

République Algérienne Démocratique et Populaire
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

MEMOIRE DE FIN D'ETUDE

En vue de l'obtention du diplôme Master Académique en biologie

Spécialité : Oléiculture - Oléotechnie.

Thème

Impact de la durée du stockage des olives sur la qualité d'huile

Dirigé par :

M^{me} KOURABA F.

Réalisé par : M^{elle} ELIAS Lilia.

M^{elle} LEZOUL Naima.

Devant le jury :

Présidente : M^r KELLOUCHE A.

Professeur à l'UMMTO.

Examineur : M^r KOURABA K.

M.C.C.B à l'UMMTO.

Examineur : M^{me} BENTAYEB S.

M.A.C.B à l'UMMTO.

Année : 2016/ 2017

Remerciements

Nous tenons à remercier tout d'abord le bon dieu qui nous a donné le courage, la patience et la volonté pour réaliser ce modeste travail.

Il nous est agréable d'exprimer nos sincères remerciements et notre profonde gratitude à notre promotrice M^{me} KOURABA F. pour avoir accepté de nous encadrer et pour nous avoir orientées durant toute la période du travail.

Nous remercions vivement, M^r KELLOUCHE de nous avoir fait l'honneur de présider le jury, ainsi que M^r KOURABA et M^{me} BENTAYEB d'avoir accepté d'examiner notre travail.

Nos plus vifs remerciements s'adressent aussi à tous les agriculteurs et les oleifacteurs, aux personnels : du laboratoire d'analyse physico-chimiques commun de biologie, et le laboratoire de recherche microbiologie.

Enfin, Nous tenons à remercier également tous ceux et celles qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce modeste travail.

Merci.

Dédicaces

*Je tien à dédier ce modeste travail en signe de respect,
reconnaisances et d'amour à mes très chers et adorables
Parents qui ont toujours souhaités ma réussite dans la vie et que dieu
les protèges.*

*A la mémoire de men grand père «Arezki», « Mohand » et ma grand-mère « Farroudja » qui seront toujours
dans mon cœur et que dieu l'accueille en son vaste Paradis inchallah.*

A ma grands-mèrest «Fatima».

A mes très chers frères :

«BRAHIM» et sa famille ; «Youcef» et sa famille ; «Arezki» et «Fateh».

A mes très chères sœurs :

«Karima» et sa famille ; «Fatma» et sa famille ; «Dalila» et sa famille

«Nassima» et sa famille et «Hayet».

A toutes mes copines.

A ma binôme «Lilia», et sa famille.

A tout que j'aime et m'aime.

*A tous mes enseignants et mes amis de la promotion
Oléiculture Oléotechnie 2016/2017.*

Naima

*D*edicaces

*Ce modeste travail, achevé avec l'aide du BON DIEU le tout puissant, est dédié à tous ceux que j'aime
Au deux être les plus chers au monde qu'ont donné sens à mon existence, en m'offrant une éducation digne de confiance et qui m'ont soutenu nuit et jours et durant tout mon parcours.*

✚ A vous mes très chers parents, je vous dit merci ;

✚ A mes frères : Ali et Faresse;

*✚ A mes sœurs : Wardia, Zineb et sa famille , Karima, Nacira,
Farida, Rania ;*

✚ A mon adorable nièce Sonia;

✚ A mes cousins et cousines ;

✚ A toute la famille Elias petits et grands ;

✚ A ma chère binôme Naima et sa famille ;

✚ A mes amis plus particulièrement Wassila , Amel, Lynda et Salha ;

*✚ A tous mes enseignants et mes amis de la promotion oléiculture
oléotechnie 2016/2017.*

LILIA

Liste des abréviations

°C : Degrés Celsius

A.G.M.I : Acide gras monoinsaturés ;

A.G.M.I : Acide gras monoinsaturés ;;

C.O.I : Conseil Oléicole International.

C.P.G : Chromatographie en phase gazeuse ;

CE: Communauté Européenne ;

Cm : Centimètre ;

D : Durée de stockage des échantillons ;

D.R.D.P.A : Direction de la Régulation de la Production Agricole.

E : Echantillon ;

H.O.V : Huile D'olive Vierge ;

H.O.V.C : Huile D'olive Vierge Courante ;

H.O.V.L : Huile D'olive Vierge Lampante ;

Ha : Hectare.

Hl : Hectolitre ;

I.S.O : Organisation internationale de normalisation.

IA : Indice d'acide ;

I₂ : Indice d'iode ;

Ip : Indice de peroxyde ;

IS : Indice de saponification ;

J : Jours ;

Kg : Kilogram **A.G.P.I** : Acide gras polyinsaturés ;me ;

KOH : Hydroxyde de potassium ;

L : Liter ;

l/q : Litre/quintal ;

M.A.D.R.P : Ministère de l'Agriculture, du Développement Rurale et de la Pêche

Méq : Méliéquivalent ;

Mg : Milligramme ;

NaOH : Hydroxyde de sodium ;

Nm : Nanomètre

O.N.F.A.A : Observatoire National des Filières Agricoles et Agroalimentaires.

O₂ : Dioxygène ;

OOL : dioléolinoléine ;

OOO : trioléine ;

P.P.M : Partie Par Million ;

POL : palmitooléolinoleine ;

POO : dioléopalmitine ;

Qx : Quintaux ;

SOO : dioléostéarine.

Sp : Sous espèce ;

Sub : Subdivisé ;

t : tonne.

UE : Union Européenne.

UV : Ultra Violet ;

Var : Variété.

ω_6 : Oméga 6(n-6) ;

ω_9 : Oméga 9 (n-9) ;

ω_3 : Oméga 3 (n-3);

Liste des tableaux

Tableau 01: Principales variétés d'olivier cultivées en Algérie.....	06
Tableau 02: Composition physique de l'olive.....	07
Tableau 03 : Composition chimique de fruit de l'olivier.....	07
Tableau 04 : Classification de l'huile d'olive.....	09
Tableau 05 : Caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive vierge.....	10
Tableau 06 : Composition de l'huile d'olive en acide gras.....	11
Tableau 07 : Résultats de l'enquête sur les techniques oléicoles.....	30
Tableau 08 : Durée de stockage des olives au niveau des exploitations et des unités de trituration.....	31
Tableau 09 : Valeurs moyennes de la teneur en eau et en matière volatiles pour les huiles d'olives analysées.....	32
Tableau 10 : Valeurs moyennes de l'extinction spécifique à 232 nm pour les huiles d'olives analysées.....	33
Tableau 11 : Valeurs moyennes de l'extinction spécifique à 270 nm pour les huiles d'olives analysées.....	34
Tableau 12 : Valeurs moyennes de l'indice d'acidité des huiles d'olive analysées.....	35
Tableau 13 : Résultats du test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% pour l'effet de la durée du stockage des olives sur l'acidité des huiles analysées.....	36
Tableau 14 : Valeurs moyennes de l'indice de peroxyde des huiles d'olives.....	37
Tableau 15 : Résultats du test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% pour l'effet de la durée du stockage des olives sur l'indice de peroxyde des huiles analysées.....	38
Tableau 16 : Valeurs moyennes en polyphénols des huiles d'olives analysées.....	39
Tableau 17: Résultats du test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% pour l'effet de la durée du stockage des olives sur les polyphénols des huiles analysées.....	40
Tableau 18 : Valeurs moyennes de l'indice d'iode des huiles d'olives analysées.....	40
Tableau 19 : Résultats du test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% pour l'effet de la durée du stockage des olives sur l'indice d'iode des huiles analysées.....	41
Tableau 20 : Valeurs moyennes de l'indice de saponification des huiles d'olives analysés.....	42
Tableau 21 : Résultats du test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% pour l'effet de la durée du stockage des olives sur pour l'indice de saponification des huiles analysées.....	43

Tableau 22 : Valeurs moyennes de la teneur des chlorophylles et des caroténoïdes des huiles d'olives analysé.....	44
Tableau 23 : Résultats du test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% sur l'effet de la durée du stockage des olives sur les chlorophylles des huiles analysées	45
Tableau 24 : Résultats du test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% sur l'effet de la durée du stockage des olives sur les caroténoïdes des huiles analysées	45
Tableau 25 : Composition en acides gras (%) des l'huiles d'olive analysées.....	47

Liste des figures

Figure 01 : Système d'extraction discontinu par presse.....	15
Figure 02 : Système d'extraction continu avec centrifugation à trois phases	16
Figure 03 : Système d'extraction continu avec centrifugation à deux phases.....	16
Figure 04 : Valeurs moyennes de la teneur en eau et en matières volatiles des huiles d'olives analysées.....	32
Figure 05 : Valeurs d'extinction spécifique à 232 nm pour les huiles d'olives analysées	33
Figure 06 : Valeurs d'extinction spécifique à 270 nm pour les huiles d'olives analysées	34
Figure 07 : Valeurs moyennes de l'indice d'acidité des huiles d'olive analysées	35
Figure 08 : Valeurs moyennes de l'indice de peroxyde des échantillons des huiles d'olives analysées.....	37
Figure 09 : Valeurs moyennes en polyphénols des huiles d'olives analysées exprimées en ppm.....	39
Figure 10 : Valeurs moyennes de l'indice d'iode des huiles d'olives analysées exprimées en g d'iode/100kg d'huile	41
Figure 11 : Valeurs moyennes de l'indice de saponification des huiles olive analysées.....	42
Figure 12 : Teneurs moyennes en chlorophylle et caroténoïdes des huiles analysés.....	44



Sommaire

Sommaire

Introduction	1
Première partie: Synthèse bibliographique	
Chapitre I: Généralité sur l'olivier	
1. Origine et botanique de l'olivier.....	3
2. L'oléiculture	3
2.1. Dans le monde	3
2.2. En Algérie.....	4
2.3. Dans la wilaya Tizi-Ouzou.....	4
3. Principales variétés cultivées en Algérie.....	4
4. L'olive	7
4.1. Description de l'olive.....	7
4.2. Composition de l'olive.....	7
4.3. Maturation et récolte des olives	8
Chapitre II : L'huile d'olive	
1. Définition et classification.....	9
2. Caractéristiques qualitatifs de l'huile d'olive.....	9
2.1. Donnés physico-chimiques.....	9
2.2. Caractéristiques sensorielles.....	10
3. Composition générale de l'huile d'olive	11
3.1. Fraction saponifiable	11
• Acide gras.....	11
• Les triglycérides	11
3.2. Fraction insaponifiable	12
• Tocophérols.....	12
• Les stérols	13
• Les hydrocarbures	13
• Les pigments	13
• Composant aromatiques	13
3.3 Les composés phénoliques	13
4. Méthode d'élaboration de l'huile d'olive.....	13
4-1 La récolte des olives	13
4-2 Transport, réception, stockage des olives	14

Sommaire

4-3 Transformation des olives	14
-------------------------------------	----

Chapitre III : Qualité de l'huile d'olive

1- Définition de la qualité	17
2- Facteurs influençant la qualité de l'huile de l'olive	17
2.1. Facteurs pédoclimatiques et agronomiques	17
2.2. Facteurs technologiques	20
2.2.1. Stockage des olives	20
2.2.2. Le mode d'extraction de l'huile d'olive	21
2.2.3. Conservation de l'huile d'olive : conditionnement, emballage et stockage	22

Deuxième partie: Matériel et Méthodes

Chapitre I: Matériel et Méthodes

1. Présentation de la région d'AZAZGA	23
2. Echantillonnage	23
3. Méthodes Analyses	24
3.1. Analyses physiques	24
• Détermination de la teneur en eau et en matières volatile	24
• Détermination de l'absorbance en ultras violet	24
3.2. Analyses chimiques	25
• Détermination de l'indice d'acidité	25
• Détermination de l'indice de peroxyde	26
• Détermination de l'indice de saponification	26
• Détermination de teneur en composés phénoliques	27
• Détermination de la teneur en chlorophylle et caroténoïde	27
• Détermination de l'indice d'iode	28
• Composition en acide gras	28
4. Analyse statistique	29

Chapitre II: Résultats et discussion

A- Résultats	30
1. Résultats de l'enquête	30
2. Analyse physique	31

Sommaire

2.1.La teneur en eau et en matière volatiles	31
2.2.Absorbance spécifique dans l'ultraviolet 232 nm et 270 nm.....	32
3. Analyse chimique	35
3.1. L'acidité	35
3.2. Indice de peroxyde	36
3.3. Les poly phénols	38
3.4. L'indice d'iode	40
3.5. Indice de saponification	42
3.6. La teneur des chlorophylles et des caroténoïdes	43
3.7. La composition en acides gras	46
B- Discussions.....	49
Conclusion et perspectif	51
Références bibliographiques	
Annexe	

Résumé

Le présent travail consiste en une étude de l'impact de la durée du stockage des olives sur la qualité d'huile, évaluée par des analyses physico-chimiques de neuf échantillons d'huile provenant de la région Azazga. Les olives émanent de lots hétérogènes avec des durées de stockage différentes.

Les résultats obtenus montrent que la durée du stockage des olives avant transformation influe sur la qualité d'huile produite. En effet les paramètres de qualité telle que l'indice d'acidité, l'indice de peroxyde et les absorbance en UV varient avec le prolongement du stockage des olives. Les échantillons qui présentent des valeurs élevées en indices d'acidité, de peroxyde et des teneurs faibles en polyphénols ont été stockées plus de 25j.

Mots clés : olives, durée de stockage, paramètres physico-chimiques, qualité d'huile.

Abstract

The present work consists of a study of the impact of storage period for olives on oil quality, evaluated by Physico-chemical analyzes of nine oil samples from the Azazga region. The olives emanate from heterogeneous batches with different storage times.

The results obtained show that the storage time of the olives before processing, affects the quality of the oil produced. Indeed, the quality parameters such as the acid value, the peroxide value and the UV absorption vary with the extension of olive storage. Samples that have pupil values in acidity peroxide and low phenolic contents were stored more than 25 days.

Keywords: olives, storage period, Physico-chemical analyzes, oil quality.



Introduction

L'olivier (*Olea europaea* L.) est une espèce ligneuse et résistante dont l'origine est l'Est du bassin méditerranéen. C'est un arbre ancestral qui se cultive principalement à l'Ouest du bassin méditerranéen (Lavee, 1997) et a été introduit en Amérique, en Australie et en Afrique du Sud.

L'Algérie fait partie des principaux pays méditerranéens dont le climat est très propice à sa culture. Elle est classée septième producteur mondial d'huile d'olive.

L'olivier constitue l'activité arboricole majoritaire du pays, avec 471 657 hectares. Il est présent à travers l'ensemble du territoire national en raison de ses capacités d'adaptation à tous les étages bioclimatiques. L'oléiculture algérienne est caractérisée par une large gamme de variétés, dominée par la variété Chemlal destinée à la trituration. Le verger oléicole est localisé en grande partie en zone de montagne dans la Kabylie pour la production d'huile d'olive, qui domine la quasi-totalité de la production nationale. Actuellement, l'huile d'olive est consommée pratiquement dans sa totalité dans les zones de production.

La qualité de l'huile d'olive vierge, la seule huile alimentaire pouvant prétendre au qualificatif de « naturelle », est intimement liée aux valeurs nutritionnelles, biologiques et organoleptiques de l'huile. Le terme « qualité » englobe de nombreuses caractéristiques physiques, chimiques et organoleptiques qui peuvent être mesurées par différentes méthodes d'analyses (Chimi, 2006).

La qualité de l'huile d'olive commence au moment de la plantation d'une variété, qui continue à travers la conduite culturale de l'olivier, l'époque et les modalités de récolte, la durée du stockage au niveau de l'oliveraie, les conditions de transport des fruits, la durée du stockage avant transformation, la conduite technologique d'extraction, ainsi que les conditions de stockage et de distribution de l'huile.

L'objectif principal de notre expérimentation est l'étude de l'impact de la durée du stockage des olives depuis la récolte des olives au niveau de l'exploitation jusqu'à leur transformation dans l'huilerie sur la qualité d'huile.

Pour atteindre notre objectif, des analyses physico-chimiques ont été réalisées sur neuf échantillons d'huiles d'olive de la région d'Azazga, choisis d'une façon aléatoire, dont les durées du stockage des olives avant leurs triturations ont été déterminées par voies d'enquête auprès des oléiculteurs et des oléifacteurs.

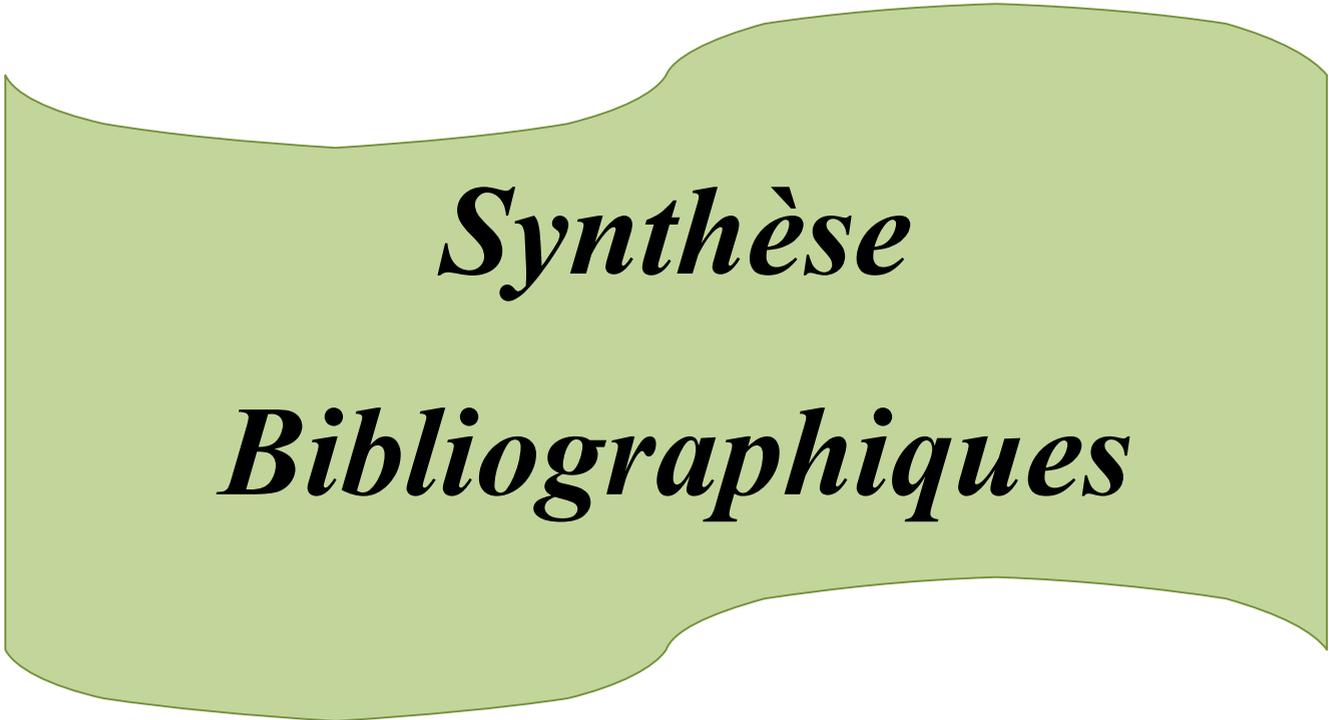
Le présent travail s'articulera en deux parties :

La partie synthèse bibliographique qui comprend trois chapitres : généralité sur l'olivier, l'huile d'olive et enfin qualité de l'huile d'olive.

La deuxième partie est la partie expérimentale qui inclut deux chapitres : matériel et méthodes qui décrivent les différentes méthodes utilisées pour l'analyse des huiles

échantillonnées et la présentation des résultats qui sont discutés avec ceux édités dans la littérature.

Notre travail sera finalisé par une conclusion qui mettra en avant l'essentiel de nos résultats avec nos perspectives.



Synthèse

Bibliographiques

***Chapitre I : Généralités sur
l'olivier***

1. Origine et botanique de l'olivier

a- Origine de l'olivier

L'olivier fut l'un des premiers arbres cultivé avec le figuier et le dattier (Zohary Spiegel-Roy, 1975 et Belaj *et al.*, 2010). Son origine remonte à 50 000 - 60 000 ans en Syrie, en Asie mineure et au Proche-Orient. Sa domestication aurait débuté environs 6000 ans à l'est de la Méditerranée (Galili *et al.*, 1997). Par la suite, l'olivier a été étendue vers l'Occident par les phéniciens et les Grecs, puis par les Carthaginois, les Romains et les Arabes (Civantos, 2008; Carrion *et al.*, 2010 in Boutkhila, 2012). Ce n'est qu'au 19^{ème} siècle, que la culture de l'olivier s'implanta sur tout le pourtour de la Méditerranée (Amourtti et Come, 2000 in Boutkhila, 2012).

b- Botanique et taxonomie

L'olivier (*Olea europaea* L.), est une espèce pérenne, à feuilles persistantes caractérisée par une longue longévité (jusqu'à 2000 ans) et à pollinisation anémophile (Lewington et Parker, 1999).

L'olivier appartient à l'ordre des Ligustales, la famille des Oléacées et au genre *Olea* qui comprend 30-35 espèces. L'espèce *Olea europaea* L., subdivisé en deux sous espèces :

- *Olea europaea* L., *sub-sp europaea* ou olivier cultivé, constituée par un grand nombre de variétés améliorées, multipliées par bouturage ou par greffage.
- *Olea europaea* L., *sub-sp oléastre* ou *olea europaea* L., *var. sylvestris* se présente sous la forme d'un buisson épineux à fruits généralement petits. Cette forme est répandue autour de la Méditerranée (Argenson *et al.*, 1999).

2. L'oléiculture

2.1. L'oléiculture dans le monde

Selon le Conseil Oléicole International (COI, 2016), la production mondiale de l'huile d'olive durant la campagne 2015/2016 a atteint 3 159 500 t. La production européenne a atteint 2 322 000 t, avec l'Espagne en tête (1 401 600 t), suivie de l'Italie (474 600 t), et de la Grèce (320 000 t).

Par ailleurs, la production d'huile d'olive pour la campagne 2016/2017 est de 2713500t, soit une diminution de 14 % par rapport à la campagne 2015/2016.

2.2. L'oléiculture en l'Algérie

L'Algérie est actuellement classée septième pays mondiale, producteur de l'huile d'olive (Nourhane, 2015).

