sont le nombre de fruits des classes 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6 et 7 respectivement (Annexe 02) ou :

0 : vert intense.

1 : vert jaunâtre.

2 : tournante avec des tâches rougeâtres.

3 : tournante avec couleur rougeâtre ou violet clair sur tout le fruit.

4 : noir, sans couleur sous l'épiderme.

5 : noir avec couleur sous l'épiderme sans arriver à la moitié de la pulpe.

6 : noir avec couleur, dépassant mais sans arriver au noyau.

7 : noir avec couleur sur toute la pulpe.



Figure 06 : Différentes étapes pour déterminer d'indice de maturité (photo originale, 2018).

I.5- Extraction de l'huile d'olive

Après lavage des olives, l'huile est extraite à froid par centrifugation à l'aide d'un oléodoseur au niveau de l'ITAF de Bejaia (Figure07). Après 48 heures de la cueillette des olives, nous avons procédé au broyage des échantillons d'olive dans un broyeur à marteau qui va homogénéiser la pâte broyée sans séparées l'huile. Le malaxage de la pâte d'olive obtenues a été effectué dans des bols en inox pendant 30 min. après centrifugation de la pate d'olive dans une centrifugeuse verticale ayant une vitesse de rotation de 4845 tour /min on obtient deux phases :

Une phase solide reste collée aux parois internes de la centrifugeuse, et une phase liquide composée de l'huile et de la margine. L'huile est ensuite séparé des margines par décantation naturelle dans des éprouvettes graduées. L'huile est récupérée et mis dans des flacons en verre fumé, étiquetés et mis au réfrigérateur à 4°C afin de les analyser. Les échantillons obtenus sont conservés à l'abri de la lumière et de la chaleur.



Figure 07 : Photographie de l'oléodoseur : système à deux phases (Broyeur, Malaxeur, Centrifugation).

I.6-Analyses physico-chimiques de l'huile d'olive

Après extraction de l'huile d'olive, les échantillons ont été transportés au laboratoire de chimie, où nous avons effectué les analyses suivantes :

I.6-1-Analyse chimique de l'huile d'olive

Les analyses chimiques réalisées sont :

I.6-1- 1-Indice d'acidité libre (IA)

Il est déterminé selon la méthode décrite dans le règlement COI/T.15/NC n°3/Rév.12 (2018) relatif aux caractéristiques des huiles d'olives. Le principe de la détermination de l'acidité d'une huile est basé sur celui d'un dosage acido-basique.

Nous avons introduit 5 g d'huile dans 50 ml de solvants organiques (25 ml d'éthanol et 25 ml d'éther éthylique) et 0.15 ml (150 uL) d'un indicateur coloré (phénolphtaléine). La solution vire au rose persistant pour un volume de NaOH correspondant à l'équilibre acido-basique. Un essai témoin (sans matières grasses) a été réalisé dans les mêmes conditions.

L'acidité est exprimée en pourcentage en poids d'acide oléique, elle est égale à :

$$A(\%) = \frac{282,5 \times N \times V \times 100}{P \times 1000}$$

282.5 : masse molaire de l'acide oléique.

N : normalité de la solution titrer NaOH (0. 1N).

V : volume ml de NaOH titré.

P : masse (g) de la prise d'essai.

I.6-1-2- Indice de peroxyde (IP)

L'indice de peroxyde d'un corps gras représente le nombre de milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme de corps gras. Il est utilisé pour évaluer le degré d'oxydation des huiles. Il est déterminé conformément à la norme AFNOR NF T60-220 de décembre 1968.

Nous avons introduit 2 g d'huile dans une solution de 10 ml de chloroforme, 15 ml d'acide acétique et 1 ml d'une solution saturée d'iodure de potassium est ajouté. Après réaction pendant 5 min à l'obscurité, 75 ml d'eau distillée sont ajoutés et l'iode libéré est titré par une solution de thiosulfate de sodium 0,01 N en présence d'empois d'amidon comme indicateur. Un essai témoin (sans matières grasses) est réalisé dans les mêmes conditions.

L'indice de peroxyde (IP) est exprimé en meq d'O₂/Kg de lipide : Il est déterminé selon la formule suivante :

$$IP = \frac{(v - v_0) \times N}{P} \times 100$$

V₀ : volume (ml) de Na₂S₂O₃ (0.01N) nécessaire pour titrer l'essai à blanc.

V : volume (ml) de Na₂S₂O₃ (0.01 N) nécessaire pour titrer l'échantillon.

P : prise d'essai (g) de l'échantillon

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

I.6-1-3-Indice d'iode

L'indice d'iode est la masse d'iode en gramme nécessaire pour saturer les doubles liaisons contenues dans 100 g de matière grasse. Cette méthode est utilisée pour déterminer quantitativement l'insaturation globale d'huile d'olive. La détermination de l'indice d'iode a été effectuée selon la méthode décrite par (Thyrsine, 1980).

0,2 g d'huile est introduite dans un ballon à fond plat à laquelle nous avons ajouté 10 ml d'éthanol pur suivi d'une agitation. Puis nous avons additionné 10ml d'iode 0.2 N et agité afin de bien dissoudre. Nous avons ajouté ensuite 30 ml d'eau distillée et agité pendant 5 min, puis nous avons rincé les parois du ballon avec très peu d'eau distillée contenue dans une pissette. Nous avons titré ensuite le contenu du ballon avec le thiosulfate de Na 0,1 N jusqu'à l'apparition d'une coloration jaune ensuite nous avons versé 1 ml de la solution d'empois d'amidon au mélange dont la couleur vire au bleu violet foncé. La titration s'est poursuivie

jusqu'à la disparition de cette coloration bleu violet foncé. En parallèle un essai à blanc (sans matière grasse) a été réalisé.

L'indice d'iode est donné par la formule :

$$Ii = \frac{(v1 - v) \times 0,0127}{M} \times 100$$

V1 : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc en ml.

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

M : poids de la prise d'essai.

I.6-1-4- Teneur en chlorophylle et caroténoïde

La détermination de la teneur en chlorophylles et en caroténoïdes a été effectuée par la méthode de mesure de l'absorbance.

Le principe de cette méthode consiste à mesurer l'absorbance, à 670 nm pour les chlorophylles et à 470 nm pour les caroténoïdes d'un échantillon d'huile en solution dans le cyclohexane. La détermination de la teneur en chlorophylle et en caroténoïde a été effectuée conformément à la méthode décrite par **Minguez-mosquera et al (1996)**. Elle consiste à dissoudre 7,5 g d'huile dans 25 ml de cyclohexane. A la fin nous avons effectué une lecture sur le spectrophotomètre à 670 nm et à 470 nm. les teneurs en chlorophylles et en caroténoïdes exprimées en mg/kg.

