

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE 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 des sciences biologiques

Mémoire de fin d'études

En vue de l'obtention du

Diplôme du Master académique en biologie

Option : Oléiculture et Oléotechnie

Thème

*Influence de l'emballage et des conditions de
stockage sur la qualité de l'huile d'olive vierge.*

Dirigé par : M^{me} KOURABA.F.

Réalisé par : M^{elle} MEZIANI Fatma.

Devant le jury :

Président : M^r AMROUCHE.T

Maitre de conférences à l'UMMTO.

Examineur : M^r ALLILI. N

Maitre assistant à l'UMMTO

Examineur : M^r DOUFENE. H

Maitre assistant à l'UMMTO.

2014 - 2015

REMERCIEMENT

Je tiens à remercier le bon Dieu de m'avoir donné la force et le courage à formuler ma gratitude et ma profonde reconnaissance à l'égard de mes parents pour leurs soutiens durant mes études.

Au terme de mon travail, je tiens en premier lieu à exprimer mes profondes et sincères reconnaissances et mes chaleureux remerciements à ma promotrice ***M^{me} KOURABA.F***, pour son aide, ses conseils qu'elle m'a prodigué tout au long de ce travail et pour sa disponibilité.

Mes remerciements vont aux membres de jury qui ont bien voulu juger ce travail ainsi que pour leurs conseils et leurs aides :

M^r AMROUHE.T, maitre de conférences à l'UMMTO qui ma fait l'honneur de présider le jury.

M^r DOUFENE.H, maitre assistant à l'UMMTO d'avoir accepté d'examiner mon mémoire.

M^r ALLILI.N, maitre assistant. UMMTO qui bien a voulu examiner ce travail.

Mon plus vif remerciement s'adresse à ***M^r KELLOUCHE A***, Professeur et responsable du master Oléiculture - Oléotechnie à la faculté des sciences biologiques et des sciences agronomiques à l'UMMTO pour son aide, ses encouragements et ces conseils.

Je n'oublie par de remercier ***M^r AMIR***, ***M^r BENGANA*** et ***M^{me} BENTAYEB*** pour leurs conseils et leurs aides

Nous tenons à remercier le personnel du laboratoire technologie alimentaire de l'INA d'El-harrach.

Nos remerciements s'adressent également au personnel du laboratoire commun I, II et de technologie alimentaire de l'UMMTO.

DÉDICACE

A L'aide de dieu tout puissant, qui m'a tracé le chemin de ma vie, j'ai pu Réaliser ce travail que je dédie :

A mon père qui fait tout son possible pour que je puisse réussir et je la témoigne mon respect, ma profonde gratitude. Ma mère que j'aime très fort et qui a toujours espéré ma réussite. je prie le bon dieu de la protéger de mal. Merci pour votre patience, votre aide et de m'avoir toujours rassurée et soutenue dans mes choix,

A mes très chers sœurs : ma fleur Ghania, son mari et leur enfants, mon trésor Noria, ma psychologue Hayat et son mari.

A mes chers frères : Madjid, Brahim, Tahar, Nacer, leurs femmes et leurs enfants, Aziz et Menouar et à tout la famille (MEZIANI).

A mes amies : Ali, Nassima, Safia, Dahbia, Thinhinane, Nacira, Kafia, Ferroudja, Aziz et Mohamed, à tout mes camarades de la promo, à toute personne qui m'a aidée de près ou de loin à réaliser ce travail, vos encouragements ont été indispensables.



Résumé

L'huile d'olive vierge est le corps gras le mieux étudié et le mieux surveillé pour des raisons économiques et nutritionnelles.

La qualité de l'huile produite dépend de plusieurs facteurs à savoir : la variété, le degré de maturation des olives, les conditions climatiques, les techniques de récolte et de conservation des fruits et le procédé d'extraction et de conditionnement de l'huile.

Dans le souci de maintenir la qualité d'une huile d'olive et de prolonger sa durée de conservation, de nombreuses recherches concernant le choix des emballages et la détermination des meilleures conditions de stockage ont été réalisées. A cet égard, notre étude a porté sur l'influence du type d'emballage et des conditions de stockage sur la qualité de l'huile d'olive vierge après trois mois de conservation.

Les analyses physico-chimiques effectuées ont montré une variation des teneurs pour les différents paramètres étudiés (teneur en eau et en matière volatils, densité, acidité, indice de peroxyde, indice de saponification, teneur en composés phénoliques, teneur en pigments, composition en acides gras) quelque soit le type d'emballage et les conditions de stockage mais qui restent conforme à la norme du COI pour les huiles d'olive vierges surtout pour l'acidité et l'indice de peroxyde. Toutefois, l'huile d'olive étudiée est mieux conservée dans les emballages en verre à l'abri de la lumière.

Mots clés : huile d'olive, qualité, analyses physico-chimiques, caractérisation, normes, conditions de stockage, emballages, lumière, obscurité

Abstract

Virgin olive oil is the best fat body studied and well guarded, for economic and nutritional reasons.

The quality of the oil produced depends on several factors including: variety, the degree of maturation of the olives, weather conditions, harvesting techniques and preservation of fruits and the method of extraction and conditioning oil.

In order to maintain the quality of olive oil and prolong its shelf life, much research concerning the choice of packaging and determining the best storage conditions were performed. In this respect, our study focused on the influence of the type of packaging and storage conditions on the quality of virgin olive oil after three months of storage.

The physic-chemical analyzes have shown a variation of the levels for the various parameters studied (water content and volatile matter, density, acidity, peroxide value, saponification value, phenolic compound content, pigment content, fatty acid composition) regardless of the type of packaging and storage conditions which stay according with the International Olive Oil Council standard for virgin olive oils especially for acidity and peroxide value. However the olive oil studied is better preserved in glass containers away from light.

Keywords: olive oil quality, physic-chemical analysis, characterization, standards, storage conditions, packaging, light, obscurity.

Liste des abréviations

°C : Degré Celsius.

¹O₂ : Oxygène singulet.

³O₂ : Oxygène atmosphérique.

AFIDOL : Association Française Interprofessionnelle de l'Olive.

AFNOR : Association Française de Normalisation.

AGMI : Acides Gras Mono Insaturé.

AGPI : Acides Gras Poly Insaturé.

A_w : Activité de l'eau.

CE : Communauté Européenne.

cm : Centimètre.

CNE : Conseil National de l'Emballage.

COI : Conseil Oléicole International.

CPG : Chromatographie en Phase Gazeuse.

DG SANCO : Direction Générale Santé et protection des Consommations.

EP : Emballage plastique.

ET : Emballage tétra pack.

EV : Emballage verre.

g : Gramme.

GPED/DA : Groupe Permanent d'Etude des Marchés de Denrées Alimentaires.

INA : Institut national Agriculture

INRA : institut national de la Recherche Agronomique.

IP : Indice de Peroxyde.

IS : Indice de Saponification.

ISO : International Standard Organisation.

Kg : kilogramme.

KOH : Hydroxyde de potassium.

LNE : Laboratoire National de métrologie et d'Essai.

meq : Milliéquivalent.

mg : Milligramme

ml : Millilitre.

NF : Norme Française.

nm : Nanomètre.

P PS : Polystyrène.

P : Polypropylène.

PE : Polyéthylène.

PET : Polyéthylène.

ppm : Partie par million.

PVC : PolyChlorure de Vinyle.

PVDC : Polyvinylidène.

R• : Radical libre.

RH : Acide gras insaturé

ROO• : Hydroperoxyde.

ROOH : Hydroperoxyde.

UMMTO : Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.

UV : Ultra-violet.

Liste des figures

Figure 1 : Différents types d'interaction entre la matrice alimentaire et l'emballage plastique (Berlinet, 2006).....	13
Figure 2 : Intensité de l'oxydation en fonction du temps (Conseil Supérieur de La Santé, 2010)	22
Figure 3 : Hydrolyse du glycérol et libération des acides gras (Veillet, 2010).....	23
Figure 4 : Matériaux d'emballage (plastique, verre, tétra pack)	27
Figure 5 : Huile d'olive de différents emballages après trois mois de conservation à la lumière et à l'obscurité	41
Figure 6 : Valeurs moyennes de la teneur en eau et en matières volatiles de l'huile d'olive vierge en fonction de l'emballage et des conditions de stockage.....	42
Figure 7 : Valeurs moyennes de densité de l'huile d'olive vierge en fonction de l'emballage et des conditions de stockage	43
Figure 8 : Valeurs moyennes de l'huile d'olive vierge en fonction de l'emballage et des conditions de stockage.....	44
Figure 9 : Valeurs moyennes de l'indice de peroxyde de l'huile d'olive vierge en fonction de l'emballage et des conditions de stockage.....	46
Figure 10: Détérioration de l'état initial de l'emballage Tétra pack	47
Figure 11 : Valeurs moyennes de l'indice de saponification l'huile d'olive vierge en fonction de l'emballage et des conditions de stockage.....	48
Figure 12 : Valeurs moyennes de la teneur en composés phénoliques de l'huile d'olive vierge en fonction de l'emballage et la durés de stockage	50
Figure 13 : Valeurs moyennes de la teneur en chlorophylle de l'huile d'olive vierge en fonction de l'emballage et des conditions de stockage	51
Figure 14 : Valeurs moyennes de la teneur en caroténoïdes de l'huile d'olive vierge en fonction de l'emballage et des conditions de stockage	53

Liste des tableaux

Tableau 1 : classification de l'huile d'olive (COI, 2015).....	4
Tableau 2 : caractéristiques physicochimiques de l'huile d'olive vierge (COI, 2015.CE, 2002).....	5
Tableau 3 : composition en acides gras d'une huile d'olive (COI, 2015=.....	7
Tableau 4 : rôles de l'emballage (Benslimane, 2014).....	12
Tableau 5 : Valeurs de la teneur en eau et en matières volatiles d'échantillon d'huile d'olive analysé (%)	32
Tableau 6 : Valeurs de l'extinction spécifique à 232nm et à 270 nm d'échantillon d'huile d'olive analysé.....	33
Tableau 7 : Valeurs de la densité d'échantillon d'huile d'olive analysé	33
Tableau 8 : Taux d'acidité d'échantillon d'huile d'olive analysé (%)	34
Tableau 9 : Valeurs de l'indice de peroxyde d'échantillon d'huile d'olive analysé (meqO ₂ /kg d'huile)	34
Tableau 10: Teneur en indice de saponification d'échantillon d'huile d'olive analysé (mg/g)..	35
Tableau 11 : Teneurs en composés phénoliques d'échantillon d'huile d'olive analysé (ppm)..	35
Tableau 12 : Teneur en chlorophylles d'échantillon d'huiles d'olive analysé (ppm)	36
Tableau 13 : Teneurs en caroténoïde d'échantillon d'huile d'olive analysé (ppm)	37
Tableau 14 : Composition en acides gras de huile d'olives analysé(%)	38
Tableau 15 : Les résultats des différents paramètres physico-chimiques d'échantillon d'huile d'olive analysé.....	39
Tableau 16 : Composition en acides gras (%) des huiles d'olives analysées (%) après trois mois de conservation	55
Tableau 17 : Les résultats des différents paramètres physico-chimiques de l'huile d'olive analysée après trois mois de conservation.....	57

Sommaire

Introduction générale	1
------------------------------------	----------

Partie I: Synthèse bibliographique

Chapitre 1 : l'huile d'olive.