L'oléiculture détient la première place avant les agrumes et la vigne ; elle occupe 30% de la superficie l'arboricole algérienne. Elle est présente sur l'ensemble du territoire de l'Est à l'Ouest, et du Nord au Sud (jusqu'à Tamanrasset). L'oléiculture a toujours résisté aux différents types d'agressions (Ghezlaoui, 2011).

La superficie oléicole au cours de la campagne 2015/2016; selon la Direction de la régulation de la production agricole (D.R.D.P.A) est de plus 471 657 ha. Cette superficie a connu une augmentation de près de 16% comparativement à la campagne 2014/2015 qui était de 407 185 ha (ONFAA, 2016).

Selon le Ministère de l'Agriculture, du Développement Rurale et de la Pêche (M.A.D.R.P), la production oléicole pour la campagne 2015 /2016 est de l'ordre de 93 millions de litres d'huile (Zaid, 2017).

2.3. L'oléiculture dans la wilaya Tizi- Ouzou

La wilaya de Tizi-Ouzou se caractérise par une oléiculture de montagne, se sont des oliveraies séculaires typiquement extensives dont les pratiques culturales sont très restreintes. Elle reste spécialisée dans la production d'huile d'olive. Ces oliveraies se rencontrent généralement sur des reliefs accidentés, des terres pauvres où la pluviométrie mal répartie, présentant un matériel oléicole très varié avec la dominance de la variété Chemlal. Ce type d'oliveraie se situe en majeure partie au centre, l'est, et au sud de la wilaya. La répartition des arbres reste hétérogène avec une densité de plantation de 40 à 70 arbres /ha ayant un âge dépassant très souvent 75 ans qui est l'âge limite de pleine production (Daoudi, 1994 *in* Boukhari, 2014).

La willaya de Tizi-Ouzou est classée deuxième au niveau national avec une superficie de 35 912 ha pour la campagne 2015/2016. La production d'olive enregistrée pour cette même année est de 534 642 qx avec une production d'huile de 102 710 hl et un rendement moyen de 19 l/ql. (D.S.A, 2016).

3. Principales variétés cultivées en Algérie

L'oléiculture algérienne est constituée d'une gamme diversifiée de variétés d'olivier. Dans la région centre, la variété Chemlal est la plus représentative, elle occupe environ 55% de la superficie oléicole du pays. Dans la région oranaise, la variété Sigoise, occupe la plus

grande partie des oliveraies (plaines de Sig et de Tlemcen) avec un taux de 80 à 90% (Saad, 2009).

On distingue différentes variétés d'olivier en fonction de la destination finale du fruit, soit trois typologies (Olive à huile, olive de table et olive mixte) (Villa, 2006 *in* Touati, 2013).

Les principales variétés d'olivier cultivées en Algérie sont représentées dans le Tableau 01.

Tableau 01: Principales variétés d'olivier cultivées en Algérie (Mendil et Sebai, 2006).

Variétés et synonymes	Origines et diffusion	Caractéristiques
Azeradj :Aradj « adjeraz »	Kabylie (Région de Sedouk-Willaya de Bejaïa) : occupe 10 % de la superficie oléicole national, souvent en association avec la variété Chemlal, dont elle est le pollinisateur	Variété de saison et résistante à la sécheresse. Fruit de poids élevé 4 à 6 g, de forme allongée. Rendement en huile 24 à 28%. Variété à double aptitude
Chemlal, Achamlal- Achamli- Achemlal	Kabylie : occupe 40 % du verger oléicole algérien	Variété rustique, tardive et autostérile, toujours associée à d'autres variétés assurant sa pollinisation (Azeradj ou sigoise). Fruit de poids faible 2,5g. Rendement en huile 18 à 22%. Variété à huile
Grosse de Hamma, syn Qelb Ethour coeur de bœuf	Hamma (Constantine), diffusion restreinte	Variété précoce, rustique, résistante au froid et à la sécheresse ; floraison précoce d'une intensité élevée ; fruit de poids très élevé et de forme allongée ; le rendement de 16 à 20%. Variété à double aptitude
Limli : Imli, limeli	Sidi aiche (Bejaïa) : occupe 8 % du verger oléicole algérien, localisée sur les versants montagneux de la basse vallée de la Soummam jusqu'au littoral.	Variété précoce, peu tolérante au froid, résistante à la sécheresse. Fruit de poids faible 2g et de forme allongée, rendement en huile de 20 à 24 %. Variété à huile
Longue de Miliana	Originaire de Miliana, localisée dans la région d'El- Khemis Miliana, Cherchell et le littoral de Ténès	Variété tardive, sensible au froid et à la sécheresse; la floraison précoce avec une intensité moyenne; le fruit est de poids moyen et de forme sphérique; rendement en huile 16 à 20%. Variété à double aptitude
Rougette de Mitidja	Plaine Mitidja	Variété rustique; fruit d'un poids moyen et allongé, rendement en huile 18 à 20 %. Variété à huile
Sigoise ; olive de Tlemcen, olive du Tell	Plane de Sig (Mascara) : occupe 25 % du verger oléicole algérien	Variété tolérante aux eaux salées, moyennement résistante au froid et à la sécheresse ; rendement en huile 18 à 22 %. Variété à double aptitude

4. L'olive

4.1. Description de l'olive

Le fruit est une drupe charnue, de forme ellipsoïde, allongée ou ovale, très variable suivant les variétés, d'un diamètre compris entre 1 et 3 cm. La couleur du péricarpe (peau de l'olive) passe du vert tendre, au violet rouge et vire au brun noir à maturité. La pulpe contient l'huile et constitue la partie comestible du fruit. L'olive contient à maturité jusqu'à 35% de son poids en huile, le noyau de la plupart des cultivars est semi-libre et se sépare facilement du mésocarpe (Argenson *et al.*, 1999).

L'endocarpe est constitué par un noyau fusiforme, très dure protégeant une seule graine à albumen cellulaire qui est l'amandon. Ce noyau est de forme très variable et caractéristique de la variété dont il provient (Loussert et Brousse, 1978).

4.2. Composition de l'olive

a- Composition physique

La composition physique de l'olive est donnée dans le Tableau 02

Tableau 02: Composition physique de l'olive (Nefzaoui, 1983)

Composition	Poids/poids de l'olive (%)
Epicarpe	2 - 2,5
Mésocarpe	71 ,5 - 80,5
Endocarpe	17,3 - 23,0
Amandon	2,0 - 5 ,5

b- Composition chimique

La composition chimique de l'olive est en fonction de plusieurs paramètres tels que : la variété, le climat et les conditions culturales.

Le tableau 03 montre la composition du fruit en fonction des parties anatomiques (Maillard, 1975).

Tableau 03: Composition chimique du fruit de l'olivier (Maillard, 1975).

	Eau %	Lipides %	Protide%	Glucides%	Cendres%
Pulpe (épicarpe+mésocarpe)	24,2	56,40	6,8	9,9	2,66
Endocarpe (coque de noyau)	4,2	5,25	15,6	70,3	4,16
Amandon	6,2	12,26	13,8	65,6	2,16

4.3. Maturation des olives

La maturation est un processus physiologique et biochimique intervenant vers la fin du cycle végétatif annuel de l'olivier (Boukhenza, 2008). C'est la phase durant laquelle le fruit s'enrichit en huile et acquiert toutes ses qualités diététiques et organoleptiques (Loussert et Brousse, 1978).

Selon Mahhou *et al.*, (2014), le poids du fruit est fortement corrélé avec l'indice de maturité.

Argenson *et al.*, (1999), signale que la maturation intervient en mi-octobre quand le fruit commence à changer de couleur (véraison), et se poursuit jusqu'à mi-novembre ou janvier selon les cultivars et les conditions climatiques. Les variétés récoltées en vert sont cueillies avant complète maturité vers mi- septembre-octobre, les variétés destinées à la production de l'huile sont récoltées de novembre à fin janvier.

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

1. Définition et classification

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

Selon le COI 2015, la classification d'huile d'olive est en fonction des évolutions chimiques et organoleptiques. On distingue différentes catégories (Tableau 04).

Tableau 04 : Classification de l'huile d'olive (COI, 2015).

Catégorie de l'huile d'olive		Acidité (%)
Huile d'olive vierge	Huile d'olive extra vierge	$\leq 0,8$
	Huile d'olive vierge	≤ 2
	Huile d'olive vierge courante	$\leq 3,3$
	Huile d'olive vierge lampante	$\geq 3,3$
Huile d'olive raffiné	(obtenue des huiles d'olive vierges par des techniques de raffinage).	$\leq 0,3$
Huile d'olive	(constituée par coupage d'huile d'olive raffinée et d'huile d'olive vierge propre à la consommation)	≤ 1
Huile de grignon d'olive	Huile de grignon d'olive brute	-
	Huile de grignon d'olive raffiné	$\leq 0,3$
	Huile de grignon d'olive	≤ 1

2. Caractéristiques qualitatifs de l'huile d'olive

La qualité de l'huile d'olive vierge est déterminée par des analyses physico-chimiques et organoleptiques (sensorielles).

2.1. Données physico-chimiques

Les principales caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive sont présentées dans le tableau 05.

Tableau 05 : Caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive vierge (COI, 2015).

Teneur en eau(%)	$\leq 0,2$
Densité relative (20°C/eau à 20°C)	0,910-0,916
Acidité (%) (g d'acide Oléique/100g d'huile)	≤ 2
Indice de réfraction (n_D 20°C)	1,4677 - 1,4705
Indice de peroxyde (még O ₂ /Kg d'huile)	≤ 20
Indice d'iode (g d'iode / 100g d'huile)	75 – 94
Indice de saponification (mg KOH/Kg d'huile)	184-196
Absorbance dans l'ultraviolet à 232 nm	$\leq 2,6$ nm
Absorbance dans l'ultraviolet à 270 nm	$\leq 0,25$ nm
Δk	$\leq 0,01$

2.2. Caractéristiques sensorielles

L'huile d'olive est un liquide limpide, jaune ou jaune vert, insoluble dans l'alcool, miscible à l'éther diéthylique et à l'éther de pétrole. Une huile d'olive vierge de qualité doit comporter des attributs positifs et absence des attributs négatifs. L'intensité des défauts perçus et du fruité est déterminé par un groupe de dégustateurs constitués en jury (COI, 2015).

➤ Attributs positifs

Fruité : Ensemble des sensations olfactives caractéristiques de l'huile, dépendant de la variété des olives, provenant de fruits sains et frais, verts ou mûrs.

Amer : Goût élémentaire caractéristique de l'huile obtenue d'olives vertes ou au stade de la véraison.

Piquant : Sensation tactile de picotement, caractéristique des huiles produites au début de la campagne, principalement à partir d'olives encore vertes.

➤ Attributs négatifs

Chômé : 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.

Moisi –humide : Flaveur caractéristique de l'huile obtenue d'olives attaquées par des moisissures et des levures suite à un stockage des fruits pendant plusieurs jours dans l'humidité

Rance : Flaveur des huiles ayant subi un processus d'oxydation intense.

Vineux-vinaigré : Flaveur caractéristique de certaines huiles rappelant le vin ou le vinaigre.

3. Composition générale de l'huile d'olive

3.1. Fraction saponifiable

➤ Les Acides gras

L'huile d'olive se caractérise par une composition en acides gras bien équilibrée; elle est très riche en acide oléique (mono insaturé), contient peu d'acide gras saturé (acide myristique, acide palmitique, et l'acide stéarique), modéré en acide linoléique et une faible teneur en acide linoléique (polyinsaturé) (Alais *et al.*, 2003). La composition en acide gras est très variable, elle dépend de la variété d'olives, et de la région de production (Daoudi F.D. *et al.*, 1981 *in* Benrachou, 2013).

Le tableau 06 présente les principaux acides gras dans l'huile d'olive.

Tableau 06 : Composition de l'huile d'olive en acide gras (COI, 2015).

Acide gras	Formule brute	Teneur %
Acide myristique	C ₁₄ :0	≤ 0,03
Acide palmitique	C ₁₆ :0	7,5-20
Acide stéarique	C ₁₈ :0	0,5-5
Acide oléique	C ₁₈ :1 ₉	55-83
Acide linoléique	C ₁₈ :2 ₆	3,5-21
Acide linoléique	C ₁₈ :3 ₃	≤ 1
Acide arachidique	C ₂₀ :0	0,6
Acide palmitoléique	C ₁₆ :1 ₇	0,30-3,50
Acide gadoléique	C ₂₀ :1	0,4

➤ Les triglycérides

Dans l'huile d'olive les triglycérides représentent entre 98- 99% de la masse totale (Veillet, 2010). Ils proviennent de l'estérification des trois fonctions alcools du glycérol par des acides gras. Les triglycérides sont couramment désignés par trois lettres correspondant aux abréviations des acides gras

Les triglycérides qui se trouvent dans des proportions significatives dans l'huile d'olive sont: OOO (40-59%), POO (12-20%), OOL (12,5-20%), POL (5,5-7%) et SOO (3-7%) (Casadei E., 1978; Catalano M., 1968 *in* Benrachou, 2013).

3.2. Fraction insaponifiable

Les substances insaponifiables représentent l'ensemble des constituants (naturels) qui ne réagissent pas avec un hydroxyde alcalin pour donner des savons (Harwood et Aparicio, 2000). Ces composés dits "mineurs" sont néanmoins très importants notamment les tocophérols et les phénols qui jouent un rôle important comme antioxydants naturels (Baccouris *et al.*, 2006).

➤ Les tocophérols

Les tocophérols sont reconnus pour leur double action bénéfique, ils ont des vitamines liposolubles (vitamine E) et une forte activité anti oxygène (Burton, 1986 *in* Veillet, 2010). L'huile d'olive contient des tocophérols α , β , γ . Le α -tocophérol (vitamine E) est majoritaire à plus de 88% avec une teneur moyenne d'environ 12 à 25 mg/100g (Psomiadou *et al.*, 2000). La quantité de tocophérols dans l'huile d'olive dépend non seulement de la présence de ces composés dans l'olive mais aussi d'autres facteurs impliqués dont la variété d'olive, sa maturité (Aparicio et Luna, 2002) ainsi que les conditions et la durée de la conservation, le transport et le procédé de traitement du fruit (Kiritsakis et Markakis, 1987; Psomiadou *et al.*, 2000; Guiland, 2003 *in* Benabid, 2009).

➤ Les stérols

L'huile d'olive est la seule huile qui contient un taux élevé du beta-sitostérol, substance qui s'oppose à l'absorption intestinale des cholestérols (COI, 2015).

➤ Les hydrocarbures

Le composant majeur est le squalène qui constitue 30 à 50 % de cette fraction. C'est un hydrocarbure polyénique dont la teneur est plus élevée que dans n'importe quelle autre huile végétale ou animale. Le squalène est un précurseur métabolique du cholestérol et autres stérols (Samaniego-Sanchez *et al.*, 2010 *in* Benrachou, 2013).

➤ Les pigments

La couleur de l'huile d'olive est liée à la présence d'une gamme de pigments dont les principaux sont les chlorophylles qu'on retrouve naturellement dans les olives, et les caroténoïdes. 40 à 80% des chlorophylles sont perdues lors de l'extraction de l'huile d'olive. (Rojas et Minguez-Mosquera 1996 ; Roca et Minguez-Mosquera, 2001 ; EL-Antari *et al.*, 2003 *in* Ghalmi, 2012).

➤ Les composants aromatiques

Les composés aromatiques sont des molécules de faible poids moléculaire possédant une volatilité à température ambiante. Ces composés volatiles sont majoritairement des produits de l'oxydation des acides gras. D'une manière générale, les enzymes endogènes présentes dans l'olive, vont dégrader les acides gras par des voies de lipoxygénases et ces produits de dégradation vont être associés aux perceptions positives des arômes de l'huile d'olive. A l'inverse, les produits d'oxydation chimique ou dus à des enzymes exogènes (activité microbiologique) seront généralement associés à des défauts sensoriels (Angerosa, 2002 et Venkateshwarlu, 2004 *in* Veillet, 2010).

3.3. Les composés phénoliques

L'une des caractéristiques les plus importantes de l'huile d'olive est sa richesse en composés phénoliques. La teneur de ces composés varie d'un composé à un autre (Yang *et al.*, 2007).

Les composés phénoliques de l'huile sont originaires du fruit. Les principaux composés phénoliques qui existent dans le fruit de *Olea europaea* sont l'oleuropéine, la dimethyloleuropeine, ligstroside et la verbascoside. Le tyrosol et l'hydroxytyrosol sont des dérivés de l'hydrolyse de l'oleuropéine et du ligstroside. Les composés phénoliques sont transférés dans l'huile durant le processus de trituration. Ce passage dans l'huile, se passe déjà au niveau des tissus, mais le processus de l'extraction ne fait que réduire leur concentration. Ce sont des phénols simples qui existent dans l'huile tels que : tyrosol et hydroxytyrosol; des phénols acides qui sont les dérivés des acides hydroxybenzoïque, hydroxycinnamique et d'autres produits de dégradation des glucosides : l'acide caféique, l'acide p-coumarique ou encore l'acide vanillique. (Brenes *et al.*, 2002 ; Ocakoglu *et al.*, 2009 *in* Benrachou, 2013).

Ces composés phénoliques sont généralement liés aux goûts piquant, amer et astringent de l'huile qui contribuent largement à sa stabilité (Brenes, 2000 *in* Veillet, 2010).

4. Méthode d'élaboration de l'huile d'olive

4.1. La récolte des olives

Selon Loussert et brousse (1978) y'a deux facteurs à considérer lors de la récolte des olives :

- Le degré de maturité des olives : qui est assez difficile à déterminer car il varie selon la région, les conditions climatiques, culturelles et sanitaires. C'est pour ces raisons qu'il est difficile de récolter toutes les olives au moment le plus favorable.
- Système de récolte : généralement les méthodes de récolte des olives sont traditionnelles, 90% des agriculteurs utilisent le gaulage et 10% la cueillette ou les ramassent manuellement lorsqu'elles sont tombées (Chimi, 2001).

4.2. Mode de transport, réception et stockage des olives

a- Mode de transport

Le moyen le plus approprié pour le transport des olives est dans des caisses en plastique permettant la circulation de l'air et évitant des réchauffements préjudiciables causés par l'activité catabolique des fruits. Ces caisses limitent la couche d'olives et réduisent donc le danger d'écrasement. Par contre, le transport des olives dans des sacs en jute est peu rationnel, car cette modalité provoque des lésions aux drupes, surtout si elles sont très mûres (Ouaouich et Chimi, 2007).

b- Réception

L'aire de réception des huileries doit être prête pour assurer le déchargement et faciliter les opérations de manutention. L'huilerie pouvant traiter la récolte d'un même verger, ou de provenance diverses, l'hétérogénéité des fruits et des conditions dans lesquelles ils y parviennent, donnent des résultats différents (Loussert et Brousse, 1978).

c- Stockage

Les olives avant d'être triturées subissent un stockage dans l'huilerie, quand la cadence de réception est supérieure à la capacité de trituration, mais également dans le but de la constitution d'une quantité suffisante d'olive pour alimenter les machines (Ouaouich et Chimi, 2007).

4.3 Transformation des olives

Une fois cueillies, les olives sont triées afin d'éliminer les brindilles et les feuilles puis elles sont lavées à l'eau froide. Ces dernières sont broyées à l'aide d'un broyeur métallique (à marteaux, disques dentés ou cylindres striés) et aboutit à la formation d'une pâte. Pour faciliter l'extraction de l'huile, ce type de broyage doit être complété par un malaxage, étape permettant de réunir en une phase continue les gouttes d'huiles dispersées dans la pâte (Benyahia et Zein, 2003 *in* Meziani, 2015).

Divers systèmes d'extraction sont employés pour extraire l'huile des olives (Chimi, 2006) :

a- Système d'extraction discontinu par presse

Ce système utilise des presses métalliques à vis ou, les cas échéants des presses hydrauliques. La pâte issue de broyage est empilée sur les scourtins. L'opération de pressage dure au moins 45 mn. Le système d'extraction discontinu par presse est représenté par la figure 01.

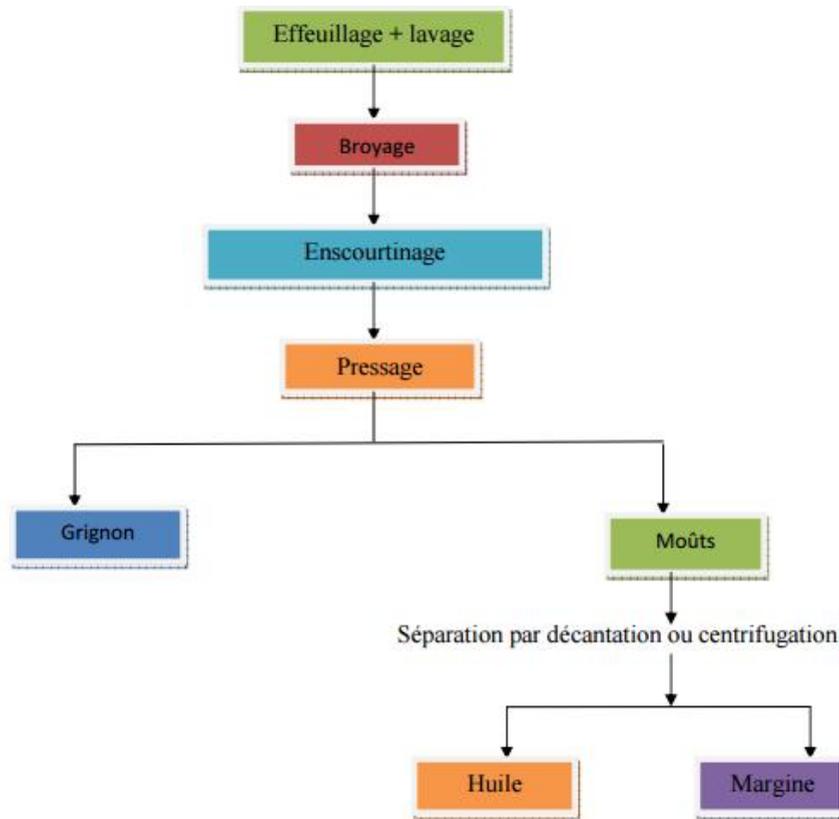


Figure 01 : Système d'extraction discontinu par presse.

b- Système d'extraction continu avec centrifugation à trois phases

Les trois phases sont : huile, margine et grignon. L'introduction de ces systèmes d'installations « continues » a permis de réduire les coûts de transformation et la durée de stockage des olives avec comme conséquence une production oléicole de moindre acidité. Le système d'extraction continu avec centrifugation à trois phases est représenté par la figure 02.