- Peser 7,5g d'huile d'olive le dissoudre dans 25ml de cyclohexane ;
- Mesurer l'absorbance à 670 nm et à 470 nm.

Elle est donnée par les formules suivantes :

$$\text{Chlorophylle en (mg/kg)} = \frac{A(670).10^6}{613.100.d}$$

$$\text{Caroténoïdes en (mg/kg)} = \frac{A(470).10^6}{2000.100.d}$$

A : absorbance à la longueur d'onde indiquée.

d : épaisseur de la cuve en cm (1 cm).

I.6-2- Analyses physiques de l'huile d'olive

I.6-2-1- Humidité de l'huile d'olive

La teneur en eau et en matières volatiles d'un corps gras est défini comme étant la perte de masse subite par le produit après son chauffage à 103°C : court pour éviter l'oxydation, mais suffisamment long l'eau, et exprimée en pourcentage en masse. La détermination est décrite par la norme (Anonyme, 1984).



Figure 08 : Différentes étapes de détermination du taux d'humidité de l'huile d'olive (photo originale, 2019).

Le principe consiste à chauffer une prise d'essai à $103^{\circ}\pm 2^{\circ}\text{C}$ dans une étuve isothermique jusqu'à un poids constant. La détermination de la teneur en eau a été effectuée conformément à la norme ISO 662, 1996. Nous avons d'abord procédé au séchage d'un bécher dans l'étuve à 103°C pendant 30 mn. Après refroidissement, nous avons réglé l'étuve à $103\pm 0,2^{\circ}\text{C}$; nous avons pesé 5g d'huile que nous avons introduit dans un bécher préalablement taré (m1). Ce dernier, contenant l'huile d'olive, est placé dans une étuve pendant 1 heure à 103°C . Puis, laisser refroidir dans un dessiccateur et peser (m2). Cette opération est répétée jusqu'à l'obtention d'un poids constant.

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

M0 : poids à vide d'un bécher :

M1 : poids du bécher et la prise d'essai avant le chauffage à l'étuve.

M2 poids du bécher et de la prise d'essai après chauffage et refroidissement.

6-2-2- Humidité des olives

La détermination de la teneur en eau a été effectuée conformément à la norme du CO1/OH/Doc.n°1.2011.

Nous avons broyé l'échantillon d'olives dans un mortier, puis nous avons homogénéisé la pâte broyée sans séparer l'huile. Nous avons introduit 60 à 70 g de pâte dans un récipient préalablement taré, puis placé dans une étuve à circulation d'air chaud à 105°C . Faire refroidir l'échantillon dans un dessiccateur pendant 30 mn puis peser les échantillons chaque heure jusqu'à stabilité du poids, puis contrôler la perte d'humidité au moyen de la formule suivante :

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

m0 : masse (g) du récipient vide.

m1 : masse (g) du récipient avec la prise d'essai avant le chauffage à l'étuve.

m2 : masse (g) du récipient avec la prise d'essai après le chauffage à l'étuve.

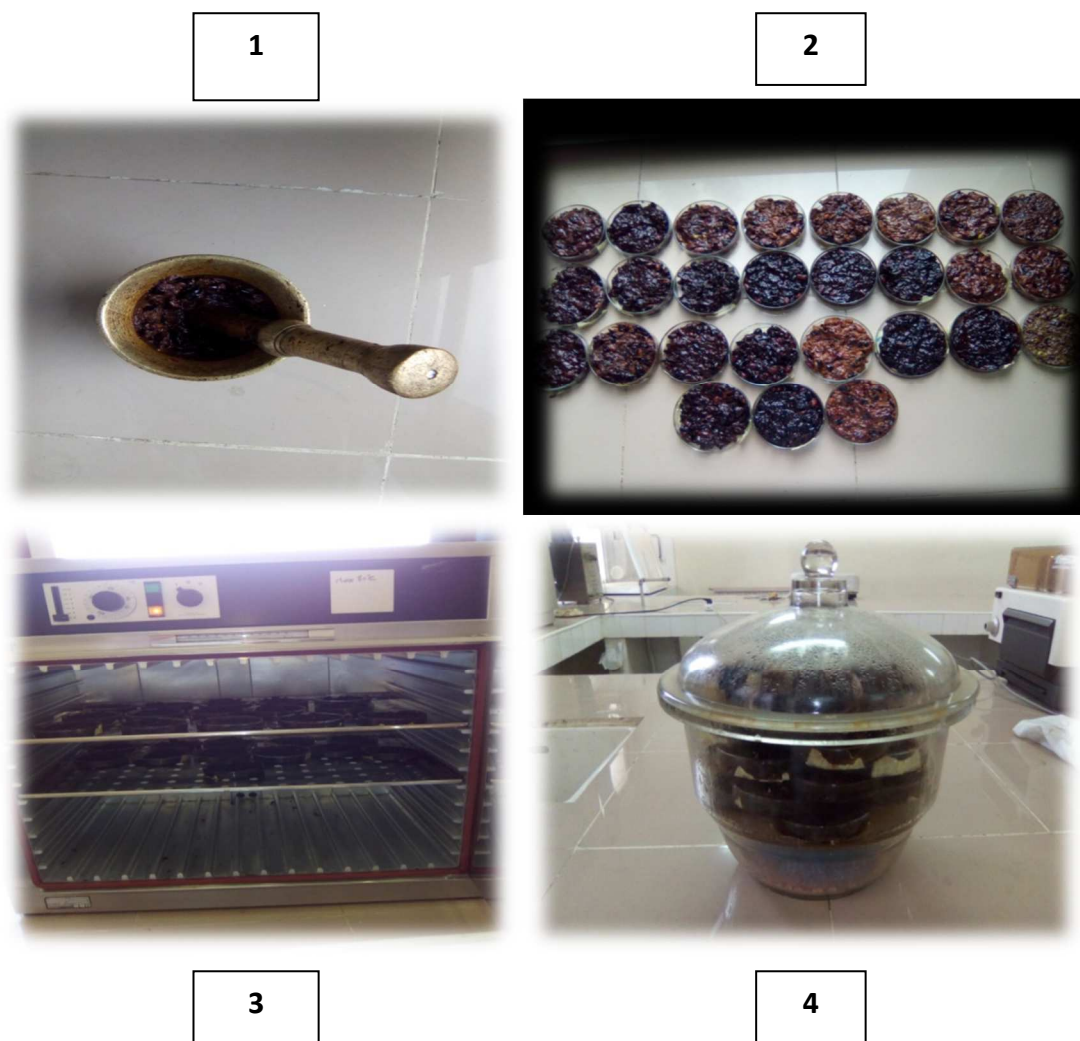


Figure 09 : Différentes étapes pour mesurer l'humidité des olives (photo originale ,2019).