1. Définition de l'huile d'olive	3
2. Technologie d'extraction de l'huile d'olive	3
3. Classification de l'huile d'olive.....	4
4. Caractéristiques de l'huile d'olive.....	4
4.1. Caractéristiques physico-chimiques	4
4.2. Caractéristiques organoleptiques.....	5
5. Compositions chimiques de l'huile d'olive.....	6
5.1. Fractions saponifiables	6
5.2. Fractions insaponifiables	7
6. Qualité d'huile d'olive.....	9

Chapitre 2 : Emballage alimentaire et étiquetage

1. L'emballage alimentaire.....	11
1.1. Définition.....	11
1.2. Les différents types d'emballage.....	11
1.3. Les fonctions de l'emballage alimentaire.....	11
1.4. Rôle technique de l'emballage alimentaire	12
1.5. Les interactions entre l'emballage et l'aliment	12
2. Matériaux d'emballage.....	15
2.1. Le plastique	15
2.2. Le verre.....	16
2.3. Le métal	17
2.4. Le papier et le carton	17
3. L'étiquetage.....	18
3.1. Mentions obligatoires	18
3.1.1. Dénomination de vente.....	18
3-2. Intérêt de l'étiquetage.....	19

Chapitre 3 : Evolution physicochimique de l'huile au cours de stockage

1. Altération chimique de l'huile d'olive	20
1.1. L'oxydation	20
1.2. Hydrolyse / altération hydrolytique / acidification.....	22
1.3. Altération thermique.....	23
2. Facteurs influençant la stabilité de l'huile durant sa conservation.....	23
2.1. Influence de la température et de la concentration en oxygène.....	23
2.2. Effet de l'eau	24
2.3. Effet des métaux	24
2.4. Effet de la lumière	25
2.5. Teneur en acides gras libres	25

Partie II : Etude expérimentale

Chapitre 1 : matériels et méthodes

1. Echantillonnage	26
2. Emballage et mode de conservation	26
2.1. Emballages	26
2.2. Mode de conservation.....	27
3. Méthodes d'analyses.....	27
3.1. Analyses physiques	27
3.1.1. Teneur en eau et matières volatiles	27
3.1.2. Détermination de l'absorbance en ultraviolet.....	28
3.1.3. Détermination de la densité.....	28
3.2. Analyses chimiques	29
3.2.1. Acidité	29
3.2.2. Indice de peroxyde	29
3.2.3. Indice de saponification.....	30
3.2.4. Détermination de la teneur en composés phénoliques	31
3.2.5. Détermination de la chlorophylle	31
3.2.6. Détermination des caroténoïdes	32
3.2.7. Composition en acides gras	32
4. Analyse statistique.....	32

Chapitre 2 : Résultats et discussion

I. Détermination de la qualité de l'huile d'olive.....	33
1. Méthodes d'analyse	33
1.1. Analyses physiques.....	33

1.1.1. Teneur en eau et matières volatiles.....	33
1.1.2. Détermination de l'absorbance en ultraviolet.....	33
1.1.3. Détermination de la densité.....	34
1.2. Analyses chimiques.....	34
1.2.1. Acidité.....	34
1.2.2. Indice de peroxyde.....	34
1.2.3. Indice de saponification.....	35
1.2.4. Détermination de la teneur en composés phénoliques.....	36
1.2.5. Détermination de la chlorophylle.....	37
1.2.6. Détermination de caroténoïdes.....	38
1.2.7. Composition en acides gras.....	38
2. Classification d'huile analysée.....	40
II. Influence de l'emballage et du conditionnement de stockage (lumière, obscurité) sur la qualité de l'huile d'olive.....	41
1. Méthodes d'analyse.....	41
1.1. Analyses physiques.....	41
1.1.1. Teneur en eau et matières volatiles.....	41
1.1.2. Détermination de l'absorbance en ultraviolet.....	43
1.1.3. Détermination de la densité.....	43
1.2. Analyses chimiques.....	44
1.2.1. Acidité.....	44
1.2.2. Indice de peroxyde.....	45
1.2.3. Indice de saponification.....	48
1.2.4. Détermination de la teneur en composés phénoliques.....	49
1.2.5. Détermination de la chlorophylle.....	51
1.2.6. Détermination de caroténoïdes.....	53
1.2.7. Composition en acides gras.....	56
Conclusion générale.....	58

Références bibliographiques

Annexes

Introduction générale

Les huiles, de manière générale, occupent une place importante dans le secteur agricole et agroalimentaire. La production d'huile végétale est considérée depuis plusieurs années comme l'une des filières les plus prometteuses pour la diversification des productions agricoles dans le domaine des applications alimentaires et non alimentaires (Kouidri, 2008).

L'huile d'olive représente l'une des matières grasses les plus appréciées des populations méditerranéennes. Elle est bien réputée pour sa composition équilibrée en acides gras et surtout pour sa richesse en acide oléique ; un acide gras mono insaturé qui est la caractéristique qui définit l'huile d'olive en dehors des autres huiles végétales. Sa composition en antioxydants naturels tels que les poly phénols et les tocophérols ainsi que pour son goût délicieux.

Elle est l'une des huiles végétales les plus anciennes et la seule qui peut être consommée sous sa forme brute sans traitement préalable. Toutes les études démontrent que les régimes alimentaires à base d'huile d'olive sont bénéfiques pour la santé humaine (Benabid, 2009).

Le conditionnement de l'huile d'olive est soumis à des règles très strictes par l'application des contrôles relatifs aux produits chimiques dans l'alimentation humaine, des matériaux et des objets au contact des huiles ainsi que des procédés et des produits utilisés pour le nettoyage de ces matériaux. En effet, les huiles d'olives et les huiles des grignons d'olives 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 alimentaire. Les récipients utilisés doivent être toutefois en bon état, étanches et inertes à l'égard de l'huile (Ouaouich et Chimi, 2007).

La conservation de la qualité de l'huile d'olive est intimement liée aux techniques employées pour le stockage de ce produit. L'huile a tendance à s'oxyder et à subir des altérations aussi bien du point de vue chimique et physique qu'organoleptique (Conseil Supérieure de la Santé, 2011).

En Algérie, l'huile est plus souvent conservée dans des bouteilles ou des bidons en plastique pour des raisons de disponibilité et de prix de ce type d'emballage. De plus, la commercialisation de l'huile se fait le plus souvent au niveau des huileries ou dans des locaux où l'on remarque un phénomène usage massif des récipients en polyéthylène téréphtalate (PET) et son exposition à la lumière du jour et aux variations de la température. Ces

conditions sont idéales pour les réactions d'oxydation et d'hydrolyse qui ont pour conséquences l'altération de la qualité de l'huile.

La qualité de l'huile d'olive dépend de plusieurs facteurs dont deux qui nous paraissent importants et qui font l'objet de notre étude, ce sont le type d'emballage et les conditions de stockage (lumière, obscurité).

Notre objectif à travers cette étude est de déterminer l'influence du type de l'emballage (plastique (PET), verre transparent, Tétra pack) et des conditions de stockage telles que l'exposition à la lumière du jour et à l'obscurité sur la qualité physico-chimiques de l'huile d'olive vierge après trois mois de conservation.

Le présent travail à été fait en ayant recours aux analyses physico-chimiques suivantes : humidité, UV, densité, acidité, indice de peroxyde, indice de saponification, teneur en chlorophylle, en caroténoïde, en composées phénoliques et en acides gras avant et après une durée de stockage d'une huile d'olive échantillonnée.

Chapitre 1 :

L'huile d'olive

1. Définition de l'huile d'olive

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 (COI, 2015).

D'après Benabid (2009), l'huile d'olive est le jus d'un fruit est presque uniquement consommée à l'état vierge. Elle est pratiquement la seule aujourd'hui à avoir cette particularité.

2. Technologie d'extraction de l'huile d'olive

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).

Divers systèmes d'extraction sont employés pour extraire l'huile des olives (Bouhadjra 2011):

➤ Système d'extraction discontinu par presse

Ce système utilise des presses métalliques à vis ou, le cas échéant des presses hydrauliques. La pâte issue du broyage est empilée sur les scourtins. L'opération de pressage dure au moins 45mn. Selon les normes internationales en vigueur, les scourtins doivent être lavés à raison d'une fois par semaine pour éviter d'augmenter l'acidité de l'huile.

➤ Système d'extraction continu avec centrifugation à trois phases

Les trois phases sont : huile, margine et grignon. L'introduction de ces 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.

➤ 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 phases : huile et grignon) qui ne nécessite pas l'ajout d'eau pour la séparation des phases huileuses et solide.

L'objectif principal de toute méthode d'extraction consiste à produire la plus grande quantité d'huile possible sans l'altération de sa qualité d'origine (Benlemlih et Ghanam, 2012).

3. Classification de l'huile d'olive

Selon le COI (2015), l'huile d'olive comprend diverses appellations (tableau n° 1).

Tableau n° 1 : Classification de l'huile d'olive (COI, 2015).

Catégorie d'huile d'olive		Acidité (%)
Huile d'olive vierge	Huile d'olive vierge extra	$\leq 0,8$
	Huile d'olive vierge	≤ 2
	Huile d'olive vierge courante	$\leq 3,3$
	Huile d'olive vierge lampante	$> 3,3$
Huile d'olive raffiné (est	l'huile d'olive obtenue des huiles d'olive vierge par des techniques de raffinage).	$\leq 0,3$
Huile d'olive (constituée	par le coupage d'huile d'olive raffinée et vierge)	≤ 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

4. Caractéristiques de l'huile d'olive

4.1. Caractéristiques physico-chimiques

Les principales caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive sont rassemblées dans le tableau n° 2.

Tableau n°2 : Caractéristiques physico-chimique de l'huile d'olive vierge (COI, 2015 ; CE, 2002).

Caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive vierge	
Teneur en eau (%)	≤ 0,2
Densité relative (20°C/eau à 20°C)	0,910-0,916
Acidité (%)	≤ 2,0
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 ultraviolet à 270 nm	≤0,25
Absorbance ultraviolet à 232 nm	≤2,60
ΔK	≤0,01
Insaponifiable (g/Kg)	15

4.1.Caractéristiques organoleptiques

L'huile d'olive est un liquide limpide, transparent, jaune ou jaune vert, d'odeur caractéristique, pratiquement insoluble dans l'alcool, miscible à l'éther diéthylique et à l'éther de pétrole (Bouhadjra, 2011).

Selon Ouauich et Chimi (2007), l'évaluation organoleptique de l'huile d'olive vierge est fonction des attributs positifs et négatifs et le classement de ces huiles est déterminé par un jury de dégustateurs sélectionnés.

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 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 à partir des olives vertes.

Attributs négatifs

- Chômé : Flaveur caractéristique de l'huile extraite d'olives entassées dans un état avancé de fermentation anaérobie.
- Moisi-humide : Flaveur caractéristique de l'huile obtenue d'olives attaquées par des moisissures et levures par suite d'un stockage des olives pendant plusieurs jours dans l'humidité.
- Lies : Flaveur caractéristique de l'huile restée en contact avec les « boues » de décantation dans les piles et les caves.
- Vineux – vinaigré : Flaveur caractéristique de certaines huiles rappelant le vin ou le vinaigre. Cette flaveur est due à un processus de fermentation des olives qui donne de l'acide acétique, acétate d'éthyle et éthanol.
- D'autres attributs négatifs peuvent exister par exemple : Cuit ou brûlé, margines, saumure, terre, etc.

5. Compositions chimiques de l'huile d'olive**5.1.Fraction saponifiable****➤ Les acides gras**

Les acides gras présents dans l'huile d'olive se trouvent sous forme d'ester de glycérol ou sous forme libre. Ce sont des monoacides linéaires à nombre pairs (majoritaires) et impairs d'atomes de carbone dont le nombre varie de 14 à 24. Leur chaîne aliphatique est soit saturée soit mono ou polyinsaturée. Ils se composent en moyenne de 72% d'acides gras mono insaturés, de 14% d'acides gras polyinsaturés et de 14% d'acides gras saturés. La composition en acide gras est très variable et dépend de la variété d'olive, de la région de production et de l'année de la récolte (influence des conditions environnementales) (Benrachau, 2013). Baccouri et *al* (2008) *in* Benlemlih et Ghanam (2012), signalent que le ratio acide oléique/acide linoléique montre une tendance à baisser avec la maturité des olives.

Le tableau n° 3 résume les principaux acides gras présents dans l'huile d'olive.

Tableau n° 3: Composition en acides gras d'une huile d'olive (COI, 2015).

Acides gras	Formule brute	Teneur (%)
Acide myristique	C14 :0	<0,03
Acide palmitique	C16 :0	7,5-20
Acide palmitoléique	C16 :1n-7	0,30-3,5
Acide stéarique	C18 :0	0,5-5
Acide oléique	C18 :1n-9	55-83
Acide linoléique	C18 :2n-6	3,5-21
Acide linolénique	C18 :3n-3	≤1
Acide arachidique	C20 :0	<0,6
Acide gadoléique(eïcosénoïque)	C20 :1	≤0,4

➤ Les triglycérides

Les triglycérides sont des triesters résultant de la combinaison de trois molécules d'acide gras par leur fonction carboxyle avec les fonctions alcooliques du glycérol.

On peut obtenir des mono-glycérides, des di glycérides, ou des triglycérides qui sont les plus répandus. C'est la forme de réserve d'énergie chez l'homme, stockée dans les adipocytes sous forme de gouttelettes dans le cytosol (Bouhadjra, 2011).

5.2.Fractions insaponifiables

L'huile d'olive se caractérise par son parfum délicat et unique. Cet arôme très particulier est dû à toute une gamme de composants présents en très faibles quantités. Ces composés dits "mineurs" sont néanmoins très importants notamment les tocophérols et les phénols qui jouent un rôle important comme antioxydants (Baccouri et *al*, 2006).

➤ Les poly phénols

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

deux classes principales des poly phénols sont : les composés non flavonoïdes et les composés flavonoïdes.

Les composés phénoliques présents dans l'huile d'olive, extractibles par le mélange eau/méthanol, sont communément désignés comme bio-phénols. Actuellement, plusieurs composés phénoliques contenus dans l'huile d'olive, principalement l'hydroxytyrosol et ses dérivés, sont sujet de recherches approfondies dans le but d'établir une relation entre les apports alimentaires et le risque de plusieurs maladies telles que le cancer et les maladies cardiovasculaires (Benlemlih et Ghanam, 2012).

➤ **La chlorophylle**

La chlorophylle est un chlorine (quatre noyaux pyrroles en cercle), chélatant un atome de magnésium au centre, ainsi qu'un alcool à longue chaîne, le phytol. Elle présente une structure comparable à celle de l'hème (présente dans les globules rouges sanguins) (Benabid, 2009). Ce pigment dont la teneur peut varier en fonction de nombreux facteurs, exerce biologiquement une action d'excitation du métabolisme, de stimulation de la croissance cellulaire, d'hématopoïèse (formation des cellules du sang) et d'accélération des processus de cicatrisation (Benrachou, 2013).

Selon Jahouach (2002), les chlorophylles se dégradent facilement sous l'action de la lumière en phéophytines **a** et **b** de couleur marron suite à la perte de l'atome de Magnésium responsable de la couleur verte de ces composés.

➤ **Les tocophérols**

Les vitamines sont des substances organiques, qui sont nécessaires à l'organisme et que l'homme ne peut synthétiser en quantité suffisante. Elles doivent donc être fournies par l'alimentation. Parmi elles, on distingue la vitamine E qui est liposoluble de formule brute **C₂₉ H₅₀ O₂** et de masse molaire 430.

L'huile d'olive contient des tocophérols **α**, **β**, **δ**, **γ**. Le **α** tocophérol est majoritaire à plus de 88% avec une teneur moyenne d'environ 12 à 25 mg/100g. La quantité de tocophérol 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 et sa maturité ainsi que les conditions et la durée de la conservation, le transport et le procédé de traitement du fruit.

Les tocophérols sont insolubles dans l'eau, très solubles dans les solvants organiques. Ils sont peu sensibles à la chaleur, la lumière et les acides, mais très sensibles à l'oxydation et aux bases (Benabid, 2009).

➤ **Les composants aromatiques**

Les composés aromatiques sont des molécules de faible poids moléculaire, possédant une volatilité à température ambiante. L'odeur de l'huile est due à la capacité de certaines de ces molécules volatiles à atteindre les récepteurs olfactifs du nez. 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 (Veillet, 2010).

➤ **Les hydrocarbures**

Ce sont quantitativement les principaux composants de la fraction insaponifiable. 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 stérols**

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

6. Qualité d'huile d'olive

L'une des définitions du terme qualité est l'authenticité de l'huile d'olive. Cette qualité dépend de certains facteurs intervenant à différents stades du cycle de sa production, depuis sa formation dans le fruit jusqu'à sa consommation. Par conséquent, de nombreuses précautions doivent être prises pour empêcher l'apparition de défauts éventuels et obtenir une huile de bonne qualité (Boudiche et *al*, 2003).

D'après Amcha (2012), le Conseil Oléicole International vise à améliorer encore la qualité du produit qui dépend de plusieurs facteurs :

- ✓ la qualité des olives dont elle provient.

- ✓ le lavage des olives après la récolte où l'olive doit subir un lavage qui permet d'éliminer les levures et les microorganismes qui se trouvent sur la pellicule des drupes.
- ✓ la rapidité de traitement des olives : une fois récoltées les olives doivent être pressées le plus rapidement possible sous peine de perdre leur parfum.
- ✓ les différents procédés d'extraction affectent la qualité de l'huile d'olive vierge et certains composants chimiques comme les polyphénols qui sont très solubles dans l'eau.
- ✓ le traitement thermique de l'olive affecte d'autres traits de la qualité, comme la stabilité oxydative, la composition en arôme et également un changement du contenu de pigment de l'huile d'olive vierge. L'extraction se fait à froid, car à partir de 25° C, les arômes sont modifiés.
- ✓ le stockage et la conservation : une fois l'huile obtenue, il est important de la stocker, à l'abri de la lumière et, dans un endroit frais et sec avec un minimum de contacts avec l'air.

Chapitre 2 :

Emballage alimentaire et étiquetage

1. Emballage alimentaire

1.1. Définition

« Tout objet, quelle que soit la nature des matériaux dont il est constitué, destiné à contenir et à protéger des marchandises, à permettre leur manutention et leur acheminement du producteur au consommateur ou à l'utilisateur, et à assurer leur présentation » (CNE, 2011).

Selon l'LNE (2013), l'emballage alimentaire ne doit pas présenter de danger pour la santé humaine, ne doit pas modifier les caractéristiques organoleptiques des aliments et ne doit pas altérer la composition des aliments.

1.2. Les différents types d'emballage

Selon Jeant et *al.* (2007), Il y a trois types d'emballages :

- L'emballage de vente (emballage primaire) : conçu de manière à constituer, au point de vente, un article destiné à l'utilisateur final ou au consommateur. Exemple : les pots de yaourts en plastique, en verre ou en carton ciré qui contiennent le produit.
- L'emballage groupé (emballage secondaire) : regroupe un certain nombre d'unité de vente, destinées à l'utilisateur final ou au consommateur ; il peut être enlevé du produit sans en modifier les caractéristiques. Exemple : le carton autour des yaourts les regroupant par lots de 4, 8 ou 12.
- L'emballage de transport (emballage tertiaire) : facilite la manutention et le transport d'un certain nombre d'unités de vente ou d'emballage groupés en vue d'éviter leur manipulation physique et les dommages liés au transport. Ce sont les cartons, les houssages plastiques qui recourent la palette de produit.

1.3. Les fonctions de l'emballage

Le CNE (2010) rappelle que le couple produit-emballage a les fonctions suivantes :

- Préserver/protéger : Assurer la conservation du produit et le protéger face à l'environnement extérieur, etc.
- Informer : Renseigner sur les informations légales et obligatoires et diffuser des informations liées aux caractéristiques propres au produit, afin d'éviter les mauvais usages.
- Regrouper : Rassembler les produits en unités manipulables, assurer la préhension et faciliter la mise en rayon, etc.

- Transporter/Stocker : Assurer la livraison du lieu de production au lieu de vente sans dommages et assurer les possibilités de rangement chez le consommateur, etc.
- Faciliter l'usage : Faciliter l'ouverture pour certains groupes de consommateurs, etc.
- Industrialiser l'opération de conditionnement du produit : Garantir la sécurité des employés responsables du conditionnement, etc.
- Etre visible et véhiculer les valeurs de la marque de l'entreprise : Faciliter l'acte d'achat et garantir l'acceptabilité pour le consommateur, etc.