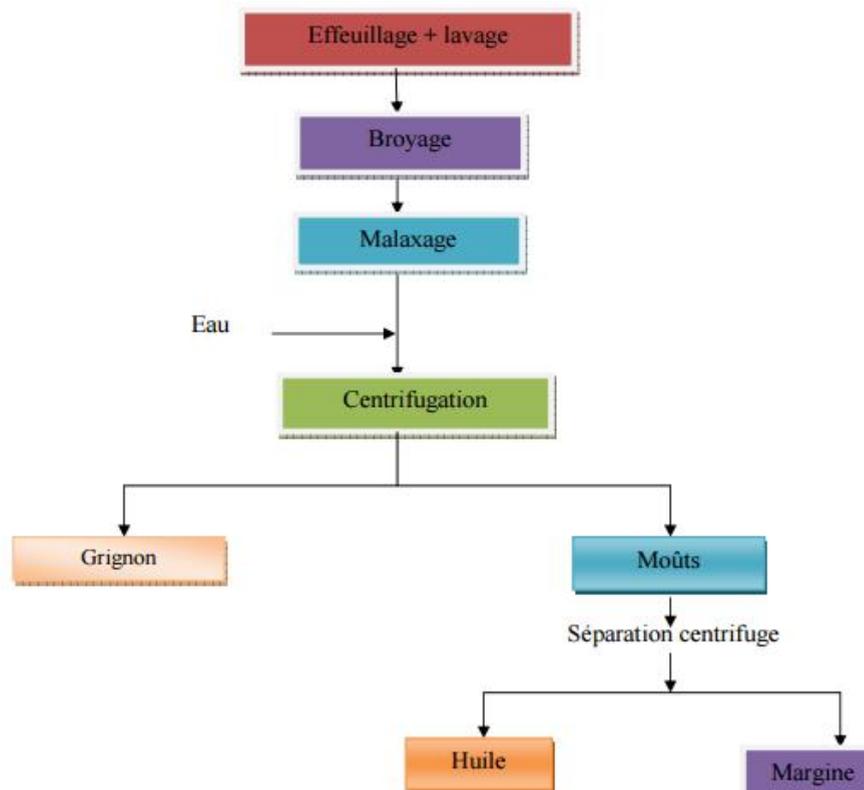


Figure 02 : Système d'extraction continu avec centrifugation à trois phases

c- Système d'extraction continu avec centrifugation à deux phases

Le procédé technologique d'extraction d'huile d'olive fonctionne avec un nouveau décanteur (centrifugation à deux phase : huile et grignon) qui ne nécessite pas l'ajout d'eau pour la séparation des phases huileuses et solide. Le système d'extraction continu avec centrifugation à deux phases est représenté par la figure 03.

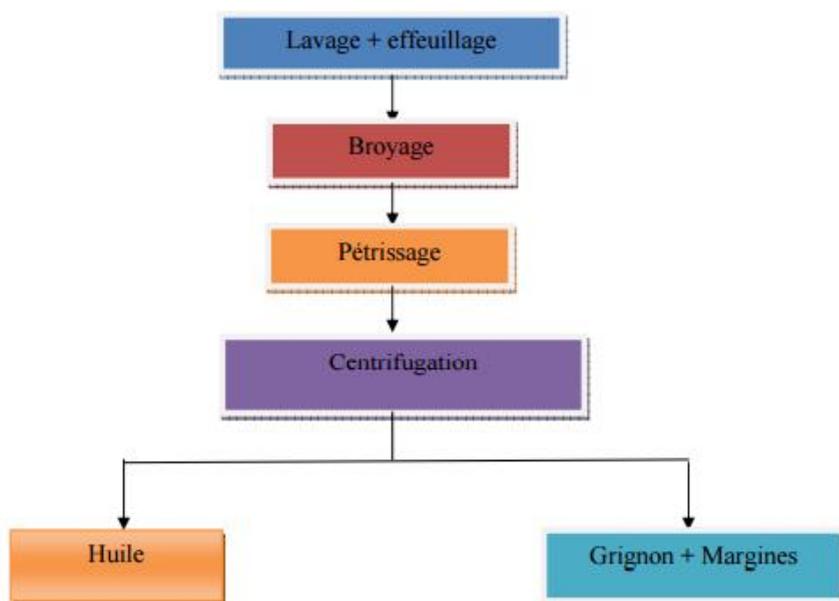


Figure 03 : Système d'extraction continu avec centrifugation à deux phases.

***Chapitre III : Qualité
de l'huile d'olive***

1. Définition de la qualité

La qualité est définie comme étant l'ensemble des caractéristiques chimiques, physiques et sensorielles, permettant de classer l'huile d'olive en différentes catégories conformément aux définitions de la norme commerciale adoptée par le Conseil Oléicole International (COI, 1994).

De point de vue réglementaire, le COI (2001) et la EC (1991) ont défini la qualité d'huile d'olive en se basant sur certains paramètres et indicateurs principalement : le degré d'acidité (exprimé en pourcentage d'acide oléique), l'indice de peroxyde, les valeurs d'extinctions spécifiques des absorbances dans l'UV à 232nm et à 270nm, et la note organoleptique.

2. Facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive

La qualité de l'huile d'olive est influencée par un certain nombre de facteurs. Parmi ces facteurs on note les aspects agronomiques, pédoclimatiques et technologiques.

2.1. Facteurs pédoclimatiques et agronomiques

➤ L'origine géographique et facteur climatique

La culture de l'olivier était associée à la zone de climat méditerranéen, ce dernier est caractérisé par la douceur de l'hiver qui est la saison humide et un été chaud.

Selon Loussert et Brousse (1978), l'olivier redoute des taux d'humidité élevés de l'air ambiant, ce qui interdit sa culture à proximité immédiate de la mer. Une humidité excessive et permanente favorise le développement de certains parasites. L'olivier est un arbre avide de lumière, il donne les meilleurs résultats sur les coteaux bien exposés au soleil.

L'altitude joue aussi un rôle important dans la composition chimique de l'huile d'olive. Les huiles des oliveraies en altitude sont plus riches en phénols que celles des oliveraies des plaines (Ocakoglu, 2008 *in* Boulfane *et al.*, 2014).

➤ Le sol

L'influence du sol sur la qualité de l'huile d'olive est un phénomène complexe : la nature du sol, le pH et la composition chimique peuvent influencer sur la qualité de l'huile. Ainsi, des terres grasses produisent des huiles moins aromatiques que les terres maigres. De plus, les huiles provenant des sols calcaires ont une acidité plus basse que celles des sols argileux (Demnati, 2008).

➤ **La variété**

La variété joue énormément sur la composition de l'huile et donc ses qualités gustatives. De nombreuses études ont montrés que certains cultivars de l'huile d'olives étaient plus riches en composés phénoliques que d'autre (Gomesz, 2008 *in* Veillet, 2010).

La nature et le taux des composants naturels existants dans l'huile tels que la chlorophylle, les polyphénols, les caroténoïdes, les acides gras (essentiellement l'oléique et le linoléique) déterminent la qualité de l'huile (Khlif et Rekik, 1996).

En règle générale, les variétés à gros fruits sont plus attaquées par la mouche que les variétés à petits fruits. Les attaques de mouche conduisent à une altération de la qualité de l'huile, provoquant une augmentation des taux d'acidité et de l'indice de peroxyde (AFIDOL, 2015).

➤ **Le degré de maturation des olives**

Selon les résultats de Grati Kammoun *et al* (1999), la maturité des olives est un facteur déterminant de la qualité de l'huile, les teneurs en composés mineurs (polyphénols, chlorophylles et carotènes) diminuent au cours de la maturation, ce qui porte préjudice à la qualité de l'huile.

Les variations dans la composition en acides gras de l'huile d'olive dépendent essentiellement des variétés mais également du climat, de la latitude et du degré de maturation.

L'élévation du taux de l'acide linoléique constaté au cours de la maturation risque de déclasser l'huile, surtout lorsque celui-ci dépasse les seuils de la norme internationale de commercialisation de l'huile d'olive (COI, 1997).

➤ **Effets de la fertilisation**

Selon Ouaouich et Chimi (2007), la fumure a pour but d'améliorer la plante en lui apportant les éléments dont elle a besoin, notamment les éléments minéraux (azote, phosphore, potassium...) et les oligo-éléments tels que le magnésium et le fer.

L'azote est un facteur stimulant de la croissance et de l'activation de tous les autres phénomènes (la fécondation, le développement du fruit...). Les effets positifs de cet élément se résument en l'augmentation du taux de croissance de l'arbre (ce qui entraîne l'augmentation de la surface productrice) et du calibre des olives.

Le potassium joue également un rôle de régulateur de la migration des acides (acide uronique), produits de dégradation des pectines et pro-pectines, et permet ainsi la synthèse des acides aminés et des acides phénoliques.

➤ **Effets de l'irrigation**

L'olivier est une plante connue pour sa résistance au déficit hydrique. Cette caractéristique est due essentiellement à la forme des feuilles de la plante qui sont de petite taille et menues d'une membrane protectrice sur leur face dorsale, sans oublier les stomates qui s'opposent à l'évapotranspiration.

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

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

➤ **Effets de la taille**

La taille a pour but de maintenir l'équilibre entre la croissance végétative et la fructification. Elle doit être considérée comme un simple complément aux autres soins (Loussert et Brousse., 1978).

Associé à la fumure et à l'irrigation, la taille permet de maintenir un équilibre qui assure chez l'olivier une production soutenue, des olives de meilleurs calibres, et une maturité régulière des fruits. En assurant un éclaircissage de la frondaison, la taille facilite la pénétration des produits phytosanitaires à l'intérieur de l'arbre pour une meilleure efficacité de lutte contre les parasites et les maladies de l'olivier, permet un meilleur fonctionnement de l'appareil photosynthétique et facilite les opérations de cueillette (Ouaouich et Chimi., 2007).

➤ **Effets du contrôle phytosanitaire**

L'olivier, à l'instar des autres arbres fruitiers est attaqué par de nombreuses maladies, il abrite également une faune assez diversifiée avec notamment des espèces phytophages qui peuvent causer des dégâts importants quantitatifs que qualitatifs. Les dégâts causés par les maladies et les ravageurs peuvent être estimés à près de 15% de la production oléicole mondiale (Rahmani, 1999).

Le non contrôle des attaques parasitaires peut provoquer des altérations importantes sur les olives et par conséquent l'huile. Ces dégâts se manifestent par une chute prématurée des fruits attaqués, une diminution de la qualité de la pulpe et une détérioration de la qualité de l'huile. Les ravageurs et les maladies les plus habituels sont: la mouche d'olive, la cochenille de l'olivier, l'œil de paon, etc (Ouaouich et Chimi., 2007).

2.2. Facteurs technologiques

Les olives destinées à être triturées doivent faire l'objet d'un traitement approprié et sont toujours soumises à des préparations préliminaires qui sont : récolte des olives, transport, stockage des olive avant trituration, effeuillage, lavage, trituration (broyage et malaxage), séparation des phases et conditionnement de l'huile.

Le transport des olives dans des sacs en jute est peu rationnel, car cette modalité provoque inévitablement des lésions aux drupes, surtout si elles sont très mûres. Elles sont à l'origine du déclenchement de processus biologiques d'altération de la qualité de l'huile (Ouaouich et Chimi., 2007)

Le transport en caisse qui évite l'écrasement des fruits et le déclenchement de processus d'altérations est le moyen le plus approprié (Chabour., 2009). Lorsque le transports passe par des chemins difficiles, il est préférable de limiter la hauteur de chargement afin de réduire les risques d'écrasements (Argenson *et al.*, 1999)

2.2.1 Stockage des olives

Au cours du stockage, les olives subissent des altérations plus au moins profondes selon la durée et les conditions du stockage. Ces altérations sont dues à l'activité enzymatique propre à la matière elle-même (lipolyse), mais également au développement microbien durant la période de stockage. Avec l'allongement de cette période, on assiste à une augmentation de l'acidité, de l'indice du peroxyde et à une détérioration des propriétés organoleptiques de l'huile (Ouaouich et Chimi., 2007)

Les résultats de Mahjoub et Turki (1995), montrent que le nombre de moisissures et de levures augmente en fonction de la durée du stockage et d'une façon plus importante sur les olives stockées en salle couverte. Aussi la qualité de l'huile extraite des olives stockées en salle couverte se trouve plus altérée que celle extraite à partir des olives stockées à l'air libre. En effet, après 7 jours de stockage, l'acidité des huiles d'olive stockées sous couvert est deux fois plus élevée que celles des olives stockées à l'air libre.

Selon Ben Youssef *et al.*, (2012), les huiles d'olive étudiés ont perdu la classification extra vierge plus rapidement lorsque les olives ont été stockées à température ambiante.

Le stockage des olives dans des sacs réticulaires ou en plastique est encore une pratique fréquemment utilisée qui a des effets négatifs sur la qualité de l'huile, en particulier sur les caractéristiques sensorielles (Koprivnjak1 *et al.*, 2002).

Le stockage inadéquat des olives porte atteinte à la qualité de l'huile d'olive, ces dernières subissent fondamentalement deux types d'altérations: l'hydrolyse des triglycérides de l'huile

caractérisée par une teneur élevée en acides gras libres due à l'action des lipases, de l'humidité et de la chaleur ; et un rancissement par oxydation qui se manifeste surtout quand le fruit est blessé et en présence de l'air. Il est parfaitement admis que l'altération des olives entre la cueillette et la trituration est la principale cause de dégradation de la qualité des huiles et la baisse de rendements. Ceci est traduit par une acidification et un rancissement (Chimi, 2001).

Selon Uzzan (1971) *in* Loussert et Brousse (1978), l'altération des olives au cours de leurs stockage est causée par divers facteurs :

- **L'hydrolyse spontanée** : une forte teneur en eau du mésocarpe jointe aux phénomènes respiratoires et à la présence de micro-organismes, produit une élévation de température qui stimule la fermentation.
- **La lipolyse enzymatique** : les enzymes propres du fruit contenu dans sa pulpe, sont à l'origine d'une altération interne. A noter que la température et l'humidité de l'environnement de stockage, conditionnent l'activité de certaines voies enzymatiques
- **La lipolyse microbienne** : la microflore qui accompagne l'olive est à l'origine d'une altération externe. Les micro-organismes déclenchent des réactions biochimiques qui résultent de leurs enzymes.
- **Altération due à des ravageurs** : la biodégradation des olives commence au champ, où les plantes se trouvent exposées à l'attaque d'insectes, nématodes, de champignons phytoparasites, de virus, de rongeurs et d'oiseaux qui prélèvent un grand dommage sur les récoltes. L'altération se prolonge et peut même s'amplifier au cours du stockage si les conditions du milieu sont favorables au développement des micro-organismes et si des précautions ne sont pas prises (Angerosa, 1996 *in* Mejri, 2007).

2.2.2. Le mode d'extraction de l'huile d'olive

Selon Denmati (2008), les procédés d'extraction connus peuvent altérer la qualité de l'huile d'olive, en affectant ses caractéristiques organoleptiques mais également sa stabilité durant la conservation. Deux systèmes d'extraction sont utilisés : le système semi-continu et les systèmes modernes continus.

Les huiles produites par le système continu renferment des taux élevés en polyphénols, antioxydants naturels, ce qui leurs confèrent une résistance contre l'oxydation pour un stockage à long terme. En outre, les huiles extraites à l'aide de ce système moderne se caractérisent par une meilleure qualité organoleptique que celles extraite par le système traditionnel, une acidité inférieure à 1%, tandis qu'en mode discontinu, elle devient légèrement supérieure à 1%.

Mise à part le choix du système d'extraction pour l'obtention d'une huile d'olive de qualité, chaque étape de fabrication de l'huile, depuis l'effeuillage et le lavage, jusqu'à la séparation de l'huile des moûts, doit être menée dans les meilleures conditions pour empêcher son altération.

2.2.3. Conservation de l'huile d'olive : conditionnement, emballage et stockage

Pendant leur conservation, les huiles subissent une altération continue et irréversible. Cette détérioration est due essentiellement aux phénomènes d'oxydation et l'hydrolyse qui altère la qualité de l'huile.

D'un point de vue qualitatif, l'huile d'olive doit être conservée à l'abri de l'air, de la lumière, à des températures ambiante et éviter leur contact à des objets métalliques (Argenson *et al.*, 1999).

Il faut donc emmagasiner les huiles dans des lieux les plus secs et les plus propres possible (Loussert et Brousse, 1978).

Le stockage de l'huile d'olive en masse est généralement en piles, en cuves enterrées ou encore en réservoirs métalliques. Les cuves souterraines sont construites en maçonnerie ou en ciment, avec des revêtements intérieurs en carreaux vitrifiés ou de faïence. Par contre, les réservoirs métalliques, généralement en acier inoxydable, sont aménagés en surface, à l'intérieur des locaux (Demnati, 2008).

Les huiles d'olive destinées au commerce international doivent faire l'objet de conditionnement dans des récipients conformes aux principes généraux d'hygiène alimentaire recommandés par la Commission du Codex Alimentaires.

Ces récipients peuvent être :

- des citernes, containers, cuves, permettant le transport en vrac des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive ;
- des fûts métalliques, en bon état, étanches, dont les parois intérieures devraient être recouvertes d'un vernis adéquat ;
- des bidons et des boîtes métalliques lithographiés, neufs, étanches, dont les parois intérieures devraient être recouvertes d'un vernis adéquat ;
- des bonbonnes, des bouteilles de verre ou de matériau macromoléculaire adéquat (COI, 2015).



Partie Expérimentale

Matériel Et Méthodes

L'objectif de notre travail expérimental est l'étude de l'impact de la durée de stockage des olives sur la qualité de l'huile d'olive.

Cette étude a été réalisée au niveau des laboratoires : commune I, II et de recherche de microbiologie du département des Sciences Biologiques de la Faculté des Sciences Biologiques et des Sciences Agronomiques de l'UMMTO; de l'ITAFV de Bertouta (Boufarik) et de Technologie Alimentaire de l'INA (Alger).

Les différentes analyses physico-chimiques qui ont été effectuées sont comme suit :

- La teneur en eau et en matières volatiles;
- L'absorbance en ultraviolet (A_{232} et A_{270});
- L'acidité;
- L'indice de peroxyde;
- L'indice de saponification;
- La teneur en composés phénoliques;
- La teneur en chlorophylle;
- La teneur en caroténoïdes;
- L'indice d'iode;
- La composition en acides gras par la CPG.

1. Présentation de la région d'AZAZGA

Azazga est une Daïra de la wilaya de Tizi-Ouzou, située à 30 km du littoral, 30 km à l'est de Tizi-Ouzou et à 100 km à l'ouest de Bejaïa. Cette daïra comprend cinq communes : Azazga, Freha, Ifigha, Yakourene et Zekri.

D'une superficie de 77,05 km², la commune se trouve à 550 mètres d'altitude, entourée de montagnes, de forêts, de terres agricoles, de rivières et du fleuve Sébaou. Le point culminant d'Azazga, situé à Ait Bouhini est à 1 000 mètres d'altitude.

Azazga est la neuvième région oléicole de la wilaya de Tizi-Ouzou (campagne 2015/2016) avec une superficie oléicole totale de 466,23 ha, dont 400 ha en rapport. La production d'olives est estimée à 10000 qx avec 1800hl huile d'olive produite. Le rendement moyen est 18l/ql (D.S.A de Tizi-Ouzou, 2016).

2. Echantillonnage

Neuf (9) échantillons d'huiles d'olive utilisés dans notre expérimentation sont de la campagne oléicole 2016/2017 de la variété chemlal, récupérés de différentes communes (Azazga, Freha, Ifigha et Zekri) de la région d'Azazga.

Les huiles sont extraites à partir des lots d'olives hétérogènes stockés dans des sacs en polyéthylène (plastique), dont les méthodes de récolte et la durée de stockage sont connues pour chaque lot. Des échantillons d'huile sont prélevés à la fin de la chaîne d'extraction au niveau des différentes huileries moderne. Ces derniers sont conditionnés dans des flacons en verre de 0,5 l et conservés à l'abri de la lumière et à température ambiante. Les différents prélèvements ont fait l'objet d'analyses physico-chimiques avec trois (3) répétition pour chaque échantillon.

Afin de réaliser une étude complète de tous les facteurs susceptibles d'influencer la qualité des huiles d'olive, nous avons élaboré un questionnaire qui a été soumis à chacun des oléiculteurs ayant fournis les olives destinés à la trituration (Annexe 01).

3. Méthodes Analyses

3.1. Analyses physiques

- **Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles**

La teneur en eau et en matières volatiles d'un corps gras est définie comme étant la perte de masse subit par ce produit après son chauffage à $103 \pm 2^\circ \text{C}$, pendant un temps suffisamment court (1heure) pour éviter l'oxydation, mais suffisamment long pour permettre l'élimination totale de l'eau.

La teneur en eau et en matière volatiles de l'huile est déterminée selon la méthode décrite par la norme AFNOR NF T606-201 d'octobre 1984.

Le principe consiste à chauffer une prise d'essai à $103 \pm 2^\circ \text{C}$ dans une étuve jusqu'à l'élimination complète de l'eau (Annexe 02).

La teneur en eau est exprimée en pourcentage en masse selon la relation suivante :

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

Où :

H% : Humidité ;

m₀ : masse en gramme du bécher ;

m₁ : masse en gramme du bécher et de la prise d'essai ;

m₂ : masse en gramme du bécher et résidu de la prise d'essai après chauffage.

- **Détermination de l'absorbance en ultraviolet**

La détermination de l'absorbance spécifique au rayonnement ultraviolet a été effectuée conformément à la norme AFNOR NF T60-232 de juillet 1978.

Le principe de la méthode consiste en la mesure de l'absorbance à 232 nm et à 270 nm d'un échantillon de corps gras en solution dans l'hexane pur (Annexe 03).