I.6-2-3-Absorbance en ultra-violet

Cette méthode consiste à déterminer les absorbances à 232 nm et à 270 nm qui correspondent au maximum d'absorbance des hydroperoxydes et des produits secondaires d'oxydation. L'extinction spécifique est déterminée selon la méthode décrite par le Coi (/ T 20 / Doc. No 19/Rev.4 2017).

Nous avons Introduit 0,25 g (au mg près) dans une fiole jaugée de 25 ml, puis compléter avec le solvant spécifié (cyclohexane) et homogénéiser. L'absorbance des échantillons d'huiles est mesurée à deux longueurs d'ondes 232 et 270 nm. Les coefficients d'extinction à 232 et 270 nm sont exprimés par l'équation suivante :

$$A = \frac{A^\gamma}{C \times S}$$

A = Extinction spécifique à la longueur d'onde γ .

A = Densité optique à la longueur d'onde γ .

C = Concentration de la solution. (g/100 g)

S = Epaisseur de la cuve (1 cm).

Après la mesure de l'absorbance à 270nm, nous avons mesuré l'absorbance altmax, kmax+4 et kmax-4 .Ces valeurs d'absorbance sont utilisées pour déterminer la variation de l'extinction spécifique AK.

-Variation de l'extinction spécifique (AK)

La variation des valeurs absolues de l'extinction (AK) est donnée par la formule suivante :

$$(\Delta K)=I K_m - (k^\gamma_m - 4 + K^\gamma_m + 4/2) I$$

I.7- Analyse des esters méthyliques des acides gras

L'analyse des esters méthyliques des acides gras a été effectuée à (L'ENSA d'Alger). Par chromatographie en phase gazeuse (CPG) à l'aide d'un chromatographe Chrompack CP 9002. Les esters méthyliques sont préparés selon la norme international EC (2002) par la méthode de Transestérification à froid au moyen d'une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium.

Dans une éprouvette à bouchon vissant de 5 ml, nous avons pesé environ 0,1 g de l'échantillon d'huile. Nous avons ajoutée 2 ml d'heptane ou Hexane et agiter. Ajouter 0,2 ml de la solution méthanolique D'hydroxyde de potassium (2N), nous avons fermé à l'aide d'un bouchon muni d'un joint en PTFE, bien fermer et agiter énergiquement pendant 30 secondes. Laisser reposer jusqu'à ce que la partie supérieure de la solution devienne claire. Nous avons décantée la couche supérieure, qui est celle qui contient les esters méthyliques. La solution d'heptane est prête pour l'injection dans le chromatographe. Il est conseillé de maintenir la solution au réfrigérateur jusqu'au moment de l'analyse chromatographique. Il n'est pas recommandé de stocker la solution pendant plus de 12 heures. Les conditions opératoires sont présentées dans le tableau 01.

Tableau 01 : Conditions opératoires pour l'analyse des esters méthyliques

Conditions Chromatographiques pour esters méthyliques des huiles d'olive	
chromatographe	Chrompack CP 9002
Détecteur	FID (250°C)
Injecteur	SPLIT1 /100 (250°C)
Gaz vecteur	Azote
Colonne capillaire	Cp Sil 8 CB (5%phenyl+95%dimethylpolysiloxane)
Longueur	30 m
Diamètre intérieur	0.32 mm *0.25 UM
Epaisseur	0.25 µm
Injecteur	250°C
Détecteur	280°C
Four	150 C° ----- 200 C° (4C°/mn)
Quantité injectée	0. 8ul
Vitesse du papier	0.5 cm/ mn

Les acides gras sont identifiés en fonction de leur temps de rétention au niveau de la colonne par comparaison à des acides gras étalons. La détermination de la teneur de chaque acide gras identifié est faite par le calcul des aires des pics correspondant.

I.8- Analyses statistique

Une étude statistiques est réalisée pour faire une corrélation entre les paramètres de l'huile d'olive de la région de Beni-Douala ; A l'aide d'un logiciel statistica 13.5

II.1. L’huile d’olive

1.1. Mesures pomologiques des fruits

1.1.1. Longueur, largeur et poids

Le poids moyen des olives sont conforme aux normes du COI. Cela est dû probablement à une bonne pluviométrie pendant la période de l'activité physiologique des oliviers (campagne 2018-2019). (Figure 10).

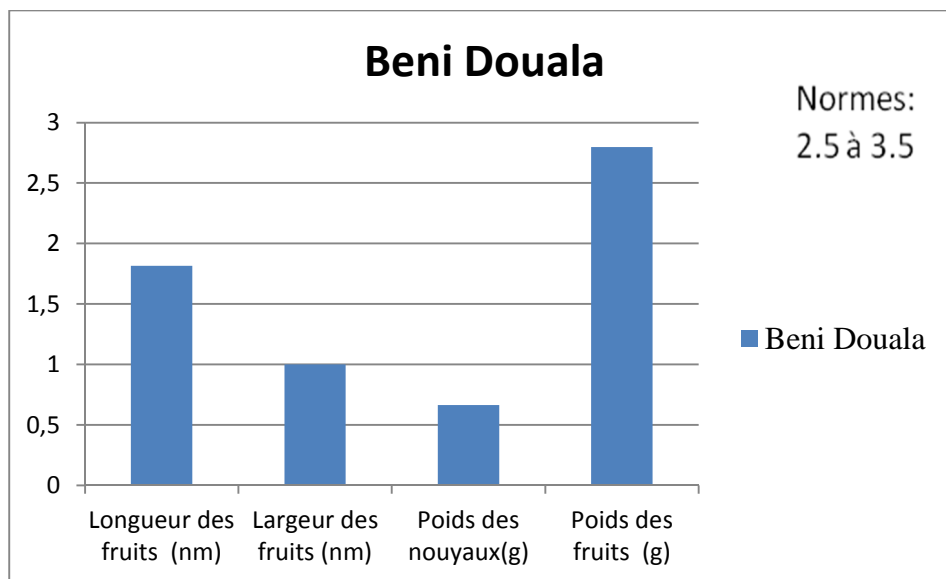


Figure 10 : Valeur moyenne de la longueur, la largeur et le poids des fruits des échantillons d’olives de la variété Chemlal.

1.1.2. Indice de Maturité

D'après les résultats observés dans le tableau, les indices de maturités des olives de la région de Béni-Douala rentrent dans les normes fixés par le COI/OH:Doc.n°1 (2011).

Tableau 2 : Valeur moyenne des indices de maturité de l’huile d’olive de la variété Chemlal de la région de Béni-Douala.