1.4. Rôle technique de l'emballage

D'après Benslimane (2014), les emballages ont pour rôle de contenir le produit, le préserver de toute contamination, permettre son transport, sa distribution, son stockage, son étalage, son utilisation et enfin sa disposition finale. Le tableau n°4 résume les différents rôles et intervenants en emballage alimentaire.

Tableau n° 4 : Rôles de l'emballage (Benslimane, 2014).

Rôle technique	Rôle marketing	intervenants
Contenir	vendre	fabricants
Préserver	Communiquer	Transformateurs
Transporter	motiver	Détaillants/grossiste
Utiliser	Informé	Consommateurs

1-5. Les interactions entre l'emballage et l'aliment

Les phénomènes décrits ci-dessous (Figure n° 1), concernent beaucoup plus les emballages plastiques qui constituent une part croissante du marché de l'emballage.

Les caractéristiques du ou des matériaux constitutifs de l'emballage conditionnent ses fonctions, et doivent donc permettre de ralentir l'évolution physico-chimique et microbienne du produit alimentaire.

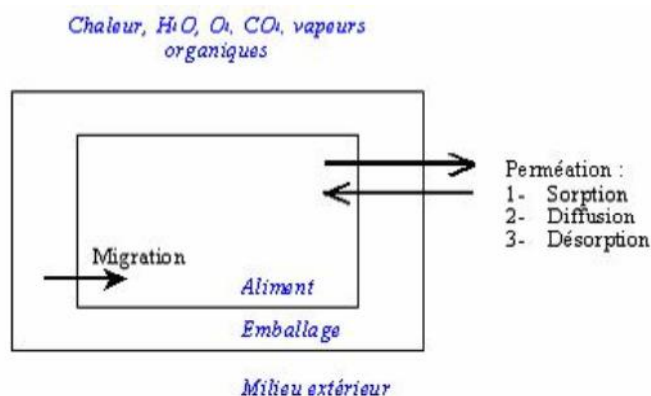


Figure n° 1 : Différents types d'interaction entre la matrice alimentaire et l'emballage plastique (Berlinet, 2006)

➤ La perméation

La perméation décrit le phénomène de solubilisation-diffusion de molécules volatiles venant de l'aliment et (ou) de l'extérieur (gaz comme O₂, CO₂, N₂, He, vapeurs d'eau, composés d'arôme) au travers de l'emballage. Elle nécessite au préalable la sorption des substances concernées (pigments, acides, composés d'arôme...), elles présentent pour cela une affinité chimique avec la nature polymérique de l'emballage. Ainsi du fait de leur faible masse molaire, la sorption des composés d'arôme dans l'emballage se poursuit par leur diffusion dans le matériau, allant dans certains cas jusqu'à la traversée totale du matériau. La perméation peut ainsi provoquer des pertes d'arômes et donc des modifications des propriétés organoleptiques du produit (Berlinet, 2006).

La perméabilité dépend des caractéristiques physiques du matériau, du pénétrant et des conditions du milieu.

➤ La migration

Le terme migration désigne la masse de ce qui migre dans l'aliment et s'exprime en mg/kg d'aliment ou en mg/dm² de surface en contact avec l'emballage (Boussoum, 2012).

Ce phénomène de migration dépend de la composition du matériau, de sa nature, de sa volatilité, de la concentration de ses molécules mais également de celle de l'aliment (Hamani *et al.*, 2006).

D'après Audic *et al.* (2000) *in* Kouame (2004), quatre situations différentes selon le type d'aliment emballé :

- ✓ Dans le cas où l'aliment serait solide, le migrant ne quitte la paroi que s'il est suffisamment volatil ; il se produit alors une désorption, vaporisation du migrant et sorption par l'aliment.
- ✓ Lorsque l'aliment est liquide, plusieurs cas de figures peuvent se présenter :
 - Le migrant se disperse bien dans l'aliment (soluble), c'est alors la diffusion dans le polymère qui contrôle la vitesse de contamination.
 - Le migrant est soluble dans l'aliment, mais ce dernier pénètre en plus dans le matériau provoquant un gonflement du polymère, accélérant et amplifiant la migration.
 - Le migrant est peu soluble ou pas soluble dans le liquide, et après une phase initiale de migration, il stagne à l'interface emballage/aliment.

Selon l'LNE (2014), deux types de migration se distinguent :

- ✓ La migration globale : quantité maximale de substances non volatiles qui migrent dans des aliments, aussi appelée « migrat ».
- ✓ La migration spécifique : désigne la quantité d'une substance particulière qui migre dans les aliments, aussi désignée comme un migrant.

Selon Multon et Bureau (1998), la migration globale est l'ensemble des migrations spécifiques. Cette dernière définition montre que lorsqu'il y a un migrant très majoritaire, sa migration spécifique est pratiquement égale à la migration globale.

Pennarum (2005), signale que le migrant potentiel est toute substance présente dans un matériau d'emballage qui peut migrer vers l'aliment. Cependant, seuls les migrants potentiels de masse molaire inférieure à 1000 g/mol sont susceptibles de poser un risque sanitaire.

➤ **La résistance mécanique**

Les emballages protègent les produits de chocs extérieurs par leur résistance mécanique, qui dépend de la rigidité du matériau employé, ou par le conditionnement sous gaz (Jeant et *al*, 2007).

➤ **Les propriétés barrières au rayonnement**

Parmi les rayonnements lumineux, ce sont essentiellement les rayons ultraviolets qui ont tendance à dénaturer les produits. Ceux-ci peuvent être préservés par des emballages opaques ou teintés lorsque l'emballage doit rester transparent. Il est également possible d'utiliser des emballages en carton ou en bois (Jeant et *al*, 2007).

2. Matériaux d'emballage

Les emballages peuvent être souples ou rigides, sachant que la forme souple remplace rapidement la forme rigide, plus classique, compte tenu des avantages qu'elle procure en termes de coûts et d'adaptabilité. Les emballages souples comprennent des matériaux tels que le film, la feuille d'aluminium ou la feuille de papier. Les emballages rigides sont à base de verre, de métal rigide ou de bois, entre autres (Manalili et *al*, 2014).

2.1. Le plastique

Les plastiques sont des produits synthétiques, fabriqués à partir du pétrole, du charbon ou du gaz naturel (Kouame, 2004).

Le plastique est le terme populaire désignant les matières synthétiques de toutes sortes. Son étymologie vient du grec ancien et signifiait à l'origine « forme produite » (Benslimane, 2014).

D'après la directive des commissions de la communauté européenne (23 février 1990) *in* Kouame (2004), « la matière plastique est le composé macromoléculaire organique obtenu par polymérisation, polycondensation, polyaddition ou tout autre procédé similaire à partir de molécules d'un poids moléculaires inférieurs ou par modifications chimiques de macromolécules naturelles ; d'autre substances ou matières pouvant être ajoutées à ce composé macromoléculaire ».

Les matières plastiques contiennent de nombreux adjuvants : antioxydants, lubrifiants, agents nucléants, agents antistatiques etc. Lorsque l'emballage est mis en contact avec les aliments, ces adjuvants ou leurs dérivés sont susceptibles de migrer dans ceux-là et des problèmes toxicologiques et/ ou organoleptiques peuvent en découler (Gbassi et *al*, 2006).

Selon l'INRA (1998), la grande majorité des emballages en plastique sont fabriqués à partir de cinq polymères, qui représentent 90% du marché :

- le polyéthylène (PE) : qui compose environ 50% des emballages plastiques alimentaires ; il est employé à basse densité pour la fabrication des films rétractables ou étirables pour la palettisation, à haute densité pour celle des bouteilles, bidons, conteneurs ou caisses.
- le polypropylène (PP) : utilisé pour les films d'emballage des produits alimentaires secs.
- le polyéthylène téréphtalate (PET) : destiné aux bouteilles de boissons gazeuses, en raison de sa très faible perméabilité au CO₂.
- le polychlorure de vinyle (PVC) : employé pour la fabrication des bouteilles d'eau, d'huile, de vin ou de vinaigre.

➤ le polystyrène (PS) : surtout utilisé dans les emballages de produits laitiers (yaourts...).

Les matières plastiques présentent plusieurs avantages comparativement à d'autres matériaux, notamment leur faible coût d'élaboration, leur polyvalence et leur durabilité. Elles donnent lieu à un vaste éventail de polymères ayant des propriétés et des applications particulières et diversifiées, comparativement à d'autres matériaux (Tolinsky, 2010 *in* Gélinas, 2013). Ils constituent actuellement les principaux matériaux pour les produits d'emballages (Kouame, 2004).

2.2. Le verre

Le verre est un produit minéral obtenu par fusion, qui se solidifie sans cristalliser. Sa composition est la suivante : 70% de silice, 14% de soude, 10% de chaux, 1% de magnésie, 1% de potasse, des oxydes métalliques pour la couleur.

La fabrication du verre s'effectue selon un processus intégré et continu qui permet à l'intérieur d'une même usine d'obtenir directement le produit fini, ce qui n'est pas le cas pour les autres types d'emballage. Les emballages réalisés en verre sont classiquement des bouteilles, flacons, pots, bocaux, verres et gobelets.

On distingue plusieurs variétés de verres selon leur capacité à absorber les rayonnements thermiques et à faire barrage aux ultraviolets : le verre blanc pour l'eau, certains jus, les confitures ; le verre champagne (teinte vert-bleu) pour la bière, le vin et l'huile ; les verres feuille morte ambre-rouge pour la bière et certains jus (Jeant et *al*, 2007).

Selon Hamani (2006) :

- Le verre possède des propriétés d'inertie élevées, c'est une vraie barrière pour l'aliment.
- Il ne laisse pas passer les odeurs et les arômes donc les qualités organoleptiques de l'aliment ne sont pas modifiées.
- Il est imperméable aux gaz et résiste aux pressions internes élevées ce qui permet de l'utiliser pour emballer des boissons.
- Il présente une bonne résistance thermique que ce soit à des températures très élevées ou très basses
- Il a une bonne résistance mécanique (chocs sur chaîne de conditionnement, stockage, charge verticale...) même si les risques de cassure existent et sont dangereux (risques de blessures).

- De plus, ce matériau ne peut ni fixer ni favoriser le développement de bactéries, il est imputrescible et se nettoie très bien. Son nettoyage facile permet la réutilisation des emballages en verre en industrie et chez le consommateur.
- Il a aussi une bonne résistance chimique.