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

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

Où :

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

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

D : épaisseur de la cuve en cm ;

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

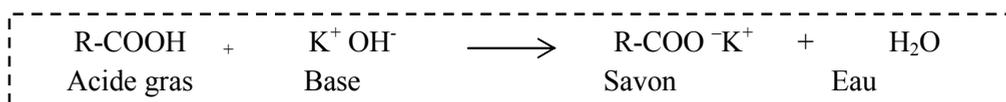
3.2. Analyses chimiques

• Détermination de l'acidité

L'acidité d'une huile d'olive est exprimée par le pourcentage d'acide oléique du poids moléculaire de 282,5 g/mol.

La méthode utilisée est celle décrite par la norme AFNOR NF T606-204 de décembre 1984. Le principe de la détermination de l'acidité de l'huile est celui d'un dosage acido-basique. (Annexe 04)

C'est une réaction de neutralisation dont le schéma réactionnel est le suivant :



L'acidité est exprimée par la relation suivante:

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

Où :

V : volume en ml de la solution de KOH utilisé pour le titrage;

C : concentration exacte en mol/l de la solution de KOH;

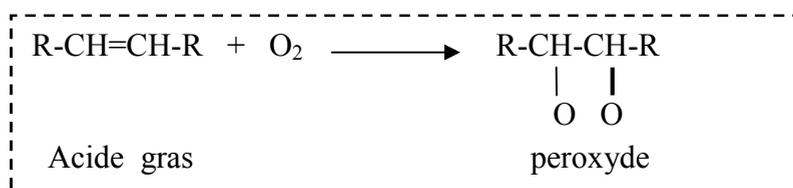
M : masse molaire (g/mol) de l'acide oléique (282 g/mol);

m : masse, en gramme, de la pris d'essai.

• Détermination de l'indice de peroxyde

L'indice de peroxyde donne une évolution sur la quantité de peroxydes présents dans un milligramme de corps gras. Il est obtenu par la détermination de la quantité d'iodure de potassium transformée en iode sous l'action de l'oxygène actif des peroxydes.

La méthode utilisée est selon les normes ISO 3960 (Annexe 05). En présence de l'oxygène de l'air, les acides gras insaturés du corps gras s'oxydent en donnant les peroxydes selon la réaction suivante :



L'expression des résultats pour cet indice réalisée par la relation suivante :

$$I_p(\text{meq d'O}_2/\text{Kg}) = \frac{v - v_0}{p} \times N \times 1000$$

Où

I_p : indice de peroxyde;

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

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

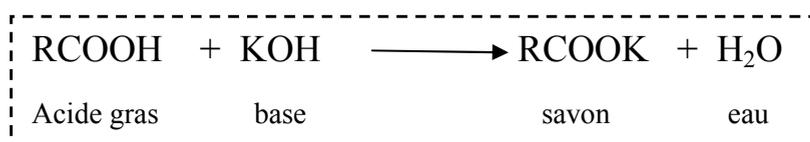
N : normalité de la solution de thiosulfate de sodium (0,01) N;

P : prise d'essai en gramme.

• Détermination de l'indice de saponification

L'indice de saponification est la quantité de potasse exprimée en mg nécessaire pour saponifier les acides gras libres et liés contenus dans un gramme de corps gras. Il est déterminé suivant la norme NF T 60-206 de novembre 1975 (Annexe 06).

La réaction de neutralisation d'un acide gras par une base (KOH, NaOH) se traduira par la formation d'un savon, dont le schéma réactionnel est le suivant :



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

$$IS = \frac{(v_0 - v_1) \times N \times E_g \text{ KOH}}{P}$$

Où :

Is : indice de saponification;

V₀ : volume en ml de HCL utilisé pour l'essai blanc;

V₁ : volume en ml de HCL utilisé pour le titrage de la prise d'essai;

N : normalité de HCL (0,5);

Eg KOH : équivalent gramme de KOH (56,1g/mol);

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

- **Détermination de la teneur en composés phénoliques**

La teneur en polyphénols totaux de l'huile d'olive est déterminée au moyen de réactif de Folin-Ciocalteu. Ce dernier réagit par les composés phénoliques pour donner une coloration bleue. L'intensité de la coloration est directement proportionnelle à la concentration des polyphénols dans la solution.

Les résultats sont exprimés en mg d'acide gallique par Kg d'huile en se référant à une courbe d'étalonnage. Les valeurs d'absorbance à 725 nm obtenues par spectrophotométrie visible des solutions analysées, nous permettent de déterminer la teneur en composés phénoliques (Annexe 07).

- **Détermination de la teneur en chlorophylle et des caroténoïdes**

La méthode de dosage de la teneur en chlorophylle et des caroténoïdes est basée sur l'existence d'une bande d'absorption spécifique pour ces composés par un spectrophotomètre visible dans la longueur d'onde de 670 nm pour les chlorophylles et 470 nm pour les caroténoïdes (Annexe 09).

Expression des résultats par la relation suivante :

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

Où :

A: Absorbance à la longueur d'onde indiquée ;

d : épaisseur de la cuve en cm.

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

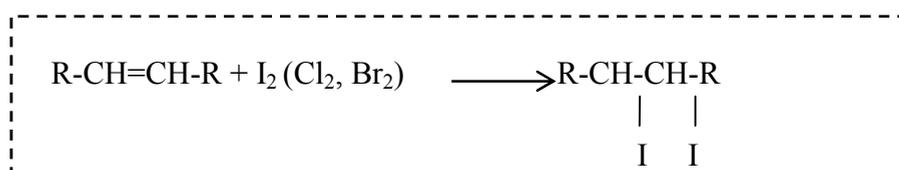
Où :

A: Absorbance à la longueur d'onde indiquée;

d : épaisseur de la cuve en cm.

- **Détermination de l'indice d'iode**

L'indice d'iode est le nombre de grammes d'iode fixé par 100 gramme de corps gras. Le principe consiste en une fixation des halogènes sur les doubles liaisons éthyléniques des acides gras insaturés, selon la réaction :



Cet indice est déterminé selon la méthode décrite par la norme NF T60-203 de février 1990 (Annexe 10). L'indice d'iode est donné par la relation suivante :

$$I_i = \frac{V_0 - V}{P} \times 1,269 \text{gd'iode}/100\text{gd'huile}$$

Où :

I_i : indice d'iode;

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

V : Volume en ml de la solution de Na₂S₂O₃ utilisé pour l'essai avec le corps gras;

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

- **Composition en acides gras**

La détermination des concentrations en pourcentage des différents acides gras constitutifs de l'huile d'olive seront analysés par la chromatographie en phase gazeuse sous forme d'esters méthyliques préparés.

Le corps gras est estérifié en présence de méthanol. Les esters méthyliques des acides gras sont séparés sur une colonne polaire et sont élevés en fonction de leur poids moléculaire, la surface correspondante à chacun d'eux est calculée et rapportée à la surface totale des différents acides gras pour obtenir un pourcentage. La méthode utilisée est celle décrite par (CEE2568/91, 1991) (Annexe 11). Les résultats différentes concentrations des acides gras sont donnés sous forme sous forme de tableau (Tableau N°16) et des chromatogrammes (Annexe 21).

4. Analyse statistique

Les résultats obtenus par les analyses physico-chimique des huiles d'olives ont fait l'objet d'une analyse statistique par l'utilisation d'un logiciel State Box.

Résultats et discussion

A. Résultats

1. Résultats de l'enquête

Les différentes pratiques liées à l'activité des oléiculteurs dans la région d'Azazga, depuis la récolte jusqu'à la trituration des olives au niveau des huileries, sont résumées dans le tableau 07.

Tableau 07 : Résultats de l'enquête sur les techniques oléicoles.

	Questions	Réponses des oléiculteurs	Résultats
1	variété(s) cultivée(s)	Chemlal	100 %
2	Etat de plantation	Vieille	67 %
		Jeune	33 %
3	Travaux d'entretien du verger	Labour	33 %
		Désherbage	100 %
		Taille	100 %
4	Stade de récolte des olives	Noir	100 %
5	Ramassage des olives à terre	Octobre	12 %
		Novembre	44 %
		Décembre	44 %
6	Début de la cueillette des olives sur l'arbre	Novembre	55 %
		Décembre	33 %
		Janvier	12 %
7	Mode de la cueillette des olives	Manuelle	12 %
		Manuelle et gaulage	88 %
8	Fin de la cueillette des olives	Novembre	22 %
		Décembre	56 %
		Janvier	22 %
9	Utilisation d'un filet de récolte	Oui	33 %
		Non	67 %
10	Mélange des olives ramassées et cueillies	Oui	100 %
11	Moyens utilisés pour le stockage des olives	Sac en jute	100 %
12	Durée du stockage des olives chez l'oléiculture		0 à 12 jours
	Durée du stockage des olives au niveau de l'huilerie		2 à 35 jours
13	Mélange des olives ramassées et cueillies au moment de la trituration		100 % oui

D'après les résultats du tableau 07, il ressort :

- La dominance de la variété Chemlal chez tous les oléiculteurs;
- La majorité des vergers sont des vieilles plantations ;
- 100 % des oléiculteurs pratiquent la taille ;
- 100% des olives ont été récoltées au stade noir ;

- La dominance du gaulage comme mode de récolte ;
- 100% des oléiculteurs utilisent les sacs en jute comme moyen de stockage ;
- La durée du stockage est importante chez les oléiculteurs et au niveau des huileries ;
- Mélange des olives ramassées et cueillies au moment de la trituration.

Les durées du stockage des olives au niveau des exploitations et des unités de trituration sont résumées dans le tableau 08.

Tableau 08 : Durée de stockage des olives au niveau des exploitations et des unités de trituration.

Echantillon d'huile	Début de récolte des olives	Fin de récolte des olives	Durée de Récolte	Durée de stockage des olives dans l'exploitation	Durée de stockage des olives dans l'huilerie	Durée totale du stockage	Date de trituration
D1	04/12/2016	04/01/2017	30 j	8 j	4 j	12 j	16/01/2017
D2	09/01/2017	28/01/2017	20 j	12 j	2 j	14 j	05/02/2017
D3	30/11/2016	04/12/2016	5 j	0 j	15 j	15 j	20/12/2016
D4	05/12/2016	11/12/2016	7 j	8 j	7 j	15 j	19/12/2016
D5	02/12/2016	27/12/2016	25 j	6 j	10 j	16 j	11/01/2017
D6	02/12/2016	22/12/2016	20 j	7 j	10 j	17 j	06/01/2017
D7	18/11/2016	11/12/2016	24 j	12 j	6 j	18 j	26/12/2016
D8	10/11/2016	18/11/2016	8 j	0 j	25 j	25 j	05/12/2016
D9	01/11/2016	08/11/2016	8 j	0 j	35 j	35 j	05/12/2016

2. Analyses physiques

2.1. La teneur en eau et en matière volatiles

L'huile d'olive renferme de l'eau ayant son origine dans les tissus végétaux ou dans les procédés d'extraction. Cette eau constitue un facteur limitant dans la conservation de l'huile (Karleskind, 1992).

Les valeurs moyennes de la teneur en eau et en matières volatiles des huiles d'olive analysées sont mentionnées dans le tableau 09 et représentées par la figure 04.

Tableau 09 : Valeurs moyennes de la teneur en eau et en matières volatiles pour les huiles d'olive analysées.

Durée du stockage	D1 (12j)	D2 (14j)	D3 (15j)	D4 (15j)	D5 (16j)	D6 (17j)	D7 (18j)	D8 (25j)	D9 (35j)
Humidité (%)	0,14± 0,06	0,12± 0,03	0,11± 0,009	0,13± 0,004	0,09± 0,01	0,11± 0,002	0,10± 0,0007	0,19± 0,007	0,14± 0,007

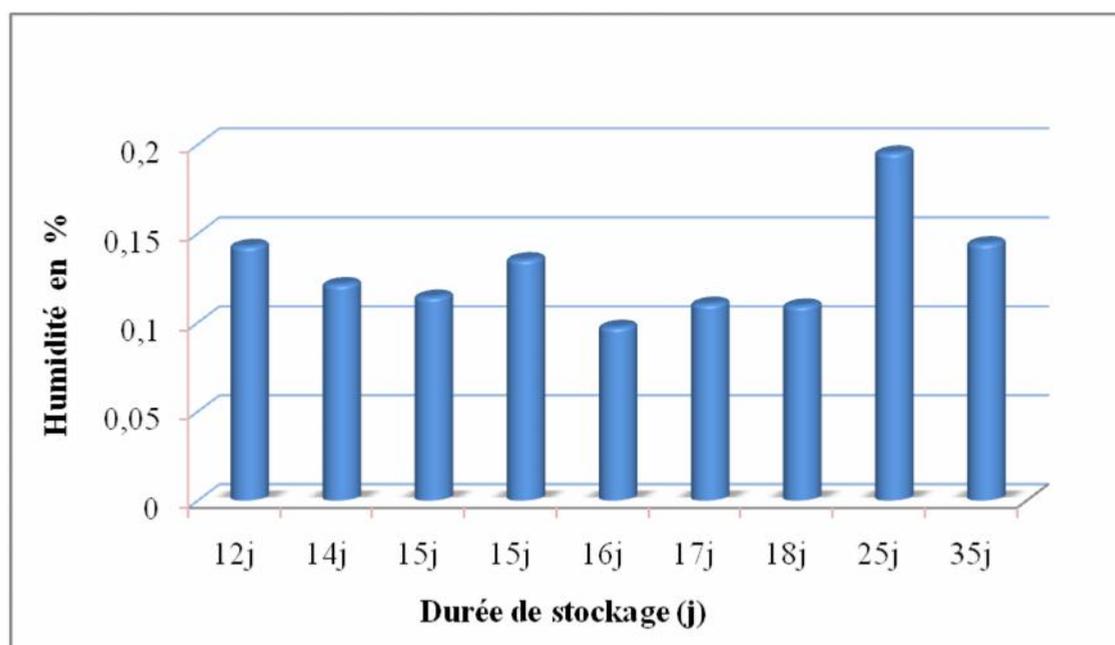


Figure 04 : Valeurs moyennes de la teneur en eau et en matières volatiles des huiles d'olive analysées.

D'après les résultats obtenus, nous avons remarqué que la totalité des échantillons analysés sont conforme à la norme fixée par le COI (2013) pour les huiles d'olive vierges $\leq 0,2$.

Les résultats de l'analyse de la variance de la teneur en eau et en matières volatiles n'ont montré aucune différence significative pour le facteur durée du stockage des olives avant trituration ($P= 0,08$) (Annexe 12).

2.2. Absorbance spécifique dans l'ultraviolet 232 nm et 270 nm

L'oxydation d'un corps gras conduit à la formation des hydroperoxydes qui absorbent la lumière au voisinage des 232 nm. Si l'oxydation ce poursuit, il se forme des produits secondaires de l'oxydation, en particulier des dicétones et cétones insaturés qui absorbent la lumière vers 270 nm. L'huile d'olive vierge doit avoir des coefficients d'extinction à 232 nm et 270 nm, respectivement inférieure ou égale 2,60 et 0,25. Pour les huiles d'olive vierges courantes la norme fixée pour l'absorbance à 270 nm est inférieure ou égale 0,30 (COI, 2015).

✓ L'extinction spécifique à 232 nm

Les valeurs moyennes d'extinction spécifique à 232 nm des huiles d'olive analysées pour tous les échantillons sont supérieures aux normes fixées par le COI (2015) pour les huiles d'olives vierges ($\leq 2,60$).

Les résultats obtenus sont mentionnés dans le tableau 10 et représentés par la figure 05.

Tableau 10 : Valeurs moyennes de l'extinction spécifique à 232 nm pour les huiles d'olive analysées.

Durée du stockage	D1 (12j)	D2 (14j)	D3 (15j)	D4 (15j)	D5 (16j)	D6 (17j)	D7 (18j)	D8 (25j)	D9 (35j)
Extinction spécifique à 232 nm	3,39 $\pm 0,00$	3,34 $\pm 0,06$	3,33 $\pm 0,05$	3,33 $\pm 0,01$	3,33 $\pm 0,01$	3,18 $\pm 0,03$	3,34 $\pm 0,01$	3,3 $\pm 0,00$	3,4 $\pm 0,02$

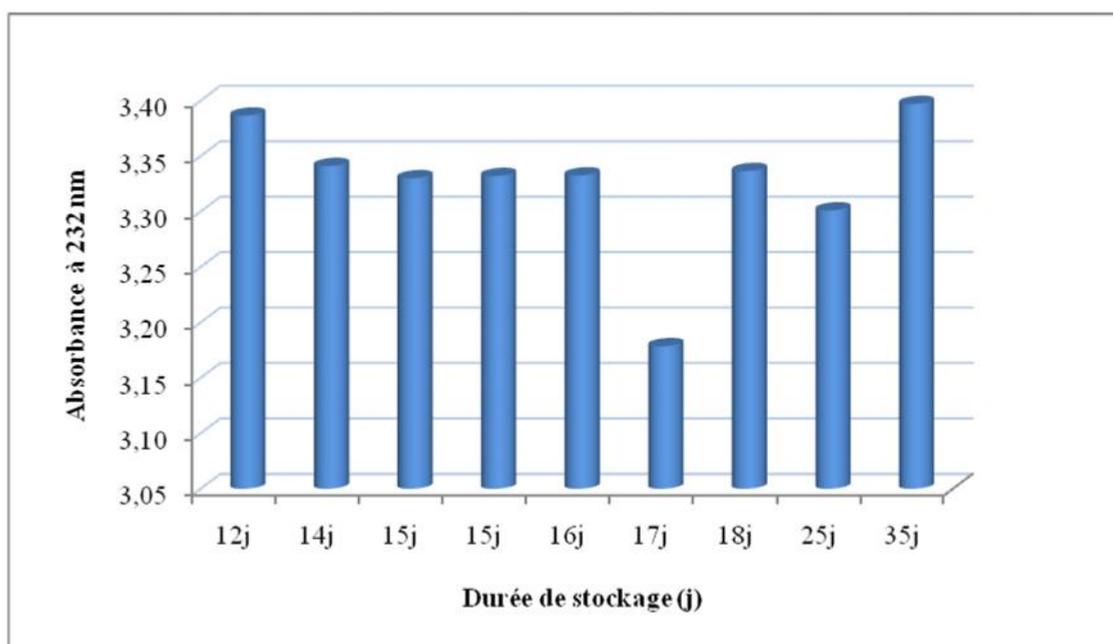


Figure 05 : Valeurs d'extinction spécifique à 232 nm pour les huiles d'olive analysées.

L'analyse de la variance montre qu'il y'a un effet significatif ($P= 0,002$) pour le facteur durée du stockage sur ce paramètre. Les valeurs élevées du coefficient K_{232} des huiles analysées sont le résultat d'une oxydation de l'huile conduisant à la formation d'hydroperoxydes conjugués (produits primaire de l'oxydation). Cela est vérifié par le test de NEWMAN ET KEULS au seuil de 5% qui regroupe les échantillons d'huiles d'olive dans deux groupes homogènes : le groupe A inclut les échantillons D1, D2, D3, D4, D5, D7, D8 et D9 ; le groupe B présente l'échantillon D6 (Annexe 13).

✓ L'extinction spécifique à 270 nm

Le tableau 11 montre que les valeurs moyennes de l'extinction spécifique à 270 nm oscillent entre 0,22 nm et 0,33 nm. Deux échantillons sur neuf qui présentent des valeurs moyennes supérieures à 0,30 sont non conformes à la norme du COI (2015) pour les huiles d'olive vierges courantes. Les Résultats sont représentés dans la figure 06.

Tableau 11 : Valeurs moyennes de l'extinction spécifique à 270 nm pour les huiles d'olive analysées

Durée du stockage	D1 (12j)	D2 (14j)	D3 (15j)	D4 (15j)	D5 (16j)	D6 (17j)	D7 (18j)	D8 (25j)	D9 (35j)
Extinction spécifique à 270 nm	0,33	0,22	0,23	0,24	0,28	0,23	0,24	0,29	0,32
	±0,00	±0,01	±0,01	±0,02	±0,01	±0,00	±0,01	±0,00	±0,01

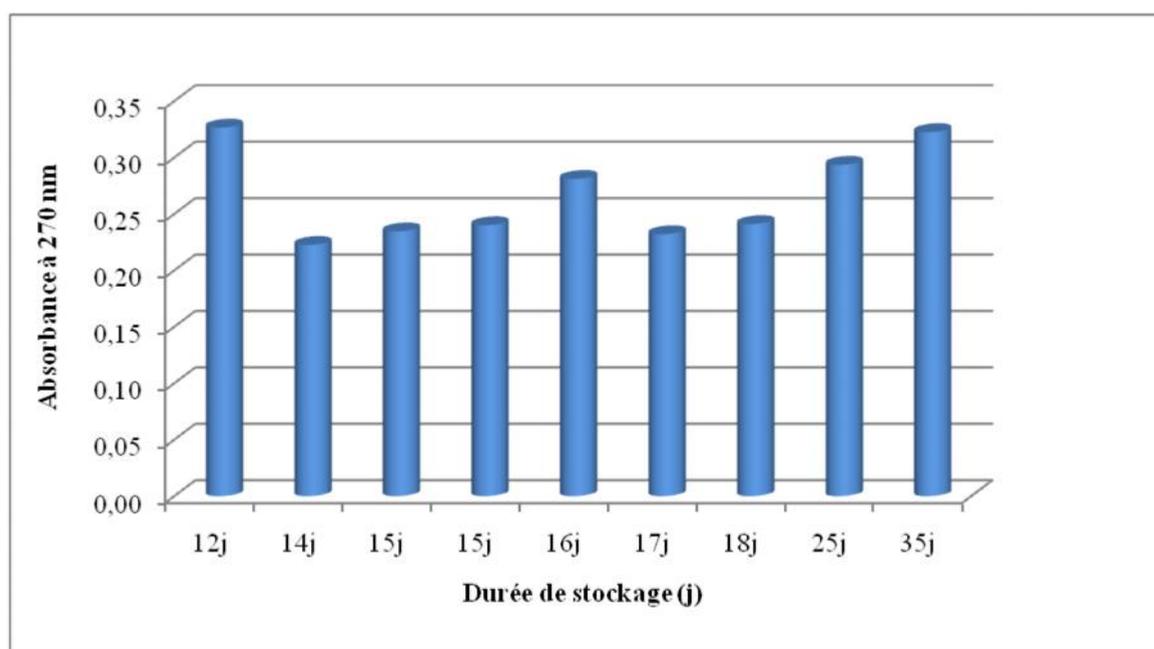


Figure 06 : Valeurs d'extinction spécifique à 270 nm pour les huiles d'olive analysées.