Région	compagne	Valeur minimale%	Valeur maximale%	Moyenne	Norme du COI
Béni-Douala	2018 /2019	3.29	3.42	3.343	3-4

1.2. Analyses physico-chimiques de l'huile d'olive

1.2.1. Analyses physiques de l'huile d'olive

1.2.1.1. Taux d'humidité de l'huile d'olive

Le tableau 3 présente le taux moyen d'humidité des huiles d'olives de la station d'études

D'après les résultats, les taux d'humidité d'huile d'olive dans la région de Béni-Douala rentrent dans les normes fixées par le CO1 (2015).

Tableau 3 : Taux moyen de l'humidité des huiles d'olive de la variété chemlal des échantillons analysés.

Région	Compagne	Valeur minimale%	Valeur maximale%	Moyenne
Béni-Douala	2018 /2019	0.08	0.2	0.12
Norme C.O.I	Huile d'olive vierge extra : $\leq 0,2$ Huile d'olive vierge : $\leq 0,2$ Huile d'olive vierge courante : $\leq 0,2$ Huile d'olive vierge lampante : $\leq 0,3$			

1.2.1.2. Humidité des olives

Tableau 4 : Taux moyens de l'humidité des olives de la variété chemlal des échantillons analysés.

Région	Compagne	Valeur minimale%	Valeur maximale%	Moyenne
Béni-Douala	2018 /2019	60.21	75.68	70.35

Nous constatons que les olives de la région de Béni-Douala contient beaucoup d'eau, cela est peut être liée aux facteurs de pluviométrie et de l'altitude : la région de Béni-Douala se situe à 850 m d'altitude. (Tableau 4).

1.2.1.3. Absorbance dans ultra-violet

La figure 11 montre les valeurs moyennes des absorbances des huiles d'olive à 232 nm, 270 nm, 266 nm, 274 nm, et la variation de l'extinction spécifique (ΔK).

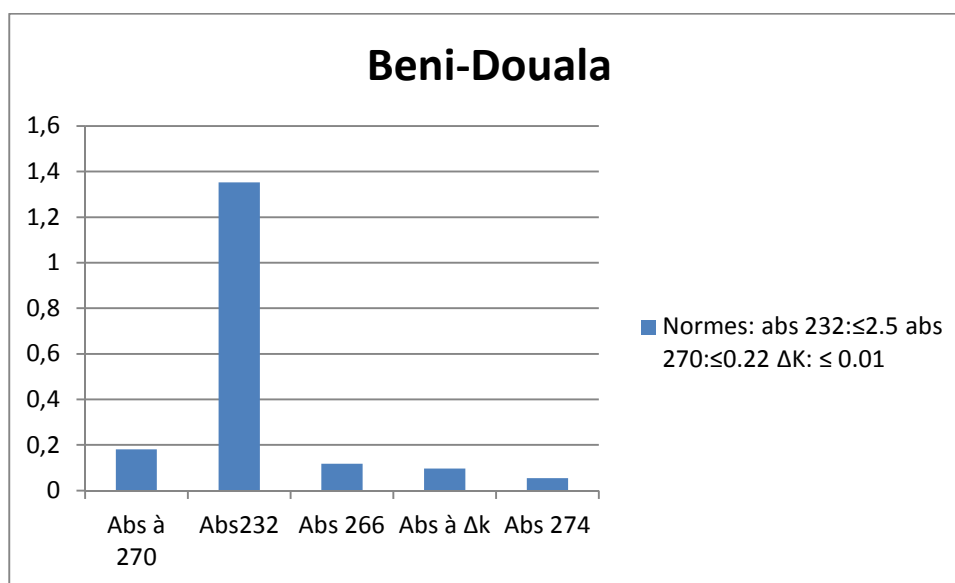


Figure 11: Extinction spécifique en l'UV et AK des échantillons des huiles dans la région d'étude.

Les résultats montrent que les huiles d'olive de la région étudiée ont des Valeurs d'absorbance spécifique en UV conformes aux normes accordées par COI (2017).

1.2.2. Analyses chimiques

1.2.2.1. Indice d'acidité

L'acidité libre est un facteur de qualité de l'huile d'olive, il renseigne sur l'altération de celle-ci par hydrolyse de certains composés (ACHOURI, 2007).

D'après les normes du Conseil Oléicole International COI/T.15/NC n°3/Rév.12 (2018) sur l'acidité libre. Les valeurs d'acidité libre des huiles d'olives de la station sont conformes aux normes du conseil oléicole international et permet de les classer dans la catégorie des huiles d'olive extra vierges.

Le tableau 5 représente les résultats moyens de l'indice d'acidité des huiles de la région d'étude.

Tableau 5 : résultat de valeur moyenne d'indice d'acidité des huiles d'olive étudiées.

Région	Compagne	Valeur minimale%	Valeur maximale%	Moyenne
Béni-Douala	2018 /2019	0.16	0.28	0.22
Norme C.O.I	≤ 0.8 pour l'huile extra vierge ≤ 2 pour l'huile vierge ≤ 3.3 pour l'huile courante > 3.3 pour l'huile lampante			

1.2.2.2. Indice de peroxyde

Les résultats montrent que les valeurs obtenues répondent aux normes du COI/T.15/NC n°3/Rév.12 (2018) qui recommande un indice de peroxyde inférieur ou égal à 20 meq d'O₂/Kg. (Tableau 6).

Tableau 6 : Valeur moyenne de l'indice de peroxyde des huiles d'olive dans la région d'étude.

Région	Compagne	Valeur minimale	Valeur maximale	Moyenne
Béni-Douala	2018 /2019	0.4	0.5	0.45
Norme C.O.I	≤ 20 méq d'O ₂ actif/kg			

1.2.2.3 Indice d'iode

Les résultats montrent que les valeurs d'indice d'iode de la station de Beni-Douala sont conformes aux normes établies par le COI/T.15/NC n°3/Rév.12 (2018) pour l'huile d'olive vierge extra qui prévoit des valeurs comprises entre 75 et 96 g/ 100g. (Tableau 7).

Tableau 7 : Valeur moyenne de l'indice d'iode des huiles de la région d'étude.

Région	Compagne	Valeur minimale	Valeur maximale	Moyenne
Béni-Douala	2018 /2019	78,1	97,79	86,78
Norme C.O.I	75-96 g/100g d'olive			

1.2.2.3. Teneurs en Chlorophylles

Les résultats enregistrés dans le tableau 8 pour les teneurs en chlorophylles rentre dans les normes établies par le COI (2003).

Tableau 8 : Teneurs en chlorophylle exprimées en ppm de l'huile d'olive étudiée.

Région	Compagne	Valeur minimale	Valeur maximale	Moyenne
Béni-Douala	2018 /2019	1,63	1.86	1.73
Norme C.O.I	1-27 ppm			

1.2.2.4. Teneurs en caroténoïdes

Les valeurs enregistrées dans le tableau 9 montrent que les teneurs en caroténoïdes dans la région d'étude sont conformes aux normes fixées par le CO1 (2015).