2.3. Les métaux

L'utilisation des matériaux métalliques pour l'emballage des denrées alimentaires est justifiée par certaines de leurs propriétés : aptitude à la mise en forme, rigidité, solidité, imperméabilité, opacité vis-à-vis des rayons lumineux, conduction de la chaleur, etc. Ils sont essentiellement mis en œuvre dans les emballages des produits appertisés car ils sont particulièrement bien adaptés à la longue conservation. De plus, les emballages métalliques sont recyclables (Jeant et *al*, 2007).

Des métaux se partagent le marché de l'emballage métallique :

- a- L'acier : Il existe différentes sortes d'acier utilisé en contact alimentaire. Le principal matériau pour boîtes de conserve est le fer blanc électrolytique ; c'est une mince feuille d'acier revêtue d'une couche d'étain pur sur ses deux faces (Hamani, 2006).
- b- L'aluminium : Ce matériau présente des propriétés intéressantes comme la protection contre la lumière, les ultraviolets et l'humidité. Il constitue aussi une barrière fiable contre l'oxygène et les micro-organismes, en plus, il possède une excellente conductivité thermique. Il assure une bonne diffusion de la chaleur. Enfin, l'aluminium ne demande pas beaucoup d'entretien et il est trois fois moins lourd que l'acier ce qui permet de réduire les coûts de transport (Hamani, 2006).

2.4. Le papier et le carton

Le papier constitue le résultat d'enchevêtrement d'éléments fibreux fins disposés pour former une nappe régulière. La fabrication de la pâte à papier se fait essentiellement à partir de bois tendre auxquels on ajoute souvent des produits de récupération ou de recyclage.

Le papier est un support, renouvelable et recyclable, donnant une rigidité à l'emballage mais n'ayant pas de propriétés barrières ou de soudabilité. Il devra donc souvent être utilisé sous forme de complexes, en association avec une feuille d'aluminium et un polymère pour la soudure. On trouve également des papiers enduits de chlorure de polyvinylidène (PVDC) offrant une bonne barrière à l'eau et à l'oxygène (Jeant et *al*, 2007).

3. L'étiquetage

L'étiquetage représente les mentions, indications, marques de fabrique ou de commerce, images ou signes se rapportant à une denrée alimentaire figurant sur tout emballage, document, écriteau, étiquette, bague ou collerette accompagnant ou se référant à cette denrée alimentaire (AFIDOL, 2004).

3.1. Mentions obligatoires

Selon AFIDOL (2009), tout étiquetage de denrée alimentaire doit comporter les mentions suivantes :

- ✓ La dénomination de vente ;
- ✓ La liste des ingrédients ;
- ✓ La quantité de certains ingrédients ou catégories d'ingrédients ;
- ✓ La quantité nette ;
- ✓ La date de durabilité minimale ou, dans le cas de denrées alimentaires très périssables microbiologiquement, la date limite de consommation ainsi que l'indication des conditions particulières de conservation ;
- ✓ Le nom ou la raison sociale et l'adresse du fabricant ou du conditionneur;
- ✓ L'indication du lot ;
- ✓ Le lieu d'origine ou de provenance chaque fois que l'omission de cette mention est de nature à créer une confusion dans l'esprit de l'acheteur sur l'origine ou la provenance réelle de la denrée alimentaire ;
- ✓ Le mode d'emploi chaque fois que sa mention est nécessaire à un usage approprié de la denrée alimentaire ainsi que, le cas échéant, les conditions particulières d'utilisation.

3.2. Dénomination de vente

Selon le Groupe Permanent D'étude des Marchés de Denrées Alimentaires (GPEM/DA) (2005) sur les huiles végétales :

- L'huile végétale provenant d'une seule graine ou d'un seul fruit doit être dénommée «Huile de ... » (nom de la graine ou du fruit).
- L'huile constituée d'un mélange d'huiles végétales alimentaires doit être dénommée «Huile végétale ».
- L'huile constituée d'huile vierge doit être dénommée «Huile vierge de... » (Nom d'une graine ou d'un fruit).

- L'huile constituée d'huile d'olive vierge est dénommée en fonction de ses caractéristiques: « Huile d'olive vierge extra » ou « Huile d'olive vierge ».
- L'huile constituée d'un mélange d'huiles d'olive vierges et d'huiles d'olive raffinées doit être dénommée: « Huile d'olive composée d'huiles d'olive raffinées et d'huiles d'olive vierges ».
- Les huiles constituées par le coupage d'huile de grignons d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges doivent être dénommées « Huile de grignons d'olive ».
- Les huiles constituées par le mélange d'huile et d'arômes ou d'aromates doivent être dénommées :
 - « Préparation alimentaire ou culinaire à base d'huile de ... (nom d'une graine ou d'un fruit ou « végétale » s'il s'agit d'un mélange d'huile) et d'aromates (ou d'arôme).
 - Pour les mélanges d'huiles d'olive (ou de grignons d'olives) et d'autres huiles végétales, dès lors que l'étiquetage fait référence à la présence d'huile d'olive (ou de grignons d'olives) (dessins, mots...) en dehors de la liste des ingrédients, la dénomination de vente «mélange d'huiles végétales (ou leurs noms spécifiques) et d'huile d'olive (ou de grignons d'olives)» doit être utilisée, suivie directement par l'indication du pourcentage d'huile d'olive (ou de grignons d'olives) dans le mélange.

3.3. Intérêt de l'étiquetage

Selon la Direction Générale Santé et protection des Consommation (DG SANCO) (2006) : l'étiquetage est un outil commercial important qui doit être envisagé comme partie intégrante de la communication entre acteurs sociaux (des entreprises aux consommateurs, directement ou via des intermédiaires). Même s'il n'est plus aujourd'hui le seul moyen de transmettre des informations aux consommateurs, il reste un instrument efficace à cette fin.

L'étiquetage permet aux consommateurs de faire, au point de vente, un choix éclairé et de connaître, s'ils décident d'acheter un produit et la meilleure façon de l'utiliser.

Du côté de l'industrie, l'étiquetage est un outil puissant employé de manière efficace et responsable, permet non seulement aux opérateurs de transmettre les informations essentielles mais également de mettre en évidence les atouts de leurs produits par rapport à ceux de leurs concurrents.

Alors que l'étiquetage doit profiter à la fois au consommateur et à l'opérateur, la réalité révèle de fréquentes déficiences du marché et bon nombre d'acteurs affirment que le potentiel offert par l'étiquetage n'est pas pleinement exploité (le consommateur n'utilise pas les étiquettes de manière systématique).

Chapitre 3 :

Evolution physicochimiques de l'huile au
cours de stockage

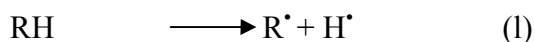
1. Altération chimique des huiles

Tous les corps gras subissent au cours de leur conservation ou de leur utilisation des altérations oxydatives. Les principaux composés oxydables sont les acides gras insaturés, à l'état libre ou estérifiés ou triglycérides, d'autres composés de nature lipidique sont par ailleurs oxydables : vitamines liposolubles, stérols,... Le phénomène d'oxydation des acides gras conduit à une dégradation organoleptique, avec apparition d'une flaveur (odeur, goût...) caractéristique « rance » qui modifie la qualité marchande du produit.

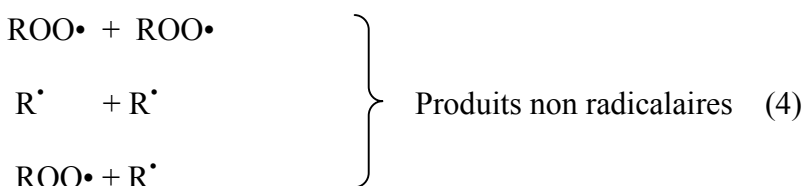
1.1.L'oxydation

a. L'auto-oxydation

L'auto oxydation est un enchaînement de réactions radicalaires qui se déroulent en 3 étapes. **L'initiation** est la phase de déclenchement où se forme un premier radical libre. En présence d'un initiateur, les acides gras insaturés perdent un hydrogène à proximité de la double liaison pour former des radicaux libres (1). Cette réaction peut être produite par une dissociation thermique, par des catalyseurs métalliques ou par des radiations ionisantes. Dans une deuxième étape, celle de **la propagation** des radicaux libres formés fixent l'oxygène et forment des radicaux peroxydes instables (2) qui réagissent avec d'autres molécules d'acides gras et conduisent à de nouveaux radicaux libres et à des hydro peroxydes (3).



Finalement les radicaux libres dans le milieu réagissent entre eux et forment des produits non radicalaires, c'est la réaction de **terminaison** (4).



Globalement, ce processus conduit à des hydrocarbures, des aldéhydes, des cétones, des acides, des esters, des peracides, des peroxydes, mais aussi à des produits de polymérisation (Kahouli, 2010).

b. L'oxydation enzymatique

L'enzyme principalement impliquée est la lipoxigénase qui catalyse l'insertion d'une molécule d'oxygène sur un acide gras insaturé selon une réaction stéréospécifique, et aboutit à la formation d'hydroperoxydes. Elle agit spécifiquement sur les acides gras non estérifiés (Bouhadjra, 2011).

c. La photo-oxydation

Les hydro peroxydes peuvent aussi provenir de réactions catalysées par la lumière, à travers un mécanisme de photo-oxydation mettant en œuvre un pigment photo sensibilisateur (Cuvelier et Maillard, 2012).

La photo-oxydation dépendrait de la quantité totale de pigments chlorophylliens (pro oxydants) et d'antioxydants naturels (carotène, tocophérols, phénols) présents dans l'huile d'olive (Tanouti et *al*, 2011).

D'après le Conseil Supérieur de la Santé (2010), l'évolution de l'oxydation ou son intensité en fonction du temps (Figure n° 2) se caractérise par une phase d'induction ou de latence, au cours de laquelle presque aucune oxydation ne se produit (l'aliment est stable et aucun produit d'oxydation ne se forme pendant cette période). La durée de celle-ci est déterminée par une série de facteurs (température, eau, lumière...), qui accélèrent ou ralentissent la réaction. Les pro-oxydants raccourcissent cette phase de stabilité alors que les antioxydants la rallongent. Après cette période, on constate une phase exponentielle pendant laquelle l'oxydation augmente considérablement en raison de la nature de la réaction. Des produits présentant une odeur anormale sont formés ainsi que des composés imperceptibles au niveau sensoriel.