L'analyse de ce paramètre permet de déduire la présence des produits secondaires de l'oxydation. L'analyse de la variance montre qu'il y'a un effet significatif ($P= 0,00005$) pour le facteur durée du stockage. Les valeurs élevées du coefficient K_{270} des huiles analysées sont le résultat de la formation des produits secondaires d'oxydation.

Le test de NEWMAN ET KEULS au seuil de 5% regroupe les échantillons d'huiles d'olive dans trois groupes homogènes : le groupe A inclut les échantillons D1 et D9 ; le groupe B regroupe les échantillons D5 et D8; le groupe C comprend les échantillons D2, D3, D4, D6 et D7 (Annexe 14).

Les valeurs élevées du coefficient K_{270} se justifient par la décomposition des hydroperoxydes et la formation des diènes conjugués, ce qui confirme les taux élevés des indices de peroxyde.

3. Analyses chimiques

3.1. L'acidité

L'acidité est un critère de qualité important qui permet de classer l'huile d'olive en différente catégorie en fonction de leur teneur en acide gras libre (Manai, 2006).

L'acidité libre permet de contrôler le niveau de dégradation hydrolytique, enzymatique ou chimique, des chaînes d'acide gras des triglycérides. Ceci est à l'origine d'acide gras libres et de glycérides partiels (mono et di glycérides) (Tanouti *et al.*, 2011).

Les valeurs moyennes de l'indice d'acidité des huiles d'olive analysées sont mentionnées dans le tableau 12 et représentés par la figure 07.

Tableau 12: Valeurs moyennes de l'indice d'acidité des huiles d'olive analysées.

Durée du stockage	D1 (12j)	D2 (14j)	D3 (15j)	D4 (15j)	D5 (16j)	D6 (17j)	D7 (18j)	D8 (25j)	D9 (35j)
Acidité (%)	2,59 ±0,11	2,63 ±0,06	1,12 ±0,12	1,87 ±0,06	2,74 ±0,07	6,69 ±0,13	1,16 ±0,13	6,69 ±0,06	4,97 ±0,21

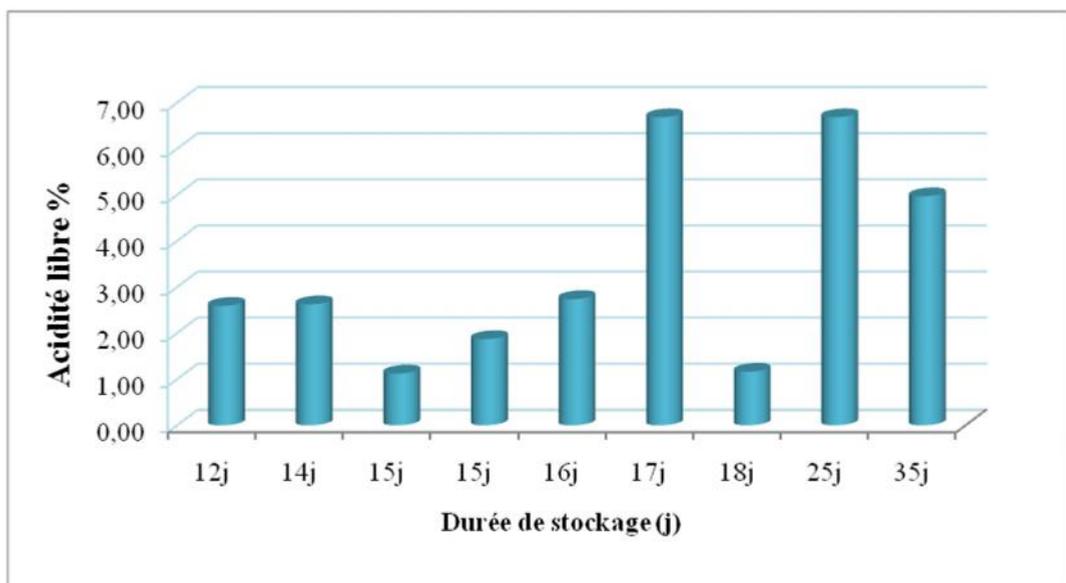


Figure 07 : Valeurs moyennes de l'indice d'acidité des huiles d'olive analysées.

D'après les résultats obtenus on remarque que l'acidité des huiles d'olives analysées se situe entre 1,12% et 6,69%.

Les résultats de l'analyse de la variance ont montré qu'il y a une différence très hautement significative pour le facteur durée du stockage ($P= 0,00$) (Annexe 15). Le teste de NEWMAN-KEULS a montré cinq groupes homogènes représenté dans le tableau 12.

Tableau 13 : Résultats du test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% pour l'effet de la durée du stockage des olives sur l'acidité des huiles analysées.

Echantillons	Durée du stockage	Moyennes ± Ecart type	GROUPES HOMOGENES				
D6	17j	6,68±0.13	A				
D8	25j	6,68±0.06	A				
D9	35j	4,97±0.21		B			
D5	16j	2,74±0.07			C		
D2	14j	2,62±0.06			C		
D1	12j	2,59±0.11			C		
D4	15j	1,87±0.06				D	
D7	18j	1,16±0.13					E
D3	15j	1,12±0.12					E

D'après les normes commerciale du conseil oléicole internationale, les huiles d'olive étudiées peuvent être classées en trois catégories distinctes (COI, 2015) :

- catégorie des huiles d'olive vierges (HOV) dont l'acidité libre ≤ 2 représentée par les échantillons D3, D4, D7.
- catégorie des huiles d'olive vierges courantes (HOVC) dont l'acidité libre $\leq 3,3$ représentée par les échantillons D1, D2 et D5.
- catégorie des huiles d'olive vierges lampantes (HOVL) dont l'acidité libre $> 3,3$ indiquée par les échantillons D6, D8 et D9.

3.2. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est exprimée en milliéquivalent d'oxygène actif par kilogramme d'huile (még O₂ actif/Kg d'huile d'olive) (Boulfan *et al.*, 2014).

La détermination de l'indice de peroxyde des huiles d'olive permet d'évaluer le niveau d'oxydation primaire par l'oxygène. L'action direct d'oxygène et l'action indirect des autres facteurs qui permettent à l'oxygène de se fixer sur les acides gras entraînent l'oxydation de l'huile (Meftah *et al.*, 2013).

Les valeurs moyennes de l'indice de peroxyde des huiles d'olive analysées sont mentionnées dans le tableau 14 et représentées par la figure 08.

Tableau 14 : Valeurs moyennes de l'indice de peroxyde des huiles d'olive analysées.

Durée du stockage	D1 (12j)	D2 (14j)	D3 (15j)	D4 (15j)	D5 (16j)	D6 (17j)	D7 (18j)	D8 (25j)	D9 (35j)
Indice de peroxyde	17,83 ±0,28	14,66 ±0,28	19,16 ±0,76	15,5 ±0,5	17,16 ±0,57	18 ±0,5	15,5 ±0,5	29,33 ±1,04	22 ±1

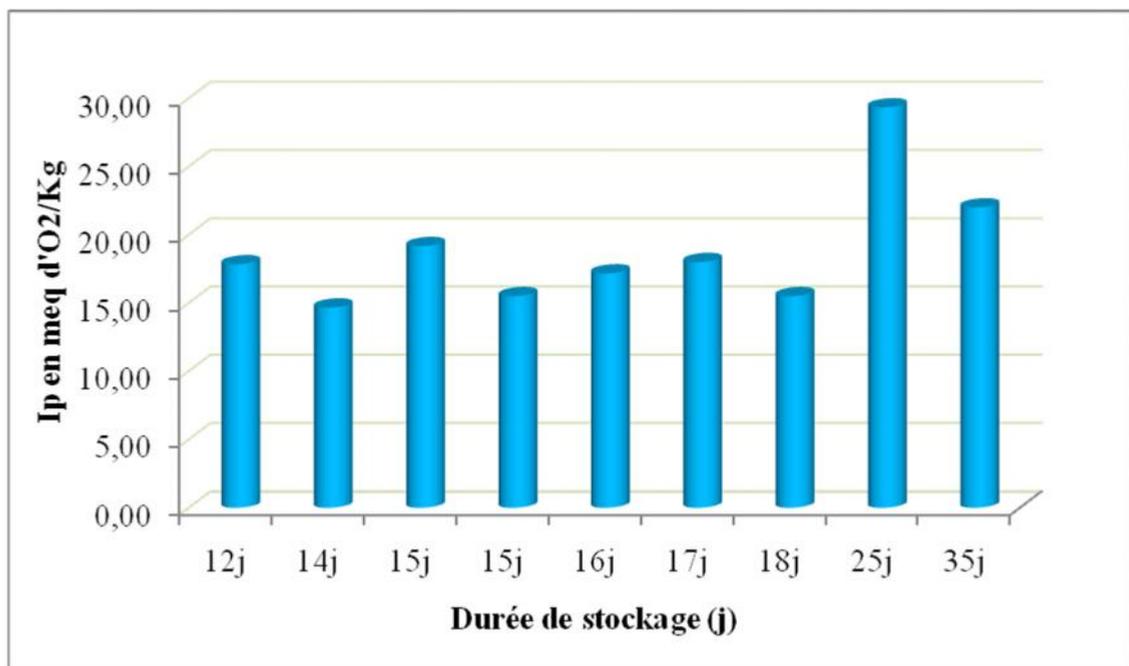


Figure 08 : Valeurs moyennes de l'indice de peroxyde des échantillons d'huiles d'olive analysées.

D'après les résultats obtenus on remarque que les valeurs moyennes de l'indice de peroxyde oscillent entre 14,66 et 29,33 méq d'O₂ actif /Kg d'huile d'olive, ces valeurs varient avec la durée du stockage. A noté que deux échantillons des huiles d'olive analysées sont non conforme à la norme fixé par le COI (2015), qui sont D8 et D9 avec des durée du stockage respectivement 25 et 35j.

Les résultats de l'analyse de la variance ont montré qu'il y'a une différence très hautement significative pour le facteur étudié (P = 0,00) (Annexe 16). Le teste de NEWMAN-KEULS a montré cinq groupes homogènes représentés dans le tableau 15.

Tableau 15 : Résultats du test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% pour l'effet de la durée du stockage des olives sur l'indice de peroxyde des huiles analysées.

Echantillons	Durée du stockage	Moyennes ± Ecart type	GROUPES HOMOGENES			
D8	25j	29,33±1,04	A			
D9	35j	22 ±1		B		
D3	15j	19,16±0,76			C	
D6	17j	18±0,5			C	D
D1	12j	17,83±0,28			C	D
D5	16j	17,16±0,57				D
D7	18j	15,5±0,5				E
D4	15j	15,5±0,5				E
D2	14j	14,66±0,28				E

3.2. Les polyphénols

Sont responsables de la bonne stabilité à l'oxydation des huiles d'olive vierges. Outre leur propriété anti-oxydante, ils possèdent des propriétés nutritionnelles et organoleptiques, qui réduisent les risques de maladies cardiovasculaires.

Les huiles d'olive vierges sont riches en composés phénoliques appartenant à diverses familles (phénols et hydroxyphénols, acides et alcools phénols, sécoïridoïdes, flavonoïdes....). Certains composés phénoliques confèrent aux huiles vierges une saveur amère et une sensation de piquant. En général, les huiles d'olive provenant des fruits verts obtiennent les notes les plus fortes en dégustation que les huiles provenant des fruits mûrs et noirs. Ces caractéristiques sont dues à leur forte teneur en composés phénoliques. Une trop grande concentration en phénols donne une amertume excessive considérée comme un critère de "qualité" pour l'huile (Ollivier *et al.*, 2004).

Avant de procéder à la détermination de la teneur en composés phénoliques, nous avons établi une courbe d'étalonnage en utilisant l'acide gallique comme composé de référence (Annexe 08).

Les valeurs moyennes de la teneur en polyphénols des huiles d'olive analysées sont mentionnées dans le tableau 16 et représentées par la figure 09.

Tableau 16 : Valeurs moyennes en polyphénols des huiles d'olive analysées.

Durée du stockage	D1 (12j)	D2 (14j)	D3 (15j)	D4 (15j)	D5 (16j)	D6 (17j)	D7 (18j)	D8 (25j)	D9 (35j)
Teneur en polyphénols ppm	81,28 ±0,67	73,27 ±0,74	91,15 ±0,72	105,18 ±0,83	56,26 ±0,77	41,52 ±0,89	98,33 ±0,40	37,8 ±0,59	37,05 ±0,15

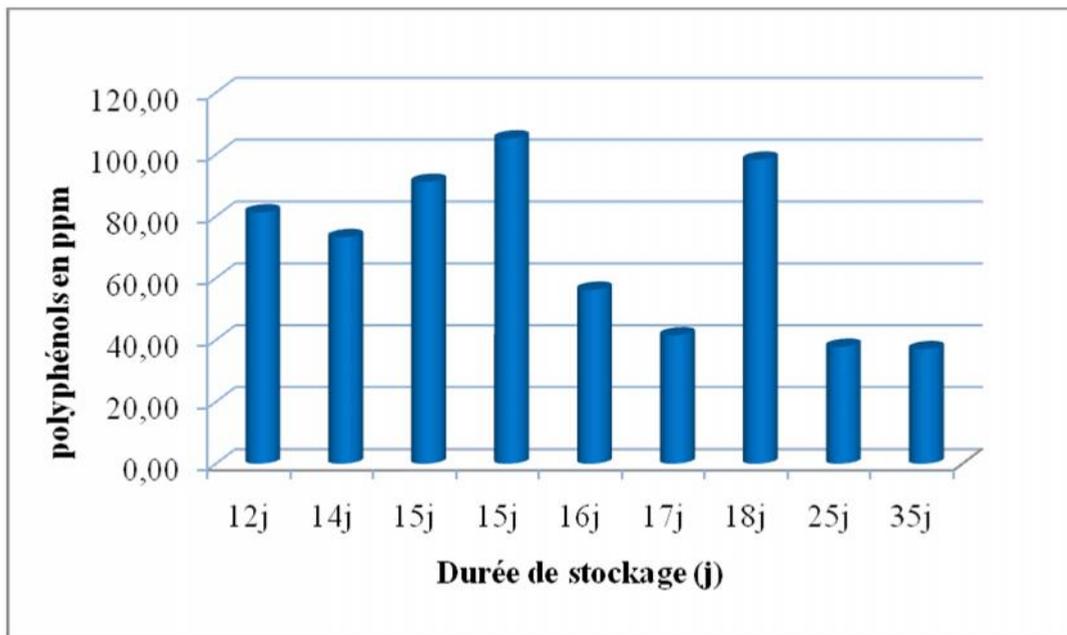


Figure 09 : Valeurs moyennes en polyphénols des huiles d'olive analysées (ppm).

D'après les résultats obtenus, les huiles d'olive analysées ont une faible teneur en composés phénoliques, elle varie entre 37,05 et 105,18 ppm comparativement à la norme établie par le COI, (2009) pour l'huile d'olive vierge qui doit contenir 153 à 694 ppm.

Les résultats de l'analyse de la variance ont montré qu'il ya un effet très hautement significatif pour le facteur étudié ($P= 0.00$) (Annexe 17). Le Test de comparaison des moyennes NEWMAN- KEULS, au seuil de 5 %, classe les huiles analysées en huit groupes homogènes représentés par le tableau 17.

Tableau 17: Résultats du test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% pour l'effet de la durée du stockage des olives sur les polyphénols des huiles analysées.

Echantillons	Durée du stockage	Moyennes ± Ecart type	GROUPES HOMOGENES							
			A	B	C	D	E	F	G	H
D4	15j	105,18±0,83	A							
D7	18j	98,33±0,89		B						
D3	15j	91,15±0,72			C					
D1	12j	81,27±0,67				D				
D2	14j	73,26±0,74					E			
D5	16j	56,25±0,77						F		
D6	17j	41,51±0,89							G	
D8	25j	37,8±0,59								H
D9	35j	37,05±0,15								H

3.4. L'indice d'iode

L'indice d'iode mesure le nombre de doubles liaisons pour déterminer le degré d'insaturation de l'huile : plus celui-ci est élevé plus l'huile est riche en acides gras insaturé.

Les valeurs moyennes de l'indice d'iode des huiles d'olive analysées sont mentionnées dans le tableau 18 et représentées par la figure 10.

Tableau 18 : Valeurs moyennes de l'indice d'iode des huiles d'olive analysées.

Durée du stockage	D1 (12j)	D2 (14j)	D3 (15j)	D4 (15j)	D5 (16j)	D6 (17j)	D7 (18j)	D8 (25j)	D9 (35j)
Indice d'iode	94,91 ±0,33	93,33 ±0,64	95,13 ±0,33	87,14 ±0,92	97,29 ±0,74	97,71 ±0,64	92,04 ±1,15	92,11 ±0,67	95,67 ±0,69

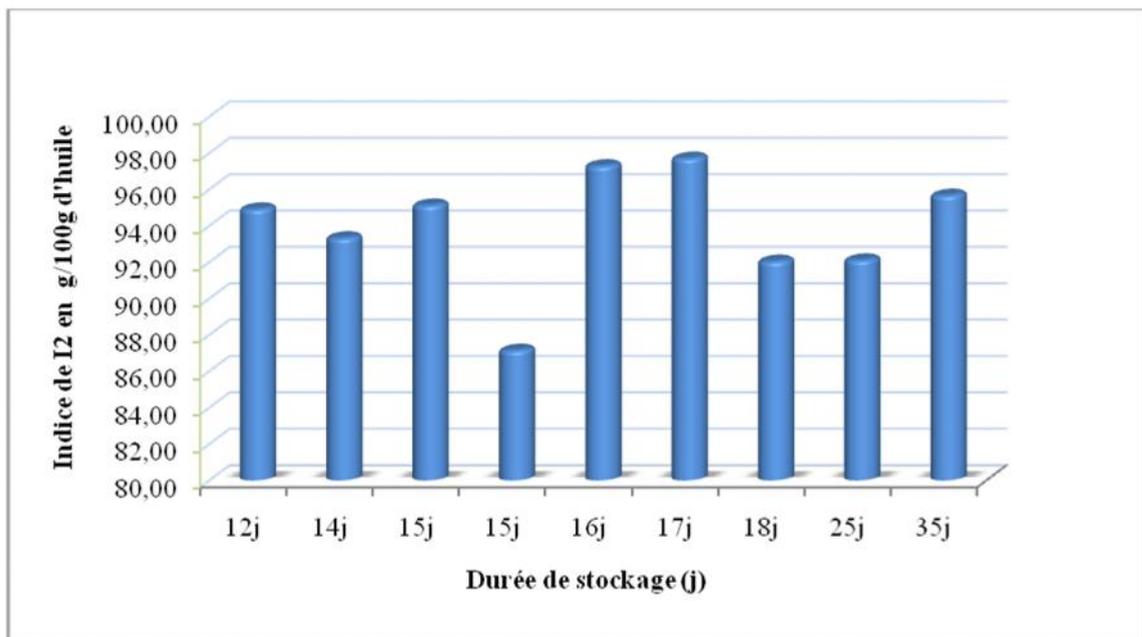


Figure 10 : Valeurs moyennes de l'indice d'iode des huiles d'olives analysées (g/100g d'huile d'olive).

D'après les résultats obtenus, les valeurs moyennes de l'indice d'iode varient entre 87,14 et 97,71 g d'iode/100 g de l'huile.

Les résultats de l'analyse de la variance ont montré qu'il y'a une différence très hautement significative pour le facteur durée du stockage ($P= 0.00$) (Annexe 18). Le Test de NEWMAN et KEULS, au seuil de 5%, classe les huiles d'olive analysées en quatre groupes homogènes représenté dans le tableau 19.

Tableau 19 : Résultats du test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% pour l'effet de la durée du stockage des olives sur l'indice d'iode. des huiles analysées.

Echantillons	Durée du stockage	Moyennes \pm Ecart type	GROUPES HOMOGENES			
D6	17j	97,71 \pm 0,64	A			
D5	15j	97,29 \pm 0,74	A			
D9	35j	95,67 \pm 0,69		B		
D3	15j	95,12 \pm 0,33		B		
D1	12j	94,91 \pm 0,33		B		
D2	14j	93,33 \pm 0,64			C	
D8	25j	92,11 \pm 0,67			C	
D7	18j	92,04 \pm 1,15			C	
D4	15j	87,14 \pm 0,92				D

En référence aux normes du COI (2009), relatives aux huiles d'olive vierge (75-94), nous constatons que quatre sur neuf des échantillons analysés présentent des valeurs qui répondent à la norme, et cinq échantillons sur neuf indiquent des valeurs supérieures aux normes, qui peuvent s'expliquer par la richesse de ces huiles en acide gras insaturés (mono et polyinsaturés).

Selon Bruneton *et al.*, (1999), le temps de conservation n'a pas d'influence sur l'indice d'iode mais peut être affecté par la variété de l'olive.

3.5. Indice de saponification

La valeur de l'indice de saponification nous permet d'estimer les longueurs des chaînes de carbone des acides gras (Ollé, 2003).

Les valeurs moyennes de l'indice de saponification des huiles d'olive analysées sont mentionnées dans le tableau 20 et représentées par la figure 11.

Tableau 20 : Valeurs moyennes de l'indice de saponification des huiles d'olives analysées.