Tableau 9 : Teneurs en caroténoïdes exprimées en ppm de l'huile d'olive étudiée.

Région	Compagne	Valeur minimale	Valeur maximale	Moyenne
Béni-Douala	2018 /2019	2,71	2,83	2,75
Norme C.O.I	2-14 ppm			

1.3. Détermination de la Composition en acides gras des huiles d'olive

Les résultats de l'analyse des esters méthyliques des acides gras totaux, par chromatographie en phase gazeuse (C.P.G) sur colonne capillaire, des huiles d'olive analysées sont présentés dans le tableau 10.

Tableau 10 : Composition en acides gras des échantillons des huiles d'olive analysées

Composition et teneur en acides gras de l'huile d'olive (%)				
Acides gras		Dénomination	Valeurs moyennes	Normes de COI
Acides gras insaturés	C16 :0	Acide Palmitique	16.04%	7.5-20%
	C17 :0	Acide Margarique	0.07%	≤ 0.3
	C18 :0	Acide Stéarique	1.72%	0.5-5%
	C20 :0	Acide Arachidique	0.35%	≤ 0.6%
	C22 :0	Acide Béhénique	0.10%	≤ 0.20%
Acide gras mono insaturés	C18 :1 ω9	Acide Oléique	65.60%	55-83%
	C20 :1 ω9	Acide Gondoïque	0.33%	≤ 0.4%
	C16 :1 ω7	Acide palmétolèique	2.56%	≤ 0.3-3.5%
Acide gras polyinsaturés	C18 :2 ω6	Acide Linoléique	12.46%	≤ 2.5-21%
	C18 :3 ω3	Acide Linoléinique	0.57%	≤ 1%

L'analyse des esters méthyliques des acides gras totaux, par chromatographie en phase gazeuse (C.P.G), nous a permis d'identifier 10 composés d'acides gras dans chaque huile d'olive analysée.

D'après les résultats obtenus, nous constatons que toutes les huiles d'olive analysées, présentent des taux d'acides gras conformes aux normes de COI/T.15/NC n°3/Rév.12(2018), dans la région étudiée. L'acide oléique est majoritaire avec un taux de 65,60 % suivi de l'acide palmitique C16 :0 avec un taux de 16,04 % et de l'acide Linoléique C18 : 2ω6 avec 12,46 %.

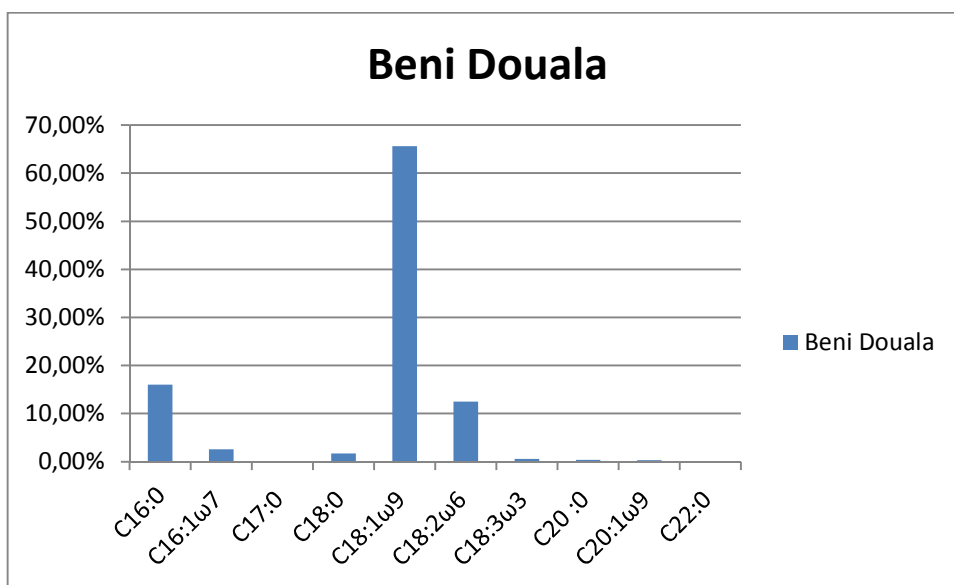


Figure 12 : Valeurs moyennes des taux d'acides gras des échantillons des huiles d'olive de la variété chemlal analysés.

1.4. Corrélation entre les paramètres de l'huile d'olive

1.4.1. Relation entre l'indice de maturité et le poids des olives

Les résultats obtenus nous montre qu'il existe une relation entre l'indice de maturité des olives et le poids des olives.

Nous observons que l'augmentation de l'indice de maturité induit la diminution du poids des olives, en effet quand l'indice de maturité diminue le taux d'humidité dans les olives augmente, par conséquent le poids des olives augmente. (Figure 13).