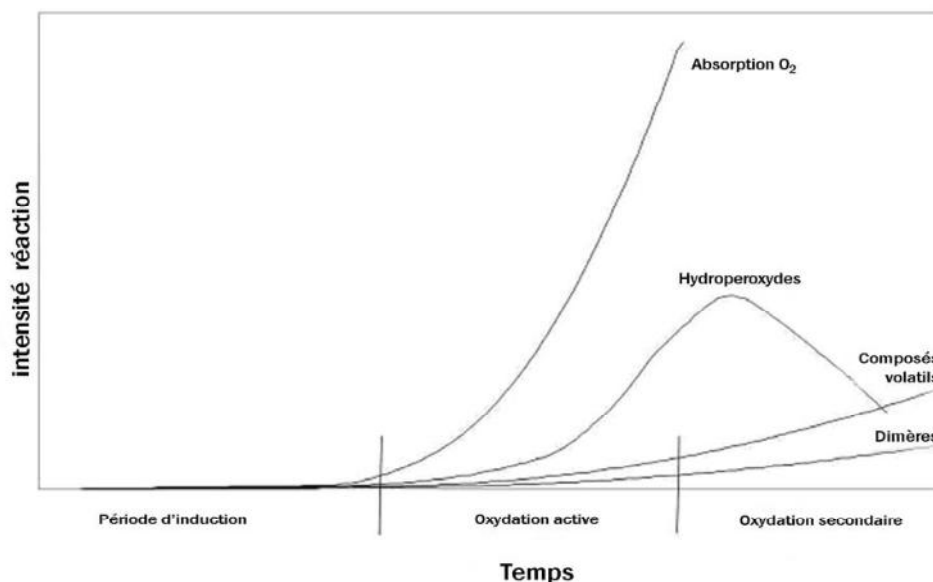


Figure n° 2: Intensité de l'oxydation en fonction du temps (Conseil Supérieur de la Santé, 2010).

d. Les conséquences de l'oxydation sur les qualités alimentaires

Selon Cossut et *al.* (2002), l'oxydation (rancissement) a des conséquences sur la qualité alimentaires :

- ❖ Qualités nutritionnelles : Pertes en acides gras insaturés qui sont les plus importants car certains ne peuvent pas être synthétisés par l'homme. Donc les insaturés sont les plus fragiles. Il y a également des pertes en vitamines et en protéines.
- ❖ Qualités hygiéniques : pas de problème bactériologique, mais en terme de qualité chimique, il y'a formation de composés plus ou moins toxiques. En effet, les hydroperoxydes formés dégradent les membranes cellulaires et les époxydes n'étant pas métabolisables, s'accumulent et entraînent différentes hypertrophies d'organes.
- ❖ Qualités organoleptiques : apparition de saveurs rances dues aux acides et aux cétones, ainsi qu'aux aldéhydes.

1.2. Hydrolyse / altération hydrolytique / acidification

Dans une huile, les acides gras naturels sont essentiellement présents sous forme de triglycérides (98-99%). L'hydrolyse de ces derniers libère les acides gras (Figure n° 3) donc leur dosage permet d'avoir un état de l'avancement de la dégradation de l'huile (Vielliet, 2010).

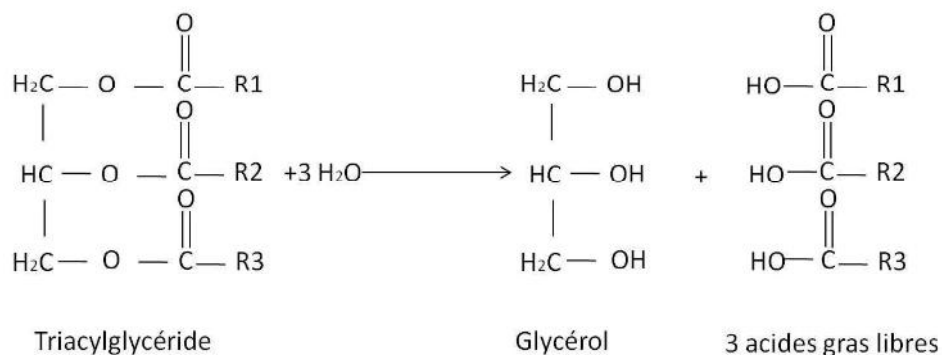


Figure n° 3: Hydrolyse du glyc rol et lib ration des acides gras (Viell t, 2010).

Cette hydrolyse, soit enzymatique ou chimique, est due   plusieurs facteurs : les moisissures, les fermentations, une maturit  trop  lev e, la mouche de l'olive et les fruits bless s. Ces ph nom nes entra nent des lyses cellulaires dans la pulpe des olives ce qui entra ne la mise en contact de l'huile, initialement contenue dans les vacuoles, avec les syst mes enzymatiques et l'eau du cytoplasme dont l' quilibre de la r action d pend de la proportion de cette eau au contact du corps gras. Les lipases et les hydrolases sont les enzymes responsables de cette d gradation qui sont le plus souvent exog nes, produites par des moisissures qui se d veloppent sur et dans les olives (Serroukh, 2013).

1.3. Alt ration thermique

Le chauffage des lipides   des temp ratures sup rieures   100 voire 150 C, conduit   la formation des polym res, de compos s cycliques ou isom ries (Bouhadjra, 2011). Les acides gras insatur s et les acides gras libres sont les plus sensibles   ces d gradations.

Les acides gras   doubles liaisons port s   temp rature  lev e peuvent se cycliser et se polym riser et surtout deviennent toxique.

Les doubles liaisons des acides gras polyinsatur s peuvent former des syst mes conjugu s o  elles prennent la configuration *trans*, le C18 :2 et le C18 :3 qui sont plus sensibles   cette isom risation.

2. Facteurs influen ant la stabilit  de l'huile durant sa conservation

2.1. Influence de la temp rature et de la concentration en oxyg ne

Ce n'est pas facile de diff rencier les effets individuels de la temp rature et de l'oxyg ne sur les processus d'oxydation de l'huile d'olive car il y'a une grande interaction entre eux. A pression atmosph rique et   temp rature faible ou mod r e, la solubilit  de

l'oxygène est élevée, cela a pour conséquence l'apparition de radicaux hydroperoxydes ($\text{ROO}^\bullet$). Au démarrage de l'étape d'initiation, la réaction entre l'oxygène et les lipides est très rapide et les radicaux hydroperoxydes (ROOH) formés sont les produits majoritaires (Figure 2). Sous les mêmes conditions, la vitesse de formation de ces hydroperoxydes est plus élevée par rapport à celle de leur décomposition. Les composées formées à partir des réactions terminales sont majoritaires uniquement au stade accéléré de l'oxydation, c'est-à-dire à la fin du temps d'induction, quand la concentration initiale des substances oxydables commence à diminuer (Bouhadjra, 2011).

2.2.Effet de l'eau

L'eau peut augmenter la vitesse d'oxydation des lipides en augmentant la mobilité des réactants. Elle peut également la ralentir en retardant la décomposition des hydro peroxydes et en diluant les catalyseurs et des inhibiteurs de l'oxydation.

La stabilité maximale des lipides observée pour les A_w (activité de l'eau) comprises entre 0,2 et 0,4 au-delà d'une A_w de 0,7, la vitesse d'oxydation des lipides est ralentie en décroît (Sekour, 2012).

L'activité anti oxydante de l'eau est expliquée par son aptitude à convertir les sels des métaux lourds en hydrates qui diminue leur solubilité dans les huiles, en outre il ya formation des liaisons hydrogènes entre les molécules d'eau et les hydroperoxydes (Djioua et Hadouchi, 2003).

2.3.Effet des métaux

Les métaux de transition jouent un rôle important dans la génération des radicaux libres de l'oxygène, ils sont les premiers activateurs des molécules d'oxygène. L'initiation de l'oxydation lipidique par les métaux peut se faire par transfert d'électron ou par formation de complexe de transition ou de complexe avec le peroxyde d'hydrogène qui catalysent l'auto-oxydation et la décomposition par la réaction redox. Les traces de métaux pro-oxydants (fer et cuivre sous forme libre) augmentent les cinétiques de formation des radicaux et de décomposition des hydroperoxydes pour des teneurs faible (Kahouli, 2010).

2.4.Effet de la lumière

La lumière (les ultraviolets) joue le rôle d'accélérateur des cinétiques des réactions d'oxydation. Elle intervient dans la photo oxydation qui constitue une voie importante de production d'hydro peroxydes en présence d'oxygène, d'énergie lumineuse et de photosensibilisateurs tels que les hémoprotéines ou la riboflavine (Kahouli, 2010).

Les pigments ont alors tendance à revenir à leur état fondamental en transformant l'oxygène atmosphérique (O_2^3) en oxygène singulet très réactifs (O_2^1). Ce dernier réagit directement sur les acides gras insaturés de l'huile en donnant des hydroperoxydes (ROOH) très instables qui sont à l'origine du rancissement (Bouhadjra, 2011).

2.5.Teneur en acides gras libres

Les acides gras libres, du fait de leur dispersion plus grande, sont plus sensibles à l'oxydation que les glycérols. L'hydrolyse accélère l'oxydation des acides gras des triglycérides (Chaya et Mansoure, 2008).

Chapitre 1 :

Matériels et méthodes

L'objectif de notre travail est d'étudier l'influence de type de l'emballage et des conditions de leur stockage sur la qualité de l'huile d'olive.

Cette étude a été réalisée au niveau du laboratoire commun I et II du département des Sciences Biologiques de la faculté des Sciences Biologiques et des sciences Agronomiques de l'UMMTO et au niveau du laboratoire de Technologie Alimentaire de l'INA (Alger).

Les différentes analyses physico-chimiques effectuées sont :

- la teneur en eau et en matières volatiles ;
- l'absorbance dans l'UV (A_{232} et A_{270}) ;
- la densité ;
- l'acidité ;
- l'indice de peroxyde ;
- l'indice de saponification ;
- la teneur en composés phénoliques ;
- la teneur en chlorophylles ;
- la teneur en caroténoïdes ;
- la composition en acides gras par la CPG (au niveau de l'INA).

1. Echantillonnage

L'échantillon de l'huile d'olive utilisé dans notre expérimentation provient de la campagne oléicole 2014-2015 de la variété Chamlel cultivée dans la région de Tizra Aïssa du Commune d'Ait Yahia Moussa, dans la Daïra de Draa El Mizane, de la willaya de Tizi Ouzou. Cette variété représente le principal cultivar des oliveraies de la willaya à côté de la variété Azaradj. Cette huile obtenue dans une huilerie moderne à chaîne continue à 3 phases. Celle-ci a été conditionnée dans un récipient en plastique et conservée à l'obscurité et à température ambiante.

Avant le conditionnement et la conservation de l'huile dans les différents emballages, une analyse physico-chimique a été réalisée au préalable afin de déterminer sa qualité.

2. Emballage et mode de conservation

2.1. Emballage

Les matériaux d'emballage utilisés au cours de notre étude pour le conditionnement de l'huile d'olive sont : le plastique, le verre et le tétra pack (figure 4) avec des contenances respectives de 1 L, 500 ml et 1 L de capacité.