Durée du stockage	D1 12j	D2 14j	D3 15j	D4 15j	D5 16j	D6 17j	D7 18j	D8 25j	D9 35j
Indice de saponification	192,14 ±1,40	180,45 ±0,81	187,46 ±0,81	187,93 ±2,43	182,32 ±1,40	178,51 ±1,53	195,41 ±1,62	185,57 ±0,91	184,19 ±2,14

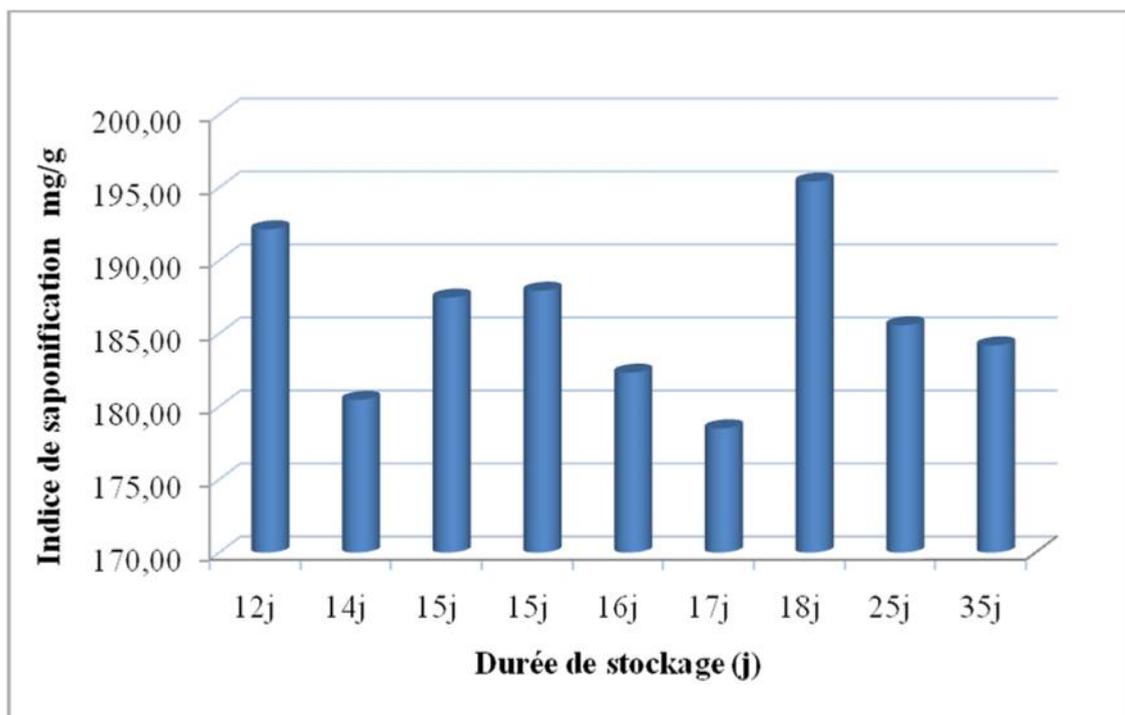


Figure 11: Valeurs moyennes de l'indice de saponification des huiles d'olive analysées.

D'après les résultats obtenus, nous avons remarqué que 6 échantillons d'huiles d'olive analysées présentent des valeurs conformes à la norme du COI (2009) pour les huiles d'olives vierge (184-196 mg/g) contre 3 échantillons non conformes. Les valeurs faibles ont été enregistrées par les échantillons D2, D5, D6.

Les résultats de l'analyse de la variance ont montré qu'il y'a une différence hautement significative pour le facteur étudié ($P = 0,021$) (Annexe 19). Le teste de NEWMAN-KEULS nous a montré qu'il y'a sept groupes homogènes représentés dans le tableau 21.

Tableau 21 : Résultats du test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% pour l'effet de la durée du stockage des olives sur l'indice de saponification des huiles analysées.

Echantillons	Durée du stockage	Moyennes ± Ecart type	GROUPES HOMOGENES											
			A	B	C	C	C	D	D	E	E	F	F	G
D7	18j	195,41±1,62	A											
D1	12j	192,14±1,40		B										
D4	15j	187,93±2,43			C									
D3	15j	187,46±0,81			C									
D8	25j	185,57±0,91			C	D								
D9	35j	184,19±2,14				D	E							
D5	15	182,32±1,40					E	F						
D2	14j	180,45±0,81						F	G					
D6	17j	178,51±1,53											G	

Selon Baaziz *et al.*, (2005), un indice de saponification faible correspond à des acides gras comportant une chaîne de carbone plus longues. Cet indice nous permet ainsi de caractérisé un acide gras en fonction de la longueur de sa chaîne.

3.6. Teneur en chlorophylles et en caroténoïdes

L'huile d'olive contient des composés mineurs qui lui confèrent ses qualités organoleptiques et nutritionnelles. Parmi ces composés mineurs les pigments, qui en raison de leurs caractères antioxydants dans l'obscurité et pro-oxydant dans la lumière, semblent jouer un rôle important dans la stabilité oxydative de l'huile au cours de son stockage et dans la préservation de sa qualité (Tanouti *et al.*, 2011).

Les valeurs moyennes de la teneur des chlorophylles et des caroténoïdes des huiles d'olive analysées sont motionnées dans le tableau 22 et représentées par la figure 12.

Tableau 22 : Valeurs moyennes de la teneur en chlorophylles et en caroténoïdes des huiles d'olive analysées.

Durée du stockage	D1 12j	D2 14j	D3 15j	D4 15j	D5 16j	D6 17j	D7 18j	D8 25j	D9 35j
Chlorophylle en ppm	0,44± 0,067	0,71± 0,025	0,85± 0,04	0,83± 0,055	0,65± 0,112	0,43± 0,046	0,24± 0,05	1,34± 0,125	1,04± 0,082
Caroténoïde en ppm	0,58± 0,05	0,95± 0,03	0,52± 0,03	0,93± 0,03	0,78± 0,03	0,54± 0,03	0,58± 0,08	0,64± 0,04	0,74± 0,04

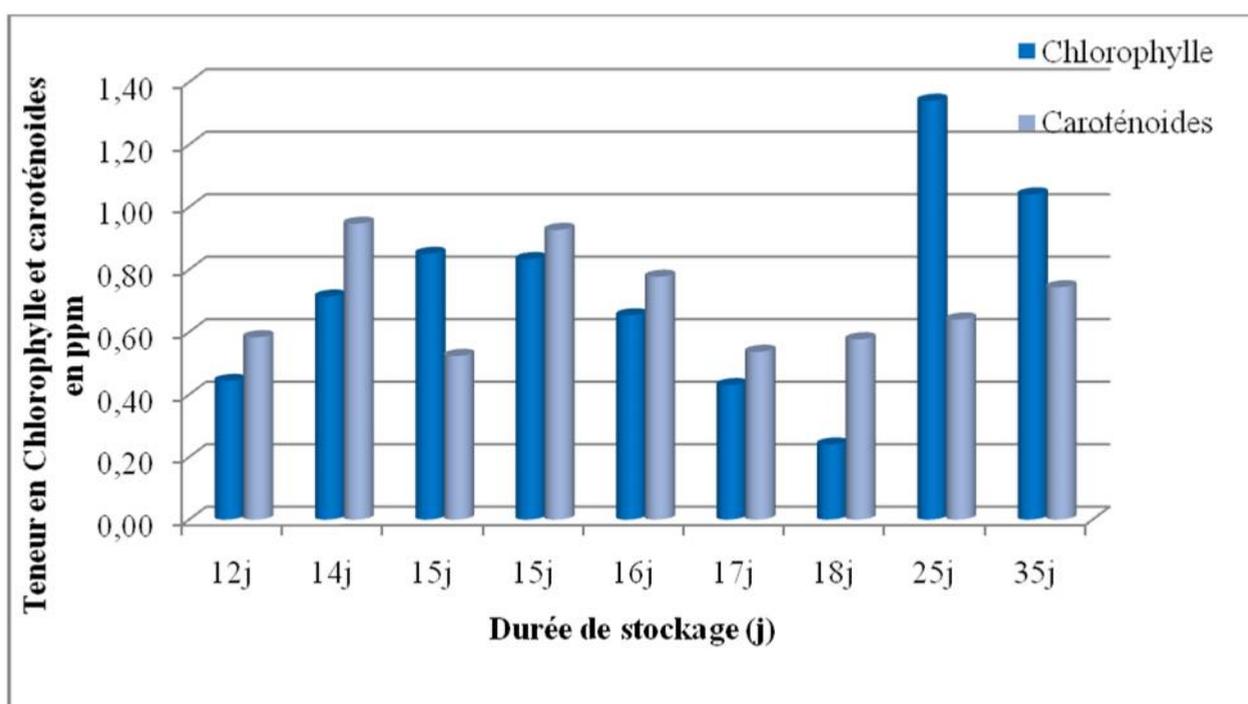


Figure 12 : Teneurs moyennes en chlorophylles et en caroténoïdes des huiles d'olive analysées.

D'après les résultats obtenus, les teneurs en chlorophylles des échantillons analysés varient de 0,24 à 1,34 ppm, avec deux échantillons sur neuf correspondant aux normes du COI (2009) (1- 27 ppm) et sept autres avec des valeurs inférieures aux normes. Les valeurs des caroténoïdes qui varient de 0,52 à 0.95 ppm sont inférieures aux normes du COI (2009) (2-14 ppm).

Les résultats de l'analyse de la variance ont montré qu'il y'a une différence très hautement significative pour le facteur durée du stockage des olives ($P= 0.00$) (Annexe 20). Le teste de NEWMAN-KEULS nous a montré six groupes homogènes pour la teneur en chlorophylles et quatre groupes homogènes pour les caroténoïdes.

Tableau 23 : Résultats du test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% pour l'effet de la durée du stockage des olives sur les chlorophylles des huiles analysées.

Echantillons	Durée du stockage	Moyennes ± Ecart type	GROUPES HOMOGENES					
			A	B	C	D	E	F
D8	25j	1,34±0,125	A					
D9	35j	1,04±0,082		B				
D3	15j	0,85±0,04			C			
D4	15j	0,833±0,055			C			
D2	14j	0,713±0,025			C	D		
D5	15j	0,653±0,112				D		
D1	12j	0,443±0,067					E	
D6	17j	0,43±0,046					E	
D7	18j	0,24±0,05						F

Tableau 24 : Résultats du test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% pour l'effet de la durée du stockage des olives sur les caroténoïdes des huiles analysées.

Echantillons	Durée du stockage	Moyennes ± Ecart type	GROUPES HOMOGENES					
			A	B	C	D	E	F
D2	14J	0,94±0,03	A					
D4	15J	0,92±0,03	A					
D5	15J	0,77±0,03		B				
D9	35J	0,74±0,04		B				
D8	25J	0,64±0,04				C		
D1	12J	0,58±0,05				C	D	
D7	18J	0,57±0,08				C	D	
D6	17J	0,53±0,03					D	
D3	15J	0,52±0,03					D	

Selon Tanouti *et al.*, (2010) une faible teneur en chlorophylle permet de diminuer les risques d'oxydation des différentes huiles. Les valeurs observées pour l'ensemble des échantillons sont très faibles comparativement aux normes fixées par le COI, qui peuvent être attribuées au stade de maturité avancé des olives lors de la trituration.

D'après Ait Yacine, (2001) au début de la maturité des olives, la concentration en chlorophylles est élevée. Cette valeur diminue au fur et à mesure de la maturité et cette diminution est accompagnée par une augmentation de la teneur en caroténoïdes.

La présence des chlorophylles dans l'huile d'olive dépend de la variété, du degré de maturité du fruit et des processus d'extraction.

Selon Wolff, (1968) in Khelil et Madouni, (2007) la teneur en chlorophylles des huiles d'olive n'est pas vraiment liée à la durée du stockage. Celle-ci favorisée par le passage des pigments chlorophylliens de la phase aqueuse à la phase huileuse due à la dégradation de la paroi cellulaire par les bactéries qui secrètent des pectinases.

3.7. La composition en acides gras

Les acides gras sont les principaux constituants des huiles et graisses naturelles végétales ou animales, ils se présentent essentiellement sous forme d'ester de glycérol et d'acides gras (Khalif *et al.*, 2000).

Les résultats de l'analyse des esters méthyliques des acides gras totaux par la CPG, des huiles d'olive analysée sont motionnée dans le tableau 25 et présentés sous forme de chromatogrammes (Annexe 21).

Tableau 25 : Composition en acides gras (%) des l'huiles d'olive analysées.

Acide gras	Dénomination	D1 (12j)	D2 (14j)	D3 (15j)	D4 (15j)	D5 (16j)	D6 (17j)	D7 (18j)	D8 (25j)	D9 (35j)	Normes du COI (2015)
C16 :0	Acide palmitique	17,77	16,54	17,72	16,47	17,53	18,1	18,34	16,56	16,86	7,5-20
C18 :0	Acide stéarique	2,42	2,58	2,28	3,03	2,81	2,53	2,62	2,89	2,84	0,5-5
C20:0	Acide arachidique	0,86	0,85	0,78	0,82	0,95	0,93	0,77	0,80	0,83	0,6
C16 : 1ω9	Acide palmitoleique	2,37	2,22	2,44	1,60	2,16	2,48	2,26	1,70	1,88	0,30-3,5
C18 : 1ω9	Acide oléique	59,29	63,11	64,74	66,52	61,06	60,61	61,54	65,46	64,87	55-83
C18 : 2ω6	Acide linoléique	16,52	13,90	11,48	10,81	14,79	14,68	13,92	12,06	12,12	3,5-21
C18: 3ω3	Acide linoléique	0,55	0,65	0,43	0,71	0,67	0,64	0,51	0,49	0,56	1
AGS		21,05	19,97	20,78	20,32	21,29	21,56	21,73	20,25	20,53	
AGI		78,73	79,88	79,09	79,64	78,68	78,41	78,23	79,71	79,43	
AGMI		61,66	65,33	67,18	68,12	63,22	63,02	63,78	67,16	66,75	
AGPI		17,07	14,55	11,91	11,52	15,46	15,32	14,43	12,55	12,68	
AGI/AGS		3,74	4	3,8	3,91	3,69	3,63	3,6	3,93	3,86	

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

D'après les résultats obtenus pour les neuf échantillons étudiés, la composition en acides gras des huiles d'olive analysées répond aux normes fixées par le conseil oléicole international (COI, 2009), exception faite pour l'acide arachidique où la totalité des échantillons ont présenté des teneurs supérieures à la norme 0,6 %.

Aussi, on constate une teneur importante du taux de l'acide palmitique (acide gras majoritaire des acides gras saturés) oscillant entre 16,47 et 18,34% comparativement aux taux de l'acide linoléique (acide gras majoritaire des acides gras insaturés) qui varie de 10,81 à 16,52%.

Les acides gras mono-insaturés (acide oléique) sont présentés en grande quantité dans l'ensemble des huiles d'olive analysées, avec des taux variés de 59,29 à 66,52%, suivis par les acides gras saturés qui oscillent entre 19,97 et 21,73 %, et enfin les polyinsaturés qui sont les moins représentatifs variant de 11,52 à 17,07 %.

La composition en acide gras de l'huile d'olive joue un rôle important pour sa qualité nutritionnelle et organoleptique. Divers facteurs, tels que, la variété, le degré de maturité des olives, et le climat ont une incidence sur la composition en acides gras de l'huile d'olive (Tanouti *et al.*, 2011).

B. Discussion

Le stockage des olives dans des mauvaises conditions constitue dans la majorité des cas la principale cause de détérioration de la qualité de l'huile extraite (Ouaouich et Chimi, 2007).

Les échantillons d'huiles utilisés dans notre étude ont subi le même procédé d'extraction. Ils proviennent de lots hétérogènes de la variété Chemlal, dont la durée du stockage des olives avant trituration est différente.

D'après les résultats obtenus pour les paramètres analysés, il ressort que la durée du stockage a influencé beaucoup plus sur les indices de qualité : l'acidité, l'indice de peroxyde, les absorbances en UV et la teneur en polyphénols.

Suite à l'enquête réalisée au près des agriculteurs ayant fourni les échantillons d'huiles il ressort, que les olives ont été récoltées au stade de maturité avancé « noir » et conservées dans des sacs en jute, ce qui a provoqué leur fermentation. Ce processus provoque l'augmentation de l'acidité, du contenu en alcools totaux et une diminution de la teneur en composés phénoliques.

D'après les résultats obtenus on remarque que les valeurs moyennes de l'acidité varient au fur et à mesure que la durée du stockage est allongée dans le temps. Cette variation ne peut être expliquée que par la dépréciation de la qualité des olives qui a défini la qualité d'huile obtenue.

L'acidité n'est pas un critère variétal. Cependant, la période de cueillette des olives et l'état sanitaire des fruits influencent sur ce paramètre.

Les attaques de la mouche (*Bactrocera olea*) et l'utilisation du gaulage provoquent des lésions au niveau des olives, qui facilitent la pénétration et le développement des micro-organismes, ce qui conduit à une dégradation de la qualité, qui se traduit par une augmentation de l'acidité d'huile (Chimi, 2002 ; El Antari *et al.*, 2002).

Une récolte tardive des olives pourrait affecter la qualité de l'huile obtenue. En effet, selon plusieurs auteurs (Montedoro, 1989 ; Koutsaftakis, 2000 *in* Sadkaoui, 2010), l'avancement de la maturité est accompagnée par une hydrolyse des triglycérides et une accumulation des acides gras libres suite à l'action des lipases intrinsèques qui deviennent actives. Les olives mûres et tendres sont très sensibles aux dégâts mécaniques et aux infections des pathogènes, et le fait de retarder l'extraction peut ainsi entraîner la production d'une huile d'olive de qualité inférieure.

Les valeurs de l'indice de peroxyde enregistrées varient de la même façon que l'acidité. Selon Garnier (2013), un indice de peroxyde bas indique que l'huile a été extraite rapidement

après la récolte des olives, et que ces dernières ont été stockées dans de bonnes conditions. A l'inverse, si l'indice de peroxyde est élevé cela peut signifier qu'il y'a eu un problème de conservation des olives.

Il faut noter que, l'Ip augmente avec la maturité des olives et surtout suite à un choc thermique, consécutivement à un gel ou à un processus de fabrication défectueux. Le stockage inadapté et prolongé est également une cause d'augmentation de ce paramètre (Tanouti *et al.*, 2011).

L'indice de peroxyde sert à évaluer la quantité de peroxyde présent dans l'huile (quantité d'acide gras à l'état rance). Cette mesure peut être complétée par une détermination de l'absorbance UV à 232 nm, corrélée à la présence de forme diènes conjuguées, qui apparaissent sur des acides gras comportant au moins deux doubles liaisons. L'oxydation d'une huile aboutit à une dégradation en chaîne des acides gras insaturés par l'oxygène atmosphérique sous l'effet de différents facteurs exogènes et endogènes initiateurs, accélérateurs ou retardateurs, conduisant à des produits oxydés volatiles ou non, cétones et hydroperoxydes s'absorbent à 232 nm. Si l'oxydation se poursuit, il se forme des produits secondaires d'oxydation en particulier des dicétones et des cétones qui absorbent vers 270 nm (Tanouti *et al.*, 2010).

D'après Boulfan *et al.*, (2014), l'extinction spécifique à 232 nm et à 270 nm d'une huile reflète son état d'oxydation. Plus son extinction à 232 nm est forte, plus elle est peroxydée. De même, plus l'extinction à 270 nm est forte, plus l'huile est riche en produits d'oxydation secondaires et traduit sa faible aptitude à la conservation. L'extinction spécifique, varie d'un échantillon à un autre.

La teneur en polyphénols pour les huiles d'olives analysées est en relation antagoniste avec l'acidité et l'indice de peroxyde. En effet les échantillons qui présentent une teneur acceptable en polyphénols présentent des valeurs inférieures pour les indices de peroxyde et d'acidité. Selon Oumeddoure *et al.*, (2011) in Mahdi (2016), la résistance à l'oxydation est due à la protection des polyphénols qui sont par ailleurs les plus sollicités pour résister à l'oxydation, et que l'indice de peroxyde diminue au fur et à mesure que les concentrations en polyphénols augmentent.

La composition et la concentration des polyphénols dans l'huile d'olive sont fortement influencées par plusieurs facteurs agronomiques et technologiques, comme le cultivar, la zone géographique, le climat et la saison de récolte. En outre, le degré de maturité du fruit influence fortement sur la concentration en polyphénols. En général, au cours de la maturation, la concentration en acides phénoliques diminue (Nakbi *et al.*, 2010 in Mahdi, 2016).



Conclusion Et perspectives

Au terme de notre étude sur l'impact de la durée du stockage des olives sur la qualité de l'huile d'olive, les résultats des analyses physico-chimiques montrent que la durée du stockage des olives a influencé sur la qualité des huiles échantillonnées. En effet le stockage prolongé des olives dans des sacs en plastique supposant le développement des bactéries et des moisissures qui dégradent l'état sanitaire des olives.

Les variations des résultats pour les différents paramètres analysés peuvent être dues aux lots hétérogènes des olives qui ont des dates et des durées de récolte différentes. A noter que les olives proviennent de différentes exploitations.

L'acidité des échantillons analysés varie au cours de la durée du stockage des olives, ce qui nous a permis de classer les huiles en trois catégories : l'huile d'olive vierge, l'huile d'olive vierge courante et l'huile d'olive vierge lampante.

Les valeurs d'IP les plus élevées (22-29 meq O₂/kg) ont été enregistrées pour les huiles qui ont une durée de stockage 25 et 35 jours.

La teneur en composés phénoliques varie au cours de la durée du stockage. Les échantillons D3, D7 et D4 qui ont présenté des valeurs acceptables pour la teneur en polyphénols ont engendré des teneurs basses pour les indices d'acidité et de peroxyde.

Les teneurs en pigment sont faibles ce qui implique que les échantillons ont été récoltés à un stade avancé de maturité.