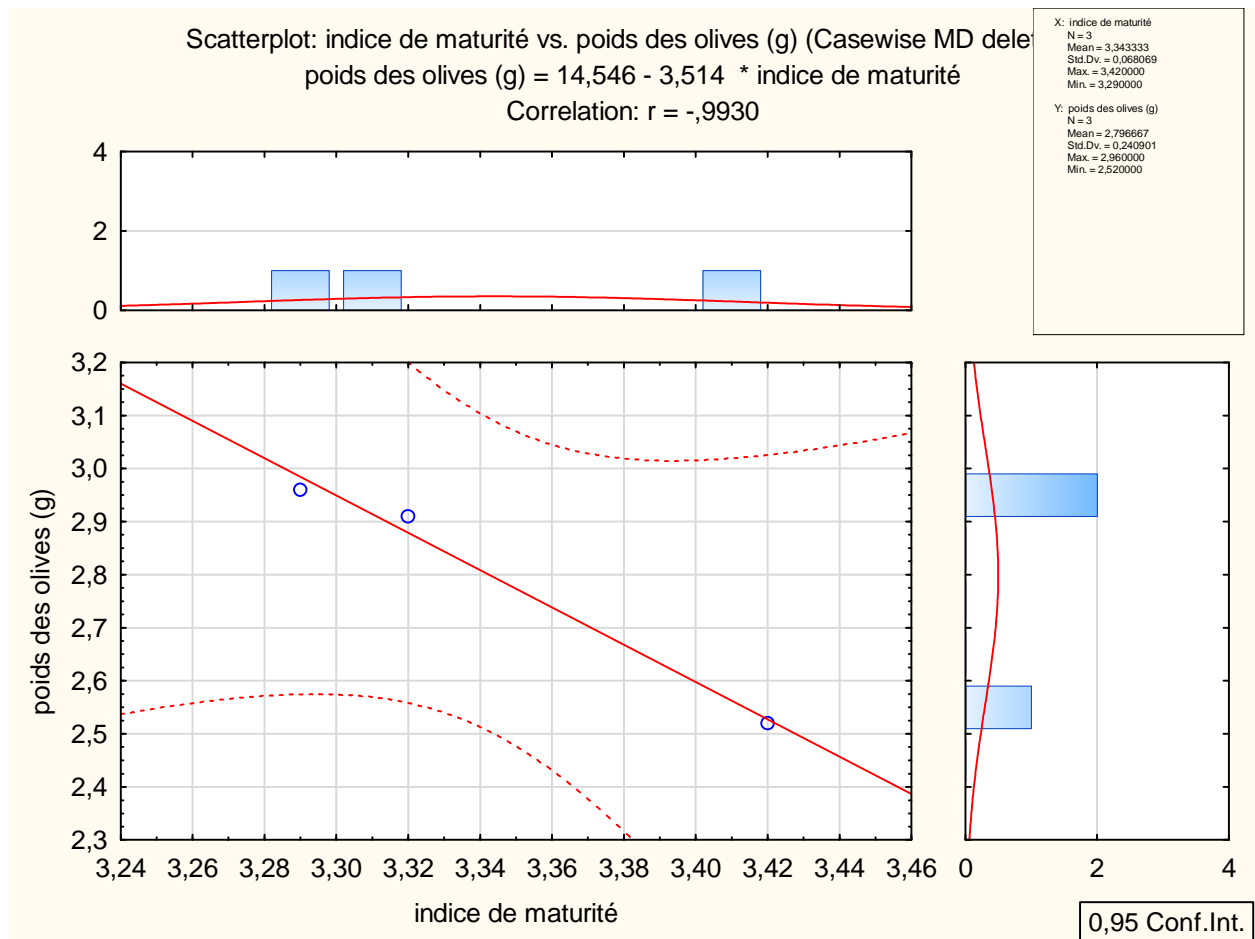


Figure 13: Relation entre l'indice de maturité des olives et le poids des olives de la région de Beni-Douala.

1.4.2. Relation entre la teneur en chlorophylle et l'acide linoléique

Ce graphe illustre la relation entre la teneur en chlorophylle et le taux d'acide linoléique (C18:2w6).

Nous remarquons que l'acide linoléique (C18:2w6) augmente avec l'augmentation du taux de chlorophylle dans l'huile d'olive. La chlorophylle étant un antioxydant à la lumière, cette dernière joue un rôle important dans la bonne stabilité oxydative de l'huile d'olive, ce qui explique l'augmentation de l'acide linoléique (C18:2w6), qui est un acide bénéfique pour la santé du consommateur. (Figure 14).

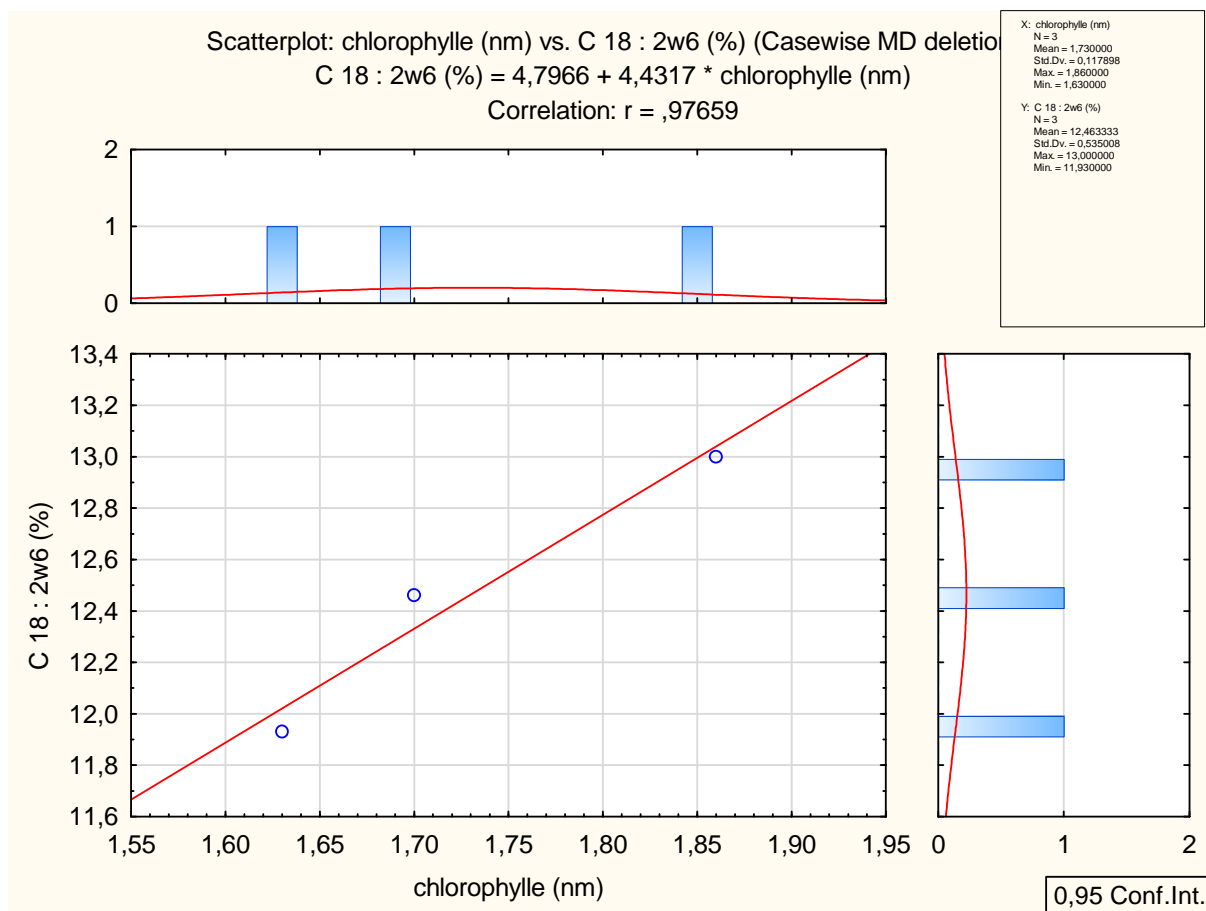


Figure 14 : Relation entre la teneur en chlorophylle et l'acide linoléique (C18:2w6).

1.4.3. Relation entre l'absorbance à 270nm et l'acide palmétoléique

Ce graphe montre la relation entre l'acide palmétoléique (C16:1w7) avec l'absorbance à 270nm.

Nous pouvons déduire que le taux d'acide pamétoléique (C16:1w7) est affecté par l'absorbance à 270nm, en effet l'augmentation de cette dernière induit la diminution du taux d'acide palmétoléique dans l'huile d'olive.