Les bouteilles en plastique et en verre ont été ramenées respectivement de l'huilerie ABLA (Commune de Tadmaït) et de l'huilerie OUIZA (Commune d'Ifigha). Les boîtes en

tétra pack utilisées pour le conditionnement du lait (Candia) ont été rincées plusieurs fois à l'eau chaude puis séchées.



Figure 4 : Matériaux d'emballage (plastique, verre, tétra pack).

2.2. Mode de conservation

Chaque type d'emballage a été stocké dans des conditions différentes : exposé à la lumière et à l'obscurité.

Les différents échantillons d'huile d'olive ont été conservés pendant une durée de trois mois à savoir du 15 mars 2015 jusqu'au 15 juin 2015. L'analyse physico-chimique a été réalisée à la fin de cette durée afin d'étudier l'évolution de la qualité de cette huile en fonction du type d'emballage et des conditions de conservation. Au total six échantillons d'huile ont été étudiés.

3. Méthodes d'analyse

3.1. Analyses physiques

3.1.1. 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 (1 heure) pour éviter l'oxydation, mais suffisamment long pour permettre l'élimination totale de l'eau. La teneur en eau et en matières 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 01).

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 du résidu de la prise d'essai après chauffage ;

3.1.2. 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 02).

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

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

Où :

E_{1cm} (λ) : 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.

3.1.3. Détermination de la densité

La densité consiste à peser, à l'aide d'une éprouvette, un volume connu de l'huile homogène par rapport à la masse de même volume en eau distillée.

La densité est exprimée par la relation suivante :

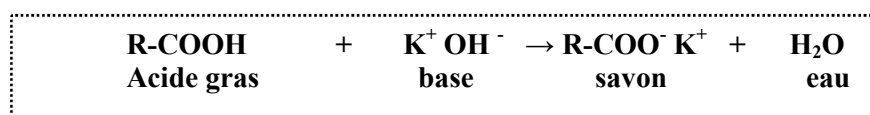
$$\text{La densité} = \frac{\text{poid de l'huile}}{\text{poid d'eau distillé}}$$

3.2. Analyses chimiques

3.2.1. Acidité

L'indice d'acidité est la masse d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour neutraliser les acides gras contenus dans un gramme de corps gras. La méthode utilisée est celle décrite par la **ISO 660**.

Le principe de la détermination de l'acidité de l'huile est celui d'un dosage acido-basique (Annexe 03). C'est une réaction de neutralisation dont le schéma réactionnel est le suivant :



L'acidité est exprimée par la relation suivante :

$$\text{Acidité}(\%) = \frac{N \times V \times M}{10m}$$

Où :

N : normalité de KOH.

V : volume en ml de la chute dans la burette.

M : poids moléculaire de l'acide oléique (282 g /mole).

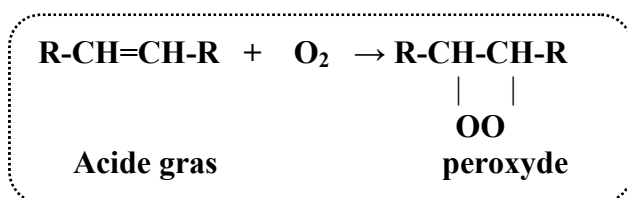
m : la masse en gramme de la prise d'essai.

3.2.2. Indice de peroxyde

IP donne une évolution sur la quantité de peroxydes présents dans un 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 selon les normes **ISO 3960**, est basée sur le traitement d'une prise d'essai en solution dans de l'acide acétique et du chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI), et le titrage de l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium en présence d'emplois d'amidon comme indicateur coloré (Annexe 04).

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 est réalisée par la relation suivante :

$$\text{IP}(\text{meqd'O}_2 / \text{Kg}) = \frac{(V - V_0)}{p} \times N \times 1000$$

Où

I_p : indice de peroxyde ;

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

V_0 : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc ;

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

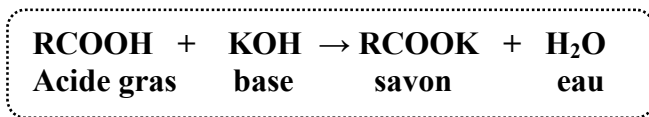
P : poids en gramme de la prise d'essai utilisée ;

3.2.3. Indice de saponification

L'indice de saponification (I_s) 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 T60 – 206 de novembre 1975** dont le principe est le suivant :

L'échantillon mis dans la solution éthanoïque de KOH, est soumis à ébullition sous réfrigérant à reflux pendant une heure. L'excès d'alcalis est ensuite titré avec une solution aqueuse d'acide chlorhydrique (Annexe 05).

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 :

$$I_s(\text{mg} / \text{g}) = \frac{(V_0 - V_1) \times N \times E_g \text{KOH}}{P}$$

Où :

V_0 : volume en ml de HCL utilisé pour l'essai blanc.

V_1 : 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 ,1 g/mol).

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

3.2.4. Détermination de la teneur en composés phénoliques

La teneur en polyphénols totaux de l'huile d'olive est déterminée au moyen du réactif de Folin-Ciocalteu. Ce dernier réduit 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 (Annexe 06).

Les résultats sont exprimés en mg d'acide gallique par kg de l'huile en se référant à une courbe étalon obtenue à partir de concentrations croissantes d'acide gallique allant de 0mg/kg à 100mg/kg (Annexe 07).

3.2.5. Détermination de la chlorophylle

La méthode de dosage de la chlorophylle est basée sur l'existence d'une bande d'absorption spécifique pour ce composé donnée par un spectrophotomètre visible. Cette méthode décrite par (Minguez-Mosquera *et al*, 1996) qui consiste à dissoudre 7,5g d'huile d'olive dans du cyclohexane jusqu'à un volume finale de 25ml (Annexe 08).

Expression des résultats par la relation suivante :

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

Où :

mg/Kg : ppm

A : absorbance à la longueur d'onde indiquée ;

d : épaisseur de la cuve en cm.

3.2.6. Détermination des caroténoïdes

La méthode de dosage des caroténoïdes est basée sur l'existence d'une bande d'absorption spécifique pour ce composé donnée par un spectrophotomètre visible. Cette

méthode utilisée est décrite par (Minguez-Mosquera *et al*, 1996) consiste à dissoudre 7,5g d'huile d'olive dans du cyclohexane jusqu'à un volume final de 25ml (Annexe 09).

Expression des résultats par la formule suivante :

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

Où

A : absorbance à la longueur d'onde indiquée ;

d : épaisseur de la cuve en cm.

3-2.7. 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.

Les esters méthyliques se forment par transtérification dans une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium comme phase intermédiaire avant la saponification (**point 5 de la méthode ISO 5509 :2000, point 5 de la méthode IUPAC 2.301**) (Annexe 10).

Les résultats sont donnés sous forme de chromatogramme ainsi que les différentes concentrations des acides gras (Annexe 11).

4. Analyse statistique

Les résultats obtenus par les analyses physico-chimiques des huiles échantillonnées ont fait l'objet d'une analyse statistique par le logiciel STATBOX qui consiste en une analyse de la variance à deux facteurs à savoir : le type d'emballage et les conditions de stockage (lumière, obscurité).

Chapitre 2 :

Résultats et discussion

I. La détermination de la qualité de l'huile d'olive

Une analyse physico-chimique a été réalisée pour l'huile d'olive échantillonnée à fin de déterminer sa qualité avant son conditionnement et son stockage.

1. Méthodes d'analyses

1.1. Analyses physiques

1.1.1. Teneur en eau et en matières volatiles

L'eau constitue un facteur limitant de la conservation de l'huile d'olive, pour cette raison, elle doit être présente à un seuil minimal ou être complètement absente dans l'huile (Amirouche et Ouziane, 2009). Les valeurs de la teneur en eau et en matières volatiles sont rapportées dans le tableau n° 5.

Tableau n° 5 : Valeurs de la teneur en eau et en matières volatiles d'échantillon d'huile d'olive analysé (%).

Répétitions Paramètre	R 1	R 2	R 3
Teneur en eau (%)	0,119	0	0,099
	Moyenne $\pm$ écart type : 0,073 $\pm$ 0,052		

R : répétition.

D'après les résultats obtenus, la valeur initiale de la teneur en eau et en matière volatiles (0,07%) est conforme aux normes fixées par le COI (2015), pour les huiles d'olives vierges et qui sont $\leq 0,2\%$.

1.1.2. Détermination de l'absorbance en ultraviolet

L'absorbance dans l'ultraviolet, renseigne sur la présence ou l'absence de produits d'oxydation secondaire dans l'huile. Les hydro peroxydes des premiers stades d'oxydation absorbent à 232 nm, alors que les produits d'oxydation secondaires tels que les cétones insaturées-dicétones absorbent au voisinage de 270 nm (Tanouti *et al*, 2011). Les valeurs des extinctions spécifiques à 232 nm et à 270 nm sont indiquées dans le tableau n° 6.

Tableau n° 6 : Valeurs de l'extinction spécifique à 232nm et à 270 nm d'échantillon d'huile d'olive analysé.

Répétitions Paramètres	R 1	R2	R3	Moyenne ± écart type
Absorbance à 232nm	0,956	0,954	0,945	0,952±0,006
Absorbance à 270nm	0,219	0,317	0,157	0,231±0,081

R : répétition.

D'après les résultats obtenus, les valeurs initiales des extinctions spécifiques à 232nm et à 270 respectivement 0,952 et 0,231, qui sont conformes aux limites fixées par le COI (2015) pour les huiles d'olive vierge ($E_{232} \leq 2,6$ et $E_{270} \leq 0,25$).

1.1.3. Détermination de la densité

La densité d'une substance est le rapport de sa masse volumique sur la masse volumique d'un corps de référence dans des conditions qui doivent être spécifiées pour les deux corps. En général, les corps de référence sont l'eau pour les liquides et l'air pour les gaz (Mazouzi et al, 2014). Le tableau n° 7 montre les valeurs de la densité de l'échantillon analysé.

Tableau n° 7 : Valeurs de la densité d'échantillon d'huile d'olive analysé.

Répétitions Paramètre	R1	R2	R3
Densité	0,914	0,913	0,908
	Moyenne ± écart type : 0,073±0,052		

Le résultat obtenu (0,91) concorde avec les valeurs limitées par le COI (2015) pour la densité des huiles d'olive vierge qui varient de 0,910 à 0,916.

1.2. Analyses chimiques

1.2.1. Acidité

L'acidité est un critère de qualité pour l'huile d'olive. Sa valeur nutritionnelle dépend du stade de maturité des fruits et des conditions de leurs stockages ainsi que des conditions de stockage de l'huile (nature de l'emballage, durée de conservation, humidité, température et présence d'oxygène). Le tableau n° 8 indique les valeurs obtenues pour le critère de l'acidité.

Tableau n° 8 : Taux d'acidité d'échantillon d'huile d'olive analysé (%).