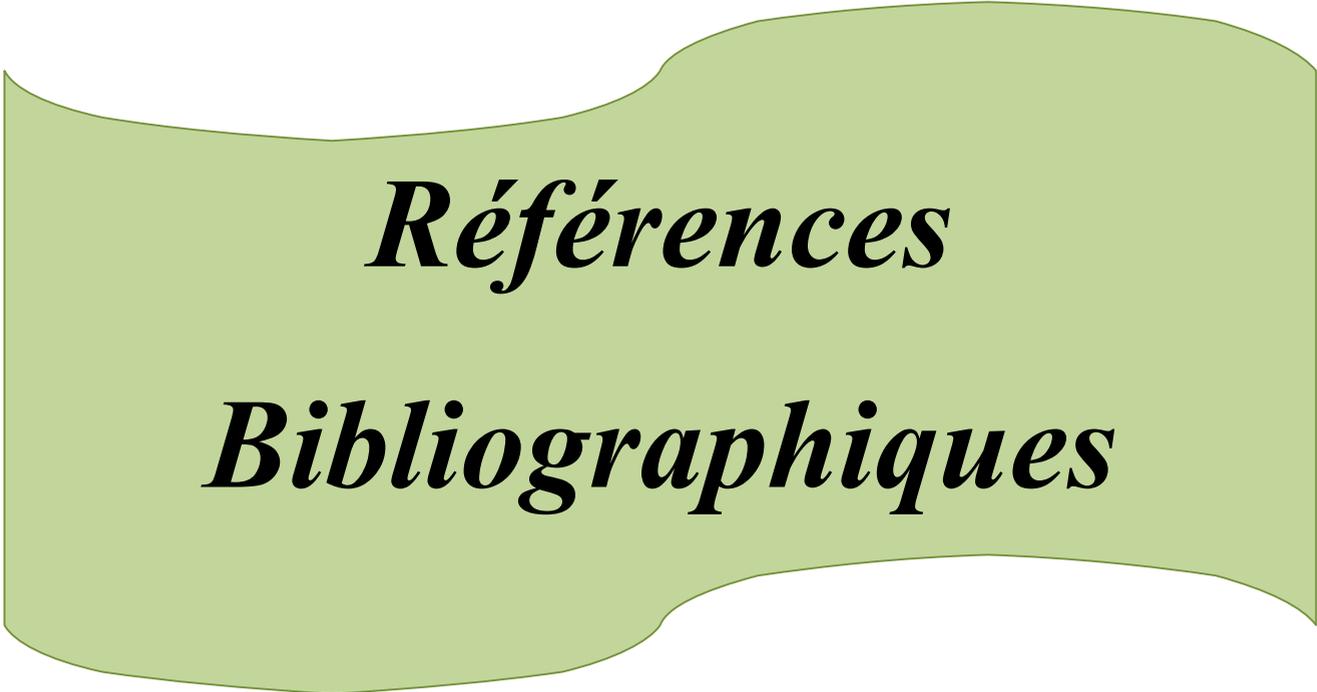
La composition des huiles analysées en acides gras sont conformes aux normes du COI, l'indice d'iode et de saponification varie légèrement tout au long de la durée du stockage.

Le suivi de la composition chimique de nos échantillons d'huiles et en se référant à l'enquête effectuée, nous a permis aussi de conclure que la qualité d'huile est influencée par d'autres facteurs tels que les conditions et la durée de récolte ainsi que le mode et la durée de stockage des olives. A signalé que les olives de l'échantillon D3 récoltées le début du mois de décembre durant une semaine, sans stockage au niveau de l'olivieraie a présenté le taux d'acidité le plus faible (1,12%),

Il est parfaitement admis que l'altération des olives entre la cueillette et la trituration est la principale cause de dégradation de la qualité des huiles.

En perspective, il serait intéressant d'améliorer le potentiel des olives qui sont la matière première de départ pour l'obtention d'une huile de qualité. Pour se faire, la maîtrise de la récolte s'impose par l'optimisation des conditions de récolte, de stockage et de transport, afin d'avoir des olives parfaitement saines. Ajouter à cela, le respect et l'amélioration des pratiques et des techniques culturales.

Etant donné que le stockage des olives s'impose au niveau des huileries vu la cadence de réception est supérieure à la capacité de trituration, il est important d'anticiper la récolte, de stocker les olives dans des caisses aérées à l'abri, en vue de leur trituration dans un délai le plus court possible, ce qui permettra d'obtenir une huile plus fruitée et conformes aux normes internationales.



Références

Bibliographiques

A

- 1- **AFIDOL., 2011.** Protection raisonnée et biologique en oléiculture. P12.
- 2- **AFIDOL., 2015 :** Protection raisonnée et biologique des oliviers. Guide producteur.
- 3- **Ait Yacine., 2001.** Etudes des facteurs déterminant le meilleur période de récolte des olives. *olivae*. N° 8. P 39-45.
- 4- **Alais CH., Linden G., Miclo L., 2003.** Biochimie alimentaire 5^e édition de l'abrégé, Ed DUNOD, PARIS. P 54-61.
- 5- **Aparicio R., Luna G., 2002.** Characterization of monovarietal virgin olive oils. *European Journal of Lipid Science and Technology*. 104. Pp 614-627.
- 6- **Argonson C., Regis S., Jourdin M., Vaysse P., 1999.** L'olivier. Ed CTIFL. N°8190. Paris. Pp 204.

B

- 7- **Baaziz C., Baghouil N., Guffen N., Geerts J., Sternotte V., Stassin M., Theys A., 2005.** Les matières grasses: Anges ou demons. P17.
- 8- **Baccouris B., Baccouris O., Zarrouk W., Ben temime S., Taamalli W., Daoud D., Zarrouk M., 2006.** Evaluation de la composition des huiles de quelques oléastres sélectionnés : les antioxydants naturels. *Revue des régions Arides- Numéro spécial- Actes du séminaire international : Gestion des ressources et applications biotechnologiques en aridoculture et cultures oasiennes : Perspectives pour la valorisation des potentialités du Sahara.* Tunisie. Pp 246.
- 9- **Belaj A., Munoz-Diez C., Baldoni L., Satovic Z., Barranco D., 2010.** Genetic diversity and relationships of Wild and cultivated olives at regional level in Spain. *Sci.Hortic*. Pp142.
- 10- **Ben Youssef N., Ouni Y., Dabbech N, Baccouri B., Abdelly Chedly1 and Zarrouk Mokhtar Effect of olive storage period at two different temperatures on oil quality of two tunisian cultivars of *Olea europea*, Chemlali and Chétoui., 2012.** Effect of olive storage period at two different temperatures on oil quality of two tunisian cultivars of *Olea europea*, Chemlali and Chétoui. *African Journal of Biotechnology*. Vol. 11(4). Pp. 888-895.
- 11- **Benabid H., 2009.** Caractérisation de l'huile d'olive algérienne apports des méthodes chimométrique. Thèse de doctorat en Science Alimentaires. Université Mentouri de Constantine institut de la nutrition, de l'alimentation et des technologies agro-alimentaire (inataa). Pp 136.
- 12- **Benrachou N., 2013.** Etude des caractéristiques physicochimiques et de la composition biochimique d'huile d'olive issues de trois cultivars de l'Est Algérien. Thèse de Doctorat en Biochimie Appliqué. Université Badji Mokhtar Annaba.
- 13- **Boukhari R., 2014.** Contribution à l'analyse génétique et caractérisation de quelques variétés d'olivier et l'influence de l'environnement sur leurs rendements au niveau de la wilaya

de Tizi-Ouzou. Mémoire de Magister en Amélioration de la Production Végétale et Biodiversité. Université Abou Beker Belkaid-Tlemcen.

14- Boukhezna B., 2008. Contribution à l'étude de l'oléiculture dans les zones arides : Cas de l'exploitation de Dhaouia (Wilaya d'El-Oued). Mémoire d'Ingénieur d'Etat en Agronomie Saharienne. Université Kasdi Merbah-Ouargla. p 58.

15- Boulfane S., Maata N., Anouar A., Hilali S., 2014. 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.

16- Boutkhila S., 2012. Les principales maladies fongiques de l'olivier (*olea europeae L.*) en Algérie : répartition géographiques et importance. Mémoire magister en Biotechnologie. Université d'Oran. Pp79.

17- Brunton J., 1999. Pharmacognosie. Photochimie, plantes médicinales, 3^{ème} édition, tec et doc. p 120.

C

18- Chabour M., 2009. Production d'huile d'olive en Algérie. Implication des normes commerciales internationales. Le trait d'Union des opérateurs économiques pour le Renouveau de Monde Agricole et Rural. Revue FILAHA. N° 4. P 10-11.

19- Chimi H., 2001. Qualité des huiles d'olives au Maroc; enquête nationale et analyse au laboratoire Bulletin mensuel d'information et de liaison de PNTTA. Transfert de technologie en Agriculture. N° 79.

20- Chimi H., 2002. Amélioration de la qualité de l'huile d'olive, restructuration et modernisation des unités de trituration des olives. Séminaire international sur l'olivier : Acquis de recherche et contraintes du secteur oléicole Marrakech. P 344.

21- Chimi H., 2006. Technologie d'extraction de l'huile d'olive et gestion de sa qualité. Bulletin mensuel d'information et de liaison de PNTTA, transfert de technologie en Agriculture. N° 141.

22- COI., 1994. Norme commerciale applicable à l'huile d'olive et à l'huile de grignons d'olive–COI/T.15/ n°2/corr.1.17.

23- COI., 1997. Normes internationales commerciales de l'huile d'olive et de l'huile des grignons d'olive.

24- COI., 2001. Norme commerciale applicable à l'huile d'olive et à l'huile de grignons d'olive– COI/T.20/Doc. n°19/ Rév.1.

25- COI., 2009. Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. COI/T.15/NC N° 3/ Rév.

26- COI., 2013. Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive.COI/T.15/NC n°3/Rév.7

27- COI., 2015. Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. COI/T.15/NC n°3/Rév.8.

28- COI., 2016. Conseil oléicole international. NEWLETTER- Marché Oléicole. N°110.

D

29- Demnati D., 2008. Facteurs affectant la qualité d'une huile d'olive vierge. Technologie Alimentaire. Analyse Sensorielle et Gestion de la Qualité.

30- D.S.A., 2015. Direction des Services Agricoles Tizi-Ouzou.

E

31- EC., 1991. Commission regulation (EEC) no. 2568/91 of 11 July 1991 on the characteristics of olive oil and olive-residue oil and on the relevant methods of analysis. Official Journal L. 248(0001–0083).

32- El Antari A., El Moudnit A., Ajana H., 2002. Influence de la variété et de l'environnement sur la composition chimique de l'huile d'olive vierge extra au Maroc.

G

33- Galili E., Stanley DJ., Sharvit J., Weinstein-evron M., 1997. Evidence for earliest olive-oil production in submerged settlements off the Carmel coast, Israel. Journal of Archaeological Science 24:1141-1150.

34- Garnier C., 2013. Huiles d'olive. <http://WWW.quechoisir.org>.

35- Ghalmi R., 2012. Effet de facteurs agronomiques et technologiques sur le rendement et la qualité de l'huile d'olive. Thèse de Magister en Science Alimentaires. Ecole Nationale Supérieure Agronomique El-Harrach Alger. Pp66.

36- Ghezlaoui M., 2011. Influence de la variété, nature du sol et les conditions climatiques sur la qualité des huiles d'olives des variétés *chemlal*, *Sigoise* et d'*Oléastre* dans la Wilaya de Tlemcen. Thèse de Magister en Agronomie Option : Amélioration de la production végétale et Biodiversité. Université Abou Bakr Belkaid-Tlemcen. Pp 203.

37- Grati Kammoun N., Khlif M., Ayadi M., Rekik H., REKIK B., et HAMDI M T., 1999. Evaluation des caractéristiques chimiques de l'huile au cours de la maturation des olives. Revue Ezzaitouna N°5 (1 et 2).

H

38- Harwood J.L., Aparicio R., 2000. Handbook of olive oil: analysis and properties. Gaithersburg, Maryland, USA: Aspen publications, Inc. p. 620.

K

39- Karleskind A., 1992. Manuel des corps gras. Ed TEC et Doc. Lavoisier. Paris.

40- Khalif M., Ayadi M., Grati kammoum N., Hamidi M., Rekik H., Rekik B., 2000. Effet du système d'extraction sur la qualité de l'huile d'olive en cours de stockage ou conservation. Revue ezzaitouna 6.

41- Khelil S., Madouni M., 2007. Etude de l'impacte du stockage des olives sur la qualité de l'huile. Mémoire d'Ingénieure en Agronomie. Université UMMTO. Pp 63.

42- Khlif M et Rekik H., 1996. La qualite de l'huile d'olive en Tunisie un a tout, des contraintes et des ambitions. Revue Ezzaitouna 2 (1 et 2). P : 79-92.

43- Koprivnjak O., Conte L., Totis N., 2002. Olive Fruit Storage in Bags, Food Technol. Biotechnol. 40 (2) 129–134 Oil Chemists Society, 75(6), Pp 673– 681.

L

44- Lavee S., 1997. Biologie et physiologie de l'olivier. Encyclopédie mondiale de l'olivier. Edition : Conseil Oléicole International (COI). P (61-106).

45- Lewington A et Parkere., 1999. Ancient trees: trees that live for a thousand years Sterling. Edition. p192.

46- Loussert R et Brousse G., 1978. L'olivier technique agricole et production méditerranéenne. Ed. Maisonneuve et larose, Paris. Pp 462.

M

47- Mahhou A., Jermmouni A., Hadiddou A., Oukabli A., Mamoun A., 2015. Période de récolte et caractéristiques de l'huile d'olive de quatre variétés en irrigué dans la région de Meknès. Rev. Mar. Sci.Agron. Vét. 2(2). p 5-15.

48- Mahdi S., 2016. Indices lipides et dosage des polyphénols dans différents échantillons d'huile d'olive. Mémoire de Master en Biologie. Option : Alimentation et Nutrition. Université Abou-Bekr Belkaid. Tlemcen.

49- Mahjoub et Turki., 1995. Effet du mode de stockage des olives sur la qualité de l'huile.

50- Maillard R., 1975. L'olivier. Ed comité technique de l'olivier. Paris. Pp75.

51- Mania H., 2006. Variation de la composition de l'huile d'olive de quelques hybrides obtenus par croissance dirigés, économie. Ed science et techniques, *olivae* , N° 106. Pp17-31.

52- Meftah H., Latrache H., Hanine H., Zahir H et El Louali M., 2013. Comparaison des caractéristiques physicochimiques des huiles d'olives issus de différentes zones de la région Tadla Azilal (Maroc).

53- Mejri S., 2007 : Traitement d'olives par des radiations gamma : effets sur certaines activités enzymatiques et sur la qualité de l'huile extraite. Mémoire de Master en Sciences de L'environnement. INSAT (TUNISIE). Pp 50.

54- Mendil M et Sebai A., 2006. Catalogue Des Variétés Algériennes de L'olivier.

55- Meziani F., 2015. Influence de l'emballage et des conditions de stockage sur la qualité de l'huile d'olive vierge. Mémoire de Master en Oléiculture et Oléotechnie. Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.

N

56- Nefzaoui A., 1983. Utilisation des sous produits de l'olivier en alimentation animal en Tunisie. Division de la production et de la sante animal. FAO. Rome.

57- Nourhane S., 2015. Huile d'olive/ L'Algérien petit consommateur. Algérie focus. <http://www.algerie-focus.com/2015/06/huile-dolive-lalgerien-petit-consommateur/>.

O

58- Ollé M., 2003. Analyse des corps gras. Techniques de l'ingénierie, traité analyse et caractérisation. Pp 4.

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

60- ONFAA., 2016. Observatoire National des filières Agricoles et Agroalimentaires-Bilan de la campagne oléicole 2015/2016. « Segment huile d'olive ».

61- Ouaouich A., Chimi H., 2007. Guide de producteur de l'huile d'olive. Organisation des Nations Unies pour le développement industriel. Vienne.

P

62- Psomiadou E., Tsimidou M., Boskou D., 2000. Alpha-tocopherol content of Greek virgin olive oil. J Agric. Food Chem, 48. Pp 1770-1775.

R

63- Rahmani., 1999. Influence des ravageurs et des maladies de l'olivier sur la qualité des huiles d'olives vierges. Journée nationale sur la protection de l'olivier. Marrakech.

S

64- Saad D., 2009. Etude des endomycorhizes de la variété Sigoise d'olivier (*Olea europea L.*) et essai de leur application à des boutures semi-ligneuses. Mémoire de Magister en Biotechnologie Option Intérêt des microorganismes en Agriculture et en Agro-alimentaire. Université D'Oran. Pp 98.

65- Sadkaoui A., 2010. Eude du comportement de quatre variétés d'olives cultivées dans différentes régions de la Tunisie: Caractérisation pomologique des fruits et physicochimique des huiles. Memoire de Master Spécialité: Agronomie et Biotechnologie Végétale option : Agronomie et Amélioration des Productions Végétales. Institut National Agronomique de Tunisie. Pp 115.

T

66- Tanouti K., EL Amrani A., Serghini-caid H., Khalid A., Bahetta Y., Benali A., Harkois M et Khiar M., 2010. Caractérisation d'huiles d'olive produites dans des cooperatives pilotes (la Krama et Kenine) au niveau du Maroc orientale. Les technologies de laboratoire, Volume 5, N°18. PP 19-24.

67- Tanouti K., Serghini-caid H., Chaibe E., Benali A., Harkous M., Etelamrani A., 2011. Amélioration qualitative d'huiles d'olive produites dans le Maroc orientale. Les technologies de laboratoire, volume 6, N°22. Pp 5-9.

68- Touati L., 2013. Valorisation des grignons d'olive Etude de cas : Essai de valorisation en Biocarburant. Mémoire de Magister en Technologie Alimentaire. Université M'hamed Bougara Boumardes. 66p.

V

69- Veillet S., 2010. Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : Entre Tradition et Innovation. Thèse doctorat en sciences. L'Université d'Avignon et des pays de Vaucluse. Spécialité chimie. Pp 126.

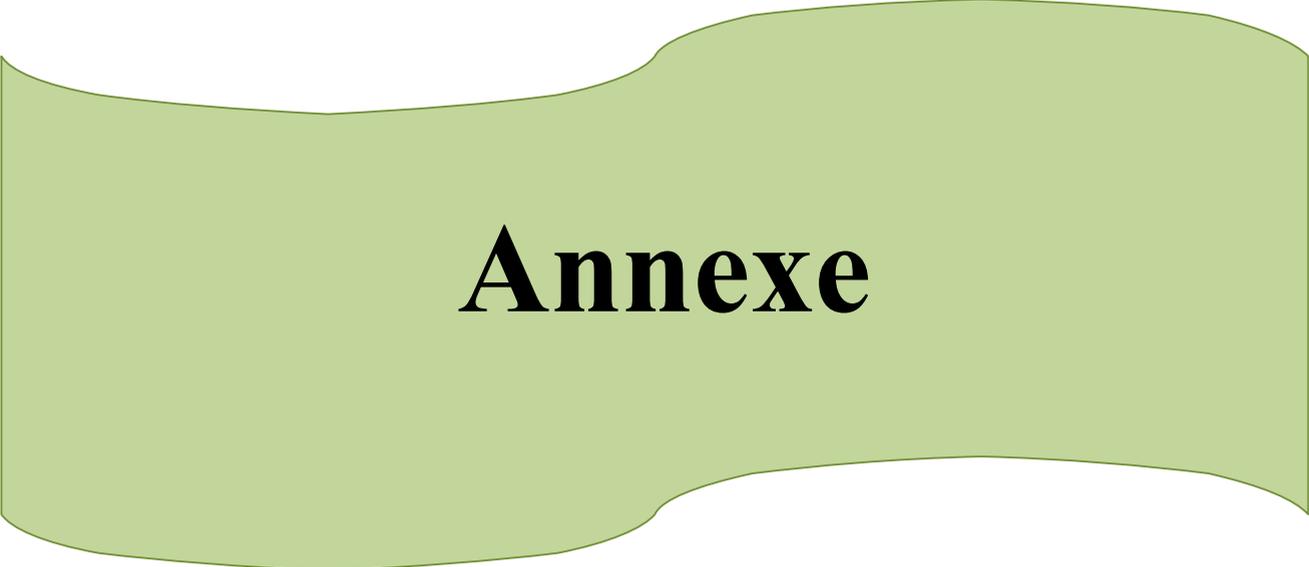
Y

70- Yang D. P., Kong D. X., Zhang H. Y., (2007). Multiple pharmacological effects of olive oil phenols. Food Chem. 104 (3). Pp 1269-1271.

Z

71- Ziad Z, 2017. Production de 90 millions de litres d'huile d'olive en 2016. Algérie eco, le portail de l'économie Algérienne.

72- Zohary D., Spiegel- Roy P., 1975. Beginnings of fruit growing in the World. Science. 187.



Annexe

Annexe 01 : Questionnaire réalisé sur les méthodes oléicoles

1. Variété (s) cultivée (s)
2. Etat (Vieille / Jeune) et âge de la plantation
3. Travaux et date d'entretien du verger : Labour - Engrais – Matière organique - Irrigation –
Désherbage - Taille- Autre
4. Stade de récolte des olives (couleur de l'olive)
5. Début et fin du ramassage des olives
6. Début et fin de la cueillette des olives
7. Mode de cueillette des olives (Main / Gaulage)
8. Matériels utilisés pour la cueillette des olives (Echelle / Peigne / Filet de récolte /Autre)
9. Les olives ramassées sont-elles mélangées avec les olives cueillies (oui /non)
10. Moyens utilisés pour le stockage des olives : Caisse en plastique / Sac en jute / Tas / Sous
abri /a l'air libre / Autre
11. Durée de stockage des olives chez l'oléiculteur (jours)
12. Durée et moyen de stockage des olives au niveau de l'huilerie (traditionnelle/ moderne) avant
la trituration
13. Mélange des olives ramassées et cueillies au moment de la trituration (oui / non)

Annexe 02: Détermination de la teneur en eau et matières volatiles**Matériels :**

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

Mode opératoire :

- Régler l'étuve à $103\pm 2^{\circ}\text{C}$;
- Peser un bécher à vide après l'avoir lavé ; séché ; soit m_0 ce poids ;
- Peser 10 g de l'huile d'olive dans ce bécher, soit m_1 le poids du bécher et
huile ;
- Introduire le bécher contenant l'huile dans l'étuve pendant 1 heure ;
- Refroidir l'ensemble (bécher + huile) dans un dessiccateur ;
- Peser l'ensemble (bécher + huile), soit m_2 le poids de cet ensemble.

Annexe 03 : Détermination de l'absorbance en ultraviolet

Matériels :

- Spectrophotomètre pour mesurer des extinctions dans l'ultraviolet entre 220 et 370 nm, avec possibilité de lecteur pour chaque unité nanométrique.
- Cuve en quartz prismatique, avec couvercle, de parcours optique de 1 cm

Réactifs :

- Hexane pur.

Mode opératoire :

- Dissoudre 0,1g d'huile dans 10ml d'hexane pur ;
- Réglage de spectrophotomètre à 232 et 270nm ;
- Introduit les cuve à spectrophotomètre remplies, le blanc (hexane pur) puis les échantillons préparés un par un.

Annexe 04: Détermination de l'acidité

Matériels :

- 2 Eralen-Mayer;
- 1 Burette de 10 ml;
- Balance analytique;
- Plaque chauffante.