Une grande absorbance à UV à 270nm augmente l'oxydation de l'huile d'olive, ce qui explique la diminution de l'acide palmétoléique dans les échantillons de l'huile étudiées.

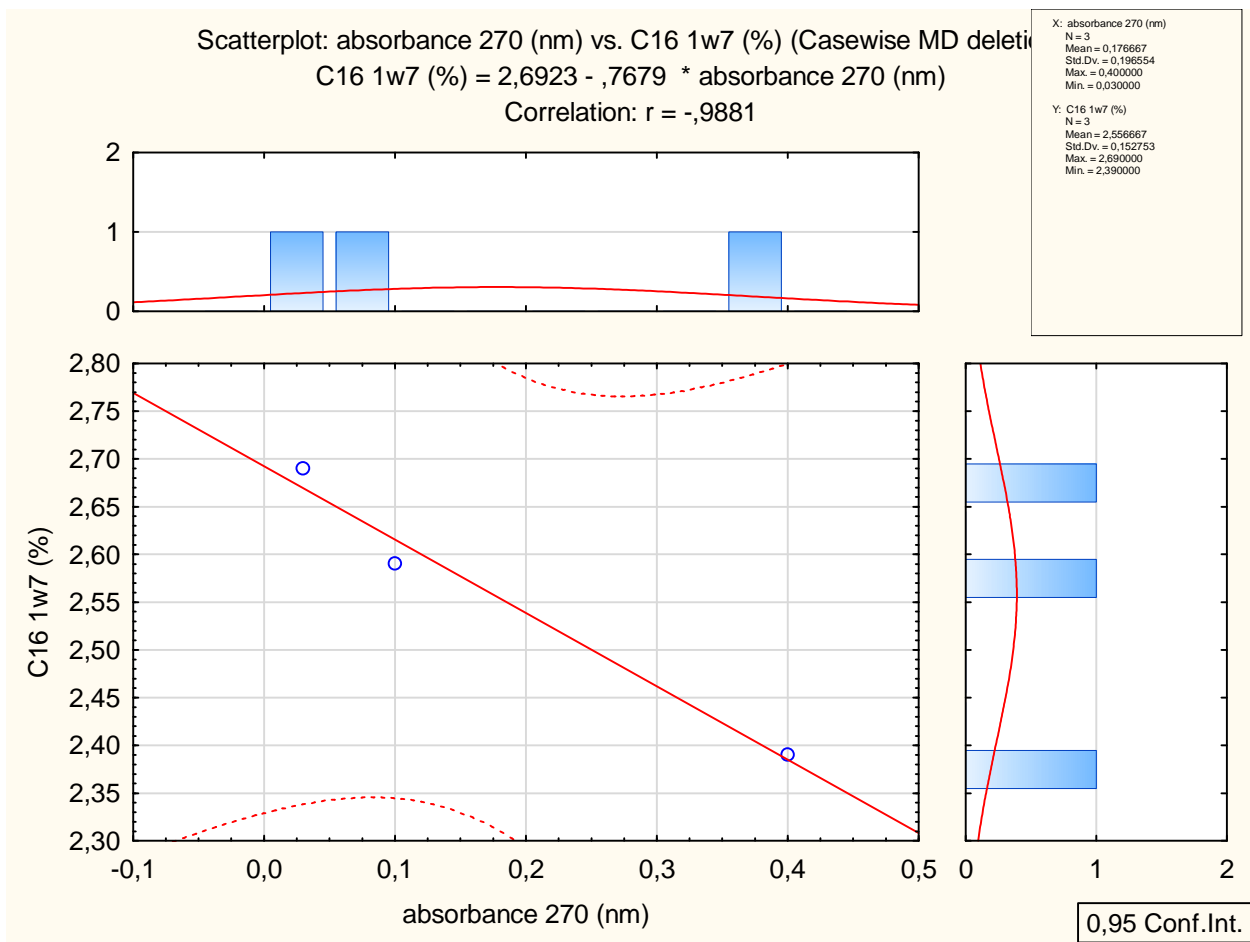


Figure 15: Relation entre l'absorbance à 270nm et l'acide palmétoléique.

1.4.4. Relation entre l'indice de peroxyde et l'acide oléique (C18:1w9)

D'après les résultats obtenus nous constatons qu'il ya une relation entre l'indice de peroxyde et le taux d'acide gras polyinsaturés, en effet l'augmentation de l'indice de peroxyde induit la diminution de l'acide linoléique (C18:3w3). (Figure 16).

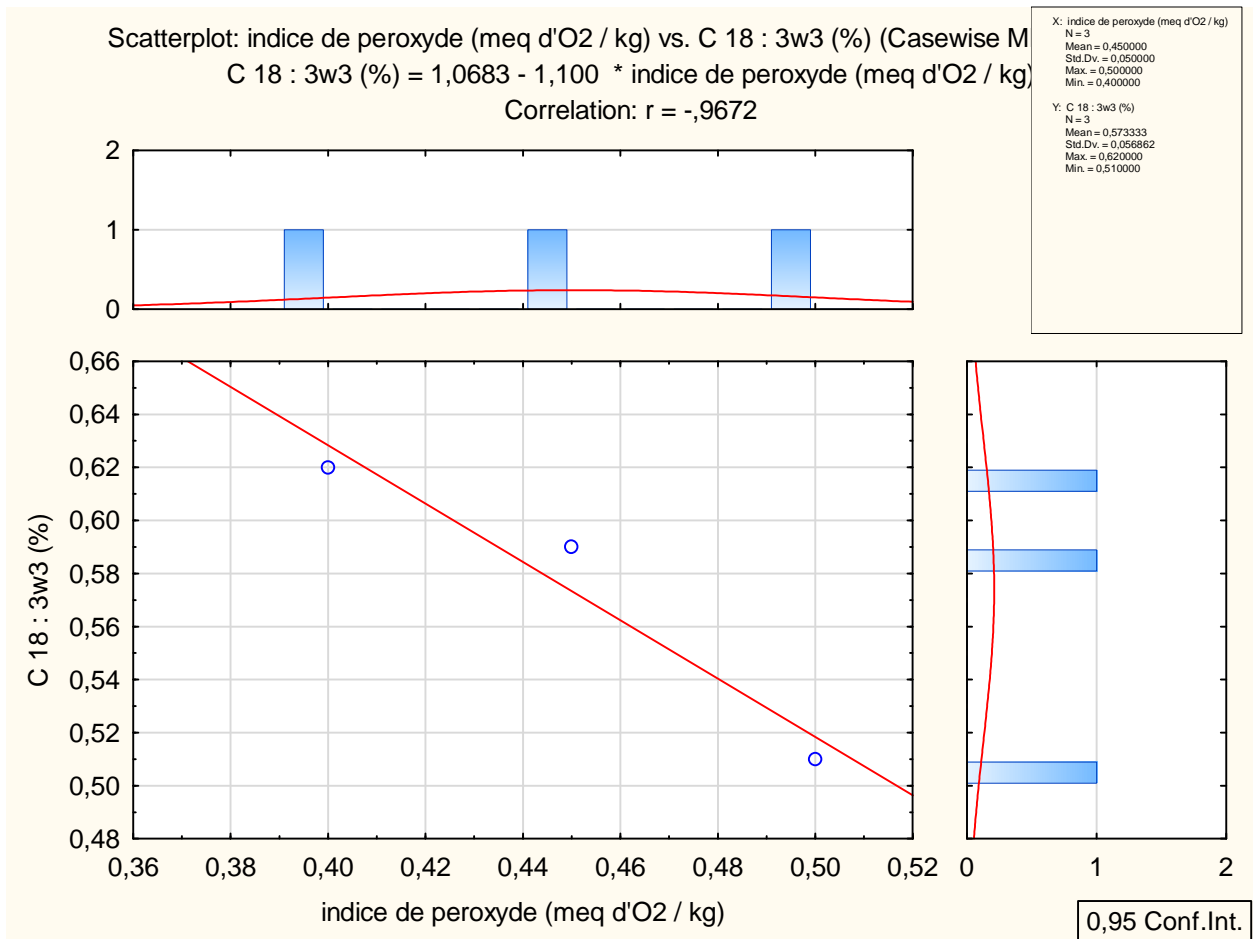


Figure 16: Relation entre l'indice de peroxyde et l'acide linoléique (C18:3w3).

L'objectif de notre travail est l'étude des caractéristiques pomologique du fruit et les propriétés physico-chimiques de la variété Chemlal. Afin de déterminer la qualité d'huile d'olive produite dans la région de Béni-Douala durant la campagne 2018 / 2019.

Les résultats de cette étude ont permis de donner une première appréciation de la qualité de l'huile d'olive de la variété Chemlal.

Les échantillons étudiés montre que les indices de maturités des olives de la région rentrent dans les normes fixés par le COI.

La détermination de l'acidité des échantillons de huile d'olive de la région de Béni-Douala, a permis de classer ces dernières dans la catégorie des huiles d'olives vierge extra.

Les huiles d'olive extraites a partir des échantillons étudiés ont enregistré des valeurs d'indice de peroxyde conformes aux normes du COI.

L'analyse de l'indice d'iode montre que les valeurs des résultats enregistrés, sont conformes a la norme établie par le COI (75 a 95 g /100g d'olive)

L'analyse par chromatographie en phase gazeuse révèle que nos huiles sont riches en acide gras insaturés. Les acides gras mono insaturés sont les plus représentés, L'acide oléique est majoritaire, suivi de l'acide palmitique et de l'acide linoléique.

Les valeurs enregistrées des absorbances des huiles d'olive a 270 nm et 232 nm rentrent dans les normes établies par le COI.

La chlorophylle et les caroténoïdes ont un rôle important sur le plan couleur et par conséquent sur la valeur nutritionnelle de l'huile. Les huiles analysées ont montré des teneurs en chlorophylles et caroténoïdes conformes aux normes fixés par le COI.

Les taux en humidité d'huile d'olive des échantillons étudié dans la région sont conformes à la norme établies par le COI.

D'après l'ensemble des résultats obtenus, nous pouvons conclure que l'évolution des caractéristiques morphologique des olives et les paramètres physico-chimique des huiles étudiées sont conformes aux normes. Par ailleurs, ces indices de qualité, nous renseigne aussi que l'huile récolté est de très bonne qualité.

Il serait intéressant de compléter cette étude, par un travail comparative des caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive de la variété Chemlal des autre régions de la Kabylie.

Achouri Y. et Charikh K. (2007). Analyses physico-chimiques de deux huiles fines (Soja et Tournesol) au niveau de CO.G.B-Labelle / UP 07.Thèse d'ingénieur, Université Abderrahmane Mira, Bejaia,p36

AFNOR NF606-201 d'octobre 1984.

AFNOR NFT60-220 de Décembre 1968.

Anonyme,(2011). Guide pour la détermination des caractéristiques des olives a huile. édition du conseil oléicole international.COI/OH/Doc.n°1,

Conseil Oléicole International (COI.2003).Classification des huiles d'olive. Normes internationales applicables à l'huiles d'olive et à l'huile de grignons d'olive.

Conseil Oléicole International (COI.2011) : Guide pour la détermination des caractéristiques des olives à huile.

Conseil Oléicole International (COI.2015). Norme commercial applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive.

Conseil Oléicole International (COI.2018). 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

Dugo G. Lo Turco V. Pollicino D. Mavrogeni E. and Pipitone F. (2004).Caractérisation d'huiles d'olive vierges siciliennes. Variation qualitative des huiles des fruits des cultivars « Biancolilla , Nocellara del Belice , Cerasuola , Tonda Iblea et Crastu » en fonction destechniques et de l'époque de récolte des olives. *Olivae*, 101: 44-52.eas Activitie.html Nom dela page d'accueille : Conseil oléicole international.Eur. J. Biol. 6(3) • 2011 • 352-358.

International Standard Organisation (ISO 662.1996). Cors gras d'origines animal et végétale-Détermination de la teneur en eau et en matièrs volatiles.

Lazzeri Y, (2009). Les défis de la mondialisation pour l'oléiculture méditerranéenne. L'olivier en méditerranée. Conférence centre culturel Français de Tlemcen-Algérie.

Loussert R., Brousse G. (1978). L'olivier ; Ed. G.P. Maisonneuve et Larose. Paris, 462 p.

MINGUEZ-MOSQUERA M-I et ROJAS B, (1996). Chlorophyll and carotenoid composition in virgin olive oils from various spanish olive varietiesJ . Sci Food Agric.N°, PP 231-39.

Résumé

L'huile d'olive est commercialisée selon la norme du conseil oléicole international qui définit les différentes dénominations et les critères physico-chimiques permettant d'attester la qualité et vérifier sa pureté.

Ce travail consiste à une étude de la caractérisation pomologique des olives et Physico-chimique de l'huile d'olive.

Les analyses physico-chimiques de trois échantillons de l'huile d'olive prévenant de la région de Beni-Douala.

Les résultats pomologiques montrent que les échantillons d'olives présentent une maturation de classe 3 (peaux tournante avec couleur rougeâtre ou violet clair sur tout le fruit).

Les résultats obtenus montrent que les paramètres de qualité tels que l'indice d'acidité, l'indice de peroxyde, l'indice d'iode, les absorbances en ultra-violet sont conformes aux normes relatives à la catégorie des huiles d'olives vierge extra.

Mots clés : Chemlal, Olive, L'huile d'olive, Paramètre physico-chimique, Qualité de l'huile.