Réactifs :

- Ethanol à 96% ;
- Solution de KOH à 0,1N ;
- Phénophtaléine, solution à 10 g/l dans l'éthanol à 96%.

Mode opératoire :

- Dans un Erlen-Meyer, mettre 25 ml d'éthanol ;
- On ajoute 0,5 ml de la solution de phénophtaléine porter à ébullition ;
- A température encore élevée neutralisé(en utilisant une burette) avec précaution tout en agitant l'Erlen-Meyer avec la solution de KOH à 0,1N jusqu'à apparition d'une coloration rose persistant ;
- Peser 2,5 g d'huile, dans un Erlen-Meyer 2 ;
- Ajouter l'éthanol neutralisé (contenu de l'Erlen-Meyer 1)
- Mélanger soigneusement, porter à l'ébullition et titrer avec la solution de KOH en agitant pendant le titrage ;

- Arrêter le titrage quand la coloration rose persiste pendant au moins 10S
- Noter la chute de burette.

Annexe 05 : Détermination de l'indice de peroxyde

Matériels :

- 1 erlen meyer ;
- Pipettes 1 ml, 10 ml, 15 ml ;
- 1 bécher
- 1 burette de 10ml ou 25 ml.

Réactif :

- Chloroforme ;
- Acide acétique ;
- Solution aqueuse d'iodure de potassium ;
- Solution de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) à 0,01% ;
- Solution d'amidon à 1%.

Mode opératoire :

- Peser 2 g d'huile dans un ballon ;
- Ajouter 10 ml de chloroforme ; puis 15 ml d'acide acétique tout en agitant afin de dissoudre l'échantillon ;
- Ajouter 1 ml d'iodure de potassium KI (solution aqueuse saturée préparée juste avant son emploi (0,5 g dans 1 ml d'eau distillée).
- Boucher aussitôt. Agiter énergétiquement pendant 1 mn .Laisser 5 mn à l'abri de la lumière à une température comprise entre 15°C et 25°C ;
- Ajouter 75 ml d'eau distillée ; et titrer avec la solution de thiosulfate de sodium pour passer de la couleur orange à jaune pale ;
- Ajouter 0,5 ml de la solution d'amidon. Agiter énergiquement. Si une couleur violacée apparait, il y a présence de peroxydes ;
- Traiter, tout en agitant, avec la solution de thiosulfate de sodium (0,01 N) jusqu'à disparition de la coloration violette,
- Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions.

Annexe 06 : Détermination de l'indice de saponification

Réactif :

- Potasse alcoolique 0,5N (KOH) dans l'éthanol 96% ;
- Acide chlorhydrique (HCl) aqueuse à 0,5N;
- Phénophtaléine à 1N

Mode opératoire :

- Pèse 2g d'huile et les introduire dans un ballon à col rodé ;
- Ajouter 25ml de potasse alcoolique (KOH) à 0,5N ;
- Porte à l'ébullition sous réfrigérant à reflux (avec un régulateur d'ébullition), pendant 1h on agitant de temps en temps,
- Titre l'excès de base de la solution savonneuse à chaude par l'acide chlorhydrique (HCL) 0,5N placé dans une burette graduée en présence de phénophtaléine jusqu'à virage à l'incolore ;
- Faire parallèlement un essai à blanc sans la matière grasse.

Annexe 07 : Détermination de la teneur en composés phénoliques

Réactif :

- Hexane ;
- Solution méthanol/eau (5/95) ;
- Eau distillée ;
- Folin-ciocalteu ;
- Solution de carbonate de sodium à 35% ;
- Acide gallique.

Préparation de la gamme étalonnage d'acide gallique

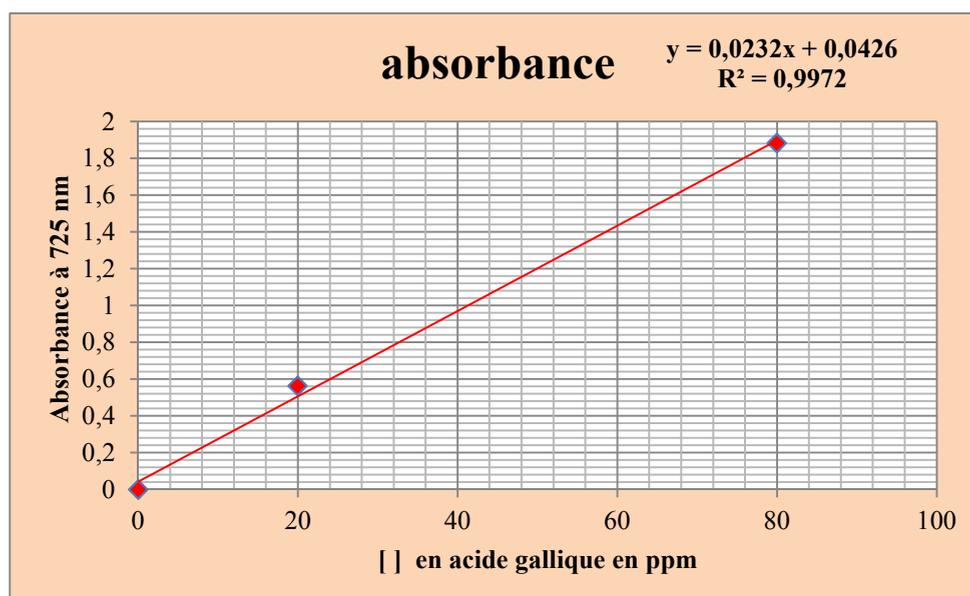
- Préparer une solution mère d'acide gallique à une concentration de 100 ppm (0,01g d'acide gallique dans 100 g de la solution méthanol/eau 60/40).
- Préparer à partir de la solution mère des solutions diluées de 5 ml aux concentrations suivantes : 100ppm, 80ppm, 60ppm, 40ppm, et 20ppm.
- Ajouter a chaque solution 0,5 ml du folin ciocalteu ;

- Ajouter 5 ml d'eau distillée et 1 ml de la solution de bicarbonate de sodium à 35% ;
- Laisser à l'obscurité pendant 2 heures, ensuite mesurer l'absorbance à 725 nm ;
- Réaliser en parallèle un essai à blanc.

Extraction des composés phénoliques à partir de l'huile d'olive

- Peser 2,5 d'huile, ajouter 5ml d'hexane et 5 ml de la solution méthanol/eau (60/40) ;
- Agiter vigoureusement pendant 2min et Laisser reposer 5 min jusqu'à séparation de 2 phases)
- Récupérer 5ml de la phase aqueuse. à l'aide d'une pipette dans laquelle se trouvent les composés phénoliques ;
- Ajouter 0,5ml du réactif de folin ciocalteu ,5 ml d'eau distillée et 1ml de la solution de bicarbonate de sodium (35%).
- Laisser reposer pendant 1 heures à l'obscurité de la lumière ;
- Mesure de l'absorbance à 725 nm ;
- Réaliser en parallèle un essai à blanc ;
- Les résultats sont exprimés en mg d'acide gallique par kg de l'huile en se référant à un courbe étalon obtenue à partir de concentrations croissantes d'acide gallique allant de 0mg/kg à 100mg/kg.

Annexe 08 : Courbe d'étalonnage des polyphénols



Annexe 09 :**➤ Détermination des chlorophylles****Réactif :**

- Cyclohexane

Mode opératoire :

- Pèse 7,5g d'huile et la dissoudre dans 25ml de cyclohexane ;
- Mesure l'absorbance à 670nm.

➤ Détermination des caroténoïdes**Réactif :**

- Cyclohexane.

Mode opératoire :

- Pèse 7,5g d'huile et la dissoudre dans 25ml de cyclohexane ;
- Mesure l'absorbance à 470nm.

Annexe 10: Indice d'iode**Réactifs :**

- Alcool éthylique à 99% ;
- Iode alcoolique (0,2N) ;(12,7g d'iode +25g de KI dans 500 ml d'éthanol pur) ;
- Solution de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) à 0,1N ;
- Solution d'empois d'amidon à 1%.(1 g d'amidon dans 100 ml d'eau distillé).

Mode opératoire :

- Pèse 0,2g d'huile d'olive introduite dans un ballon ;
- Ajoute 10ml d'éthanol à 96%,10ml d'iode alcoolique(0,2) et 30ml d'eau distillé ;
- Agiter énergétiquement pendant 5mn, puis laisse à l'abri de la lumière environ 30mn ;
- Titre l'iode libéré par la solution de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) à 0,1N jusqu'à l'apparition de la couleur jaune ;

- Ajouter 1 ml de la solution d'amidon à 1% pour avoir une coloration bleu foncée :
- Pour suivre le titrage avec la solution de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) à 0,1N jusqu'à la disparition de la couleur bleu.

Annexe 11: Acides gras

Le profil en acide gras d'huile d'olive a été déterminé conformément à la norme CEE (2568/91).

Les acides gras sont tout d'abord transformés en esters méthyliques :

- 0,2 g d'huile sont pesés dans un tube à vis
- Ajoutés 3 ml d'hexane
- Ajoutés 0,4 ml d'hydroxyde de potassium méthanolique à 2N
- Mélangés et agité
- 0,8 μ l de la solution des esters méthyliques sont ensuite injectés dans la chromatographie en phase gazeuse (CPG)

Les caractéristiques et les conditions de la CPG sont les suivantes :

- Chromatographie : chrompack CP 9002
- Détecteur : FID (250°C)
- Injecteur : SPLIT 1/100 (250°C)
- Gaz vecteur : Azote
- Colonne : DB23 (50% Cyanopropyle)
- Longueur : 30m
- Diamètre intérieur : 0,32mm*0,25UM
- Epaisseur : 0,25 μ m
- Températures : (injecteur : 250°C ; détecteur : 280°C ; Four : 200°C)
- Vitesse de papier : 0,5 cm/mm.

Annexe 12: Analyse de la variance de la teneur en eau et matières volatiles des huiles d'olive analysées.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,02	17	0,001				
VAR.FACTEUR 1	0,014	8	0,002	2,601	0,08814		
VAR.RESIDUELLE 1	0,006	9	0,001			0,026	19,73%

Annexe 13: Analyse de la variance de la d'extinction spécifique à 232 nm des huiles d'olive analysées.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,071	17	0,004				
VAR.FACTEUR 1	0,063	8	0,008	8,838	0,00212		
VAR.RESIDUELLE 1	0,008	9	0,001			0,03	0,90%

Résultats du test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% pour l'effet de la durée du stockage des olives sur l'extinction spécifique à 232 nm des huiles analysées.

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
9.0	D9	3,397	A	
1.0	D1	3,387	A	
2.0	D2	3,341	A	
7.0	D7	3,337	A	
5.0	D5	3,333	A	
4.0	D4	3,332	A	
3.0	D3	3,33	A	
8.0	D8	3,301	A	
6.0	D6	3,179		B

Annexe 14: Analyse de la variance de la d'extinction spécifique à 270 nm des huiles d'olive analysées.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,027	17	0,002				
VAR.FACTEUR 1	0,026	8	0,003	26,456	0,00005		
VAR.RESIDUELLE 1	0,001	9	0			0,011	4,20%

Résultats du test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% pour l'effet de la durée du stockage des olives sur l'extinction spécifique à 270 nm des huiles analysées.

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES		
1.0	D1	0,327	A		
9.0	D9	0,323	A		
8.0	D8	0,294		B	
5.0	D5	0,281		B	
7.0	D7	0,241			C
4.0	D4	0,24			C
3.0	D3	0,235			C
6.0	D6	0,232			C
2.0	D2	0,223			C

Annexe 15: Analyse de la variance de l'indice d'acidité des huiles d'olive analysées.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	115,073	26	4,426				
VAR.FACTEUR 1	114,835	8	14,354	1086,532	0		
VAR.RESIDUELLE 1	0,238	18	0,013			0,115	3,40%

Annexe 16 : Analyse de la variance de l'indice de peroxyde des huiles d'olive analysées.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	501,13	26	19,274				
VAR.FACTEUR 1	493,296	8	61,662	141,691	0		
VAR.RESIDUELLE 1	7,833	18	0,435			0,66	3,51%

Annexe 17 : Analyse de la variance de la teneur en composée phénolique des huiles d'olive analysées.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	17230,16	26	662,699				
VAR.FACTEUR 1	17221,93	8	2152,741	4706,918	0		
VAR.RESIDUELLE 1	8,232	18	0,457			0,676	0,98%

Annexe 18 : Analyse de la variance de l'indice d'iode des huiles d'olive analysées.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	262,199	26	10,085				
VAR.FACTEUR 1	252,857	8	31,607	60,902	0		
VAR.RESIDUELLE 1	9,342	18	0,519			0,72	0,77%

Annexe 19 : Analyse de la variance de l'indice de saponification de l'huile d'olive vierge

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	751,35	26	28,898				
VAR.FACTEUR 1	708,318	8	88,54	37,036	0		
VAR.RESIDUELLE 1	43,032	18	2,391			1,546	0,83%

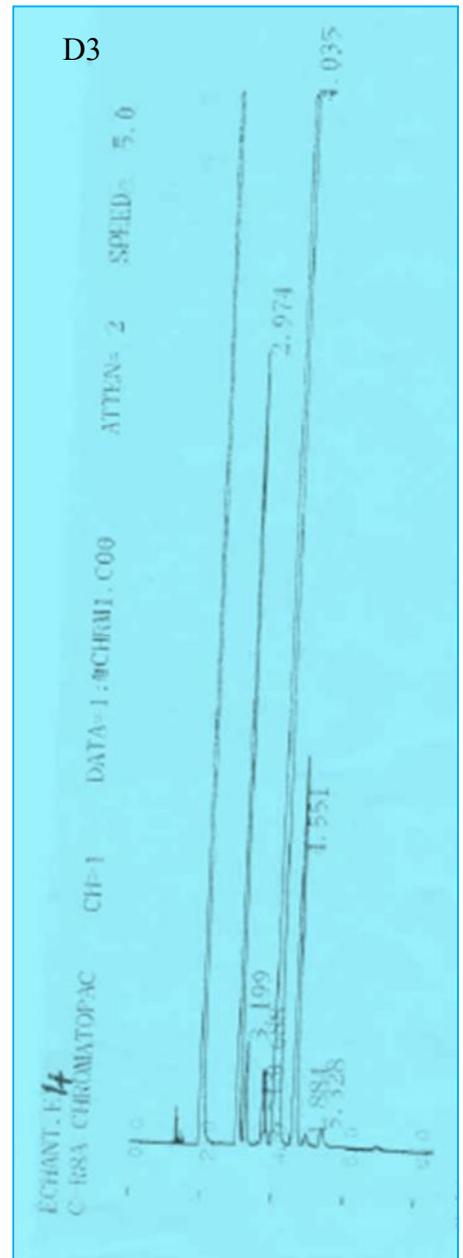
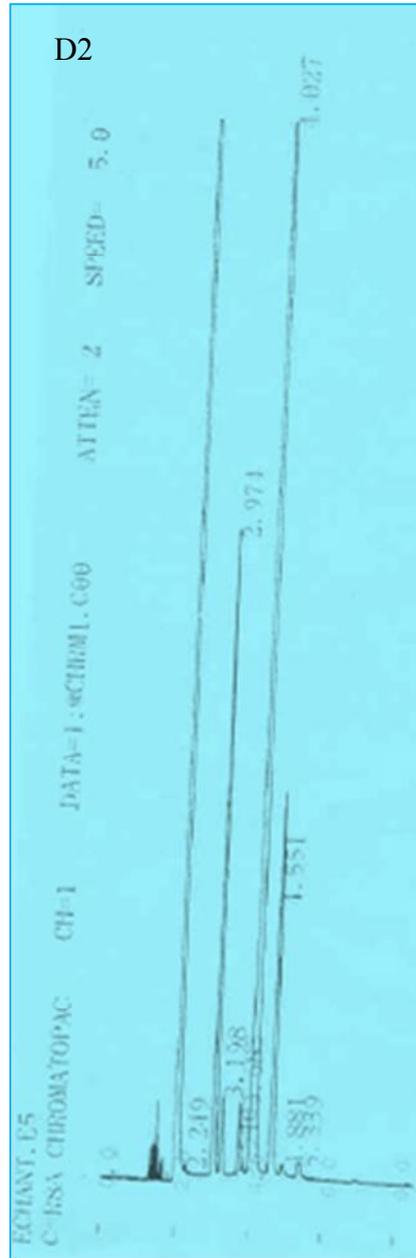
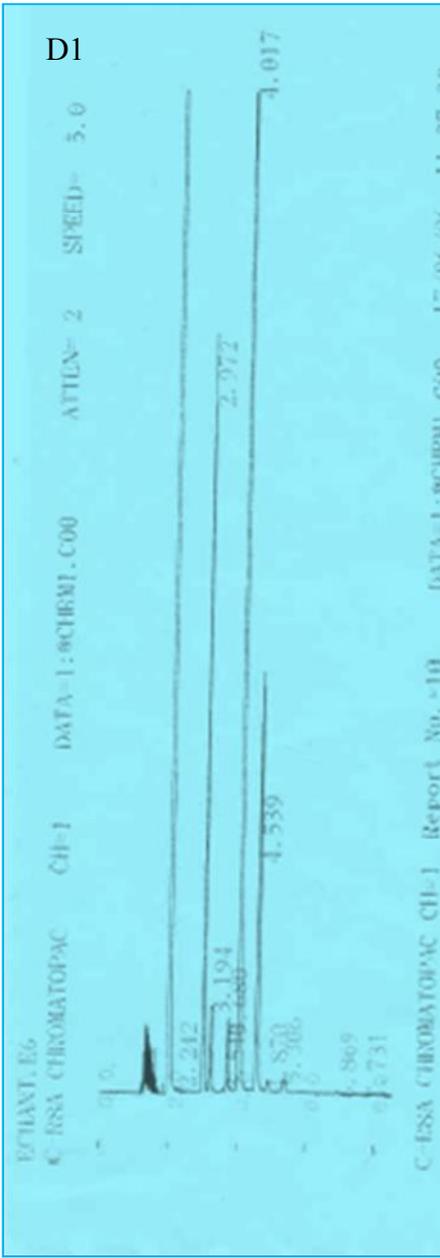
Annexe 20 : Analyse de la variance de la teneur en chlorophylle des huiles d'olive analysées.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	2,833	26	0,109				
VAR.FACTEUR 1	2,735	8	0,342	62,501	0		
VAR.RESIDUELLE 1	0,098	18	0,005			0,074	10,17%

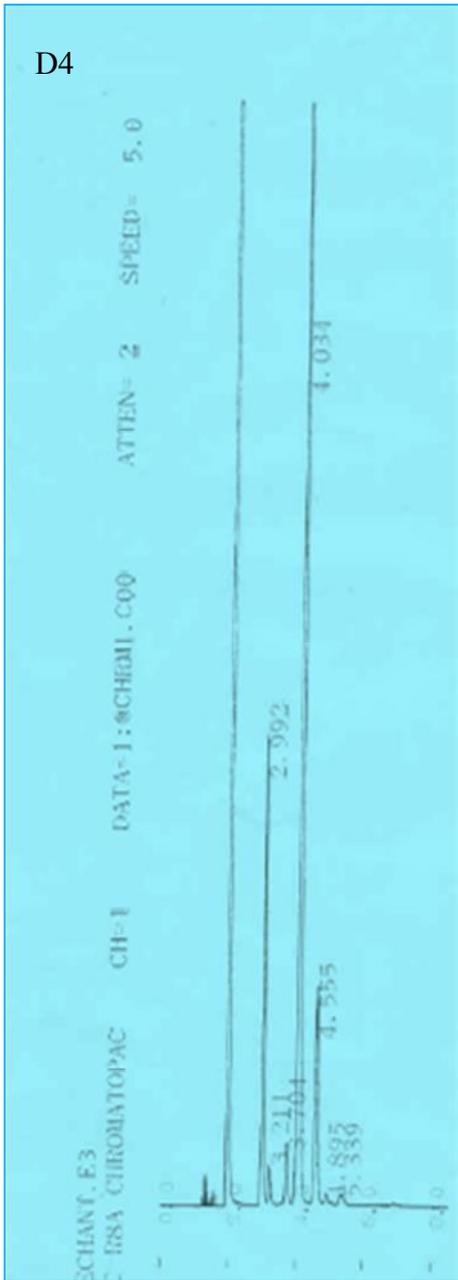
Analyse de la variance de la teneur en caroténoïdes des huiles d'olive analysées.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,658	26	0,025				
VAR.FACTEUR 1	0,63	8	0,079	50,396	0		
VAR.RESIDUELLE 1	0,028	18	0,002			0,04	5,69%

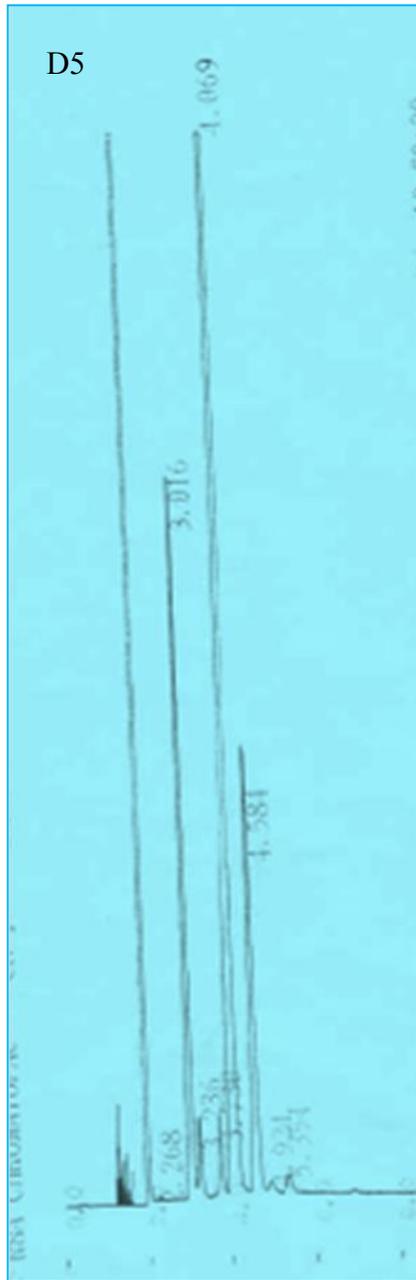
Annexe 21 : chromatogramme de la composition en acide gras des huiles d'olives analysées



D4



D5



D6