Répétitions Paramètre	R1	R2	R3
Acidité (%)	1,518	1,518	1,627
	Moyenne $\pm$ écart type : 1,554 $\pm$ 0,063		

D'après le résultat obtenu, la valeur initiale de l'acidité est de 1,55%, cette valeur se trouve dans les limites établies par le COI (2015) pour les huiles d'olive vierge (l'acidité $\leq$ 2,0%).

1.2.2. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est le nombre de microgrammes d'oxygène actif pour un gramme de matière grasse. D'après Ndzouli Ngodo (2011), l'indice de peroxyde permet d'apprécier le degré d'oxydation d'une huile, de suivre son état de conservation ou l'avancement de son oxydation. Les valeurs de l'indice de peroxyde sont rapportées par le tableau n°9.

Tableau 9 : Valeurs de l'indice de peroxyde d'échantillon d'huile d'olive analysé (meqO₂/kg d'huile).

Répétitions Paramètre	R1	R2	R3
IP (meq d'O ₂ /Kg)	9,5	7,5	7,5
	Moyenne $\pm$ écart type : 8,167 $\pm$ 1,155		

Selon le résultat obtenu, la valeur initiale de l'indice de peroxyde (8,17 meq d'O₂/Kg) est conforme aux valeurs maximales établies par le COI (2015) pour les huiles d'olive vierge ($\leq$ 20 meq d'O₂/Kg).

1.2.3. Indice de saponification

L'indice de saponification, représente la quantité en milligrammes de KOH (potasse) nécessaire pour transformer en savon les acides gras libres et les glycérides contenus dans un

gramme de corps gras (Benrachou, 2013). Les valeurs de l'indice de saponification sont mentionnées dans le tableau n° 10.

Tableau n° 10: Teneur en indice de saponification d'échantillon d'huile d'olive analysé (mg/g).

Répétitions Paramètre	R1	R2	R3
Is (mg/g)	193,54	194,94	190,74
	Moyenne ± écart type : 193,073±2,139		

Selon le résultat obtenu, la valeur initiale de l'indice de saponification (193,073 mg/g) est située dans l'intervalle de la norme du COI (2015) fixée entre 184 et 196mg/g pour les huiles d'olive vierge.

1.2.4. Détermination de la teneur en composés phénoliques

Les composés phénoliques jouent un rôle très important dans la caractérisation de la valeur nutritionnelle des huiles. Ils peuvent agir comme antioxydants en aidant le corps à renforcer son système de défense contre les anomalies liées au stress oxydatif telles que les maladies cardiovasculaires, le cancer et le processus inflammatoire (Meroune et al, 2014). Les valeurs de la teneur en composés phénoliques sont rapportées par le tableau n° 11.

D'après le COI (2014), le contenu phénolique des huiles d'olive varie en fonction du climat, du type de récolte, du degré de maturité des olives, des techniques de production et des méthodes de conservation.

Tableau n°11 : Teneurs en composés phénoliques d'échantillon d'huile d'olive analysé (ppm).

Répétitions Paramètre	R1	R2	R3
Teneur en polyphénols (ppm)	100,176	97,647	99,294
	Moyenne ± écart type : 99,039 ± 1,284		

D'après les résultats obtenus, la teneur initiale en composés phénoliques (99,039 ppm) est inférieure aux valeurs indiquées par Benlemlih et Ghanam (2012) indépendamment de la variété (164 ppm) et par Merouane et *al.* (2014) pour la variété chemlal qui est de l'ordre 167,29 ppm pour l'huile d'olive vierge.

D'après El Antari (2003), une huile d'olive de bonne qualité de l'huile d'olive vierge possède plus de 200 ppm en poly phénols.

1.2.5. Détermination de la chlorophylle

Les chlorophylles jouent un rôle important dans la stabilité oxydative de l'huile d'olive grâce à leurs activités anti oxydante à l'obscurité et pro oxydante à la lumière.

D'après Tanouti et *al.* (2011), la concentration en chlorophylles peut dépasser 80mg/kg pour des huiles obtenues à partir d'olives en stade précoce de maturité. Cette valeur peut baisser jusqu'à 2mg/kg lorsque le fruit est bien mûr. Les valeurs de la chlorophylle obtenues après l'analyse de l'échantillon d'huile sont indiquées dans le tableau n° 12.

Tableau n° 12 : Teneur en chlorophylles d'échantillon d'huiles d'olive analysé (ppm).

Répétitions Paramètre	R1	R2	R3
Chlorophylle (mg/Kg)	1,027	1,370	2,006
	Moyenne ± écart type : 1,468 ± 0,497		

D'après les résultats obtenus, la teneur initiale en chlorophylle (1,47 ppm) est située dans l'intervalle de la norme du COI (2003) fixée entre 1 et 10 ppm pour les huiles d'olive vierge.

Selon Sekour (2012), la teneur en pigment chlorophyllien dépend de la zone de production, de type d'olive et de leur durée de stockage.

El Antari (2003) signale qu'une huile d'olive vierge de bonne qualité présente moins de 10 ppm de chlorophylles.

1.2.6. Détermination de caroténoïde

Rahmani (1989) *in* Benrachou (2013) signale que le caroténoïde bêta-carotène présent dans l'huile d'olive agit comme un protecteur en désactivant l'oxygène singulier produit par les chlorophylles, et de ce fait c'est un inhibiteur de la photo-oxydation. Le tableau n° 13 présent les valeurs de la teneur en caroténoïde.

Tableau n° 13 : Teneurs en caroténoïde d'échantillon d'huile d'olive analysé (ppm).

Répétitions Paramètre	R1	R2	R3
Caroténoïdes (mg/Kg)	1,195	1,155	1,035
	Moyenne $\pm$ écart type : 1,128 $\pm$ 0,083		

D'après le résultat obtenu, la teneur initiale en caroténoïde (1,13 ppm) est située dans l'intervalle mentionné par Benlemlih et Ghanam(2012), pour l'huile d'olive vierge extra qui varie de 0,33ppm à 4 ppm.

Ces résultats concordent avec ceux de Tanouti et *al.* (2011), qui ont étudié l'évolution qualitative des huiles d'olives produites dans des coopératives du Maroc oriental pendant trois campagnes oléicoles (2006-2009) et signalent que la teneur en caroténoïdes varié de 0,2 ppm à 13,4pp.

1.2.7. Composition en acides gras

La composition en acides gras (AG) de l'huile d'olive joue un rôle important au niveau de sa qualité nutritionnelle. C'est l'importance de l'apport d'acides gras mono-insaturés avec un taux d'acide oléique allant de 55 % et pouvant atteindre 83 % qui confère son originalité à l'huile d'olive, ainsi que ses vertus en termes de santé. Divers facteurs, tels que le degré de maturité des olives, le climat et la variété ont une incidence sur le profil de composition en acides gras de l'huile d'olive (Haddam et *al.*, 2014).Le tableau n° 14 montre la composition en acides gras de l'huile d'olive analysé.

Tableau n°14 : Composition en acides gras de l'échantillon d'huile d'olive analysé(%).

Acide gras	Dénomination	Composition en acide(%)	Normes de COI (2015)
C14 :0	Acide myristique	0,41	≤0,03
C16 :0	Acide palmitique	13,92	7,5-20
C18 :0	Acide stéarique	2,05	0,5-5
C20 :0	Acide arachidique	0,23	<0,6
C16 :1ω7	Acide palmitoléique	3,25	0,30-3,5
C18 :1ω9	Acide oléique	63,94	55-83
C20 :1ω9	Acide gadoléique	0,1	≤0,4
C18 :2ω6	Acide linoléique	15,59	3,5-21
C18 :3ω3	Acide linolénique	0,51	≤1
Acides gras saturés (AGS)		16,61	
Acides gras insaturés (AGI)		83, 39	
Acides gras mono insaturés (AGMI)		67,29	
Acides gras poly insaturés (AGPI)		16,1	
Acides gras insaturés / acides gras saturés		5,02	

L'analyse de la chromatographie en phase gazeuse a révélé l'existence de neuf (09) acides gras dans l'huile d'olive échantillonnée de la région de Tizra Aissa. La composition en acides gras a donné quatre (04) acides gras saturés (16,61%) qui sont : l'acide myristique, l'acide palmitique, l'acide stéarique et l'acide arachidique ainsi que cinq (05) acides gras insaturés dont trois sont monoinsaturés (67,29%) : l'acide oléique, l'acide palmitoléique, l'acide gadoléique et deux autres sont polyinsaturés (16,1%) : l'acide linoléique et l'acide linolénique.

Ces résultats font ressortir que la composition en acide gras de l'huile d'olive étudiée est caractérisée par la dominance de l'acide oléique avec 63.94%. Nous constatons aussi la présence de deux autres acides gras importants, en l'occurrence l'acide palmitique (13,92%) et l'acide linoléique (15,59%).

Selon les valeurs obtenues l'huile d'olive analysée présente des concentrations en acides gras conformes aux limites fixées par le COI (2015) pour les huiles d'olive vierges à l'exception de l'acide myristique.

2. Classification d'huile analysée

Les résultats obtenues sur l'ensemble des paramètres physico chimiques étudiés à savoir l'acidité, l'indice de peroxyde ainsi que l'absorbance à 232 et à 270 (tableau 15), nous ont permis de classer l'huile analysé selon les normes établies par le COI (2015) dans la catégorie « *huile d'olive vierge propre à la consommation en état* ».

Tableau n°15 : Les résultats des différents paramètres physico-chimiques d'échantillon d'huile d'olive analysé.

Paramètres physico chimiques		Moyenne $\pm$ ecart type
Humidité (%)		0,073 $\pm$ 0,052
Absorbance ultraviolet	A 232 nm	0,952 $\pm$ 0,06
	A 270 nm	0,231 $\pm$ 0,081
Densité		0,912 $\pm$ 0,003
Acidité (%)		1,554 $\pm$ 0,063
Indice de peroxyde (meq d'O ₂ /Kg d'huile)		8,167 $\pm$ 1,155
Indice de saponification (mg KOH/Kg d'huile)		193,073 $\pm$ 2,139
Composés phénoliques (ppm)		99,039 $\pm$ 1,284
Chlorophylles (ppm)		1,468 $\pm$ 0,497
Caroténoïdes (ppm)		1,128 $\pm$ 0,083

II. Influence de l'emballage et des conditions de stockage sur la qualité de l'huile d'olive

Afin de déterminer l'influence du matériel de conditionnement (le verre, le plastique, le tétra pack) ainsi que les conditions de stockage (la lumière, l'obscurité) sur la qualité de l'huile d'olive échantillonnée, une analyse physico-chimique a été réalisée après trois (03) mois de conservation (Figure n° 5).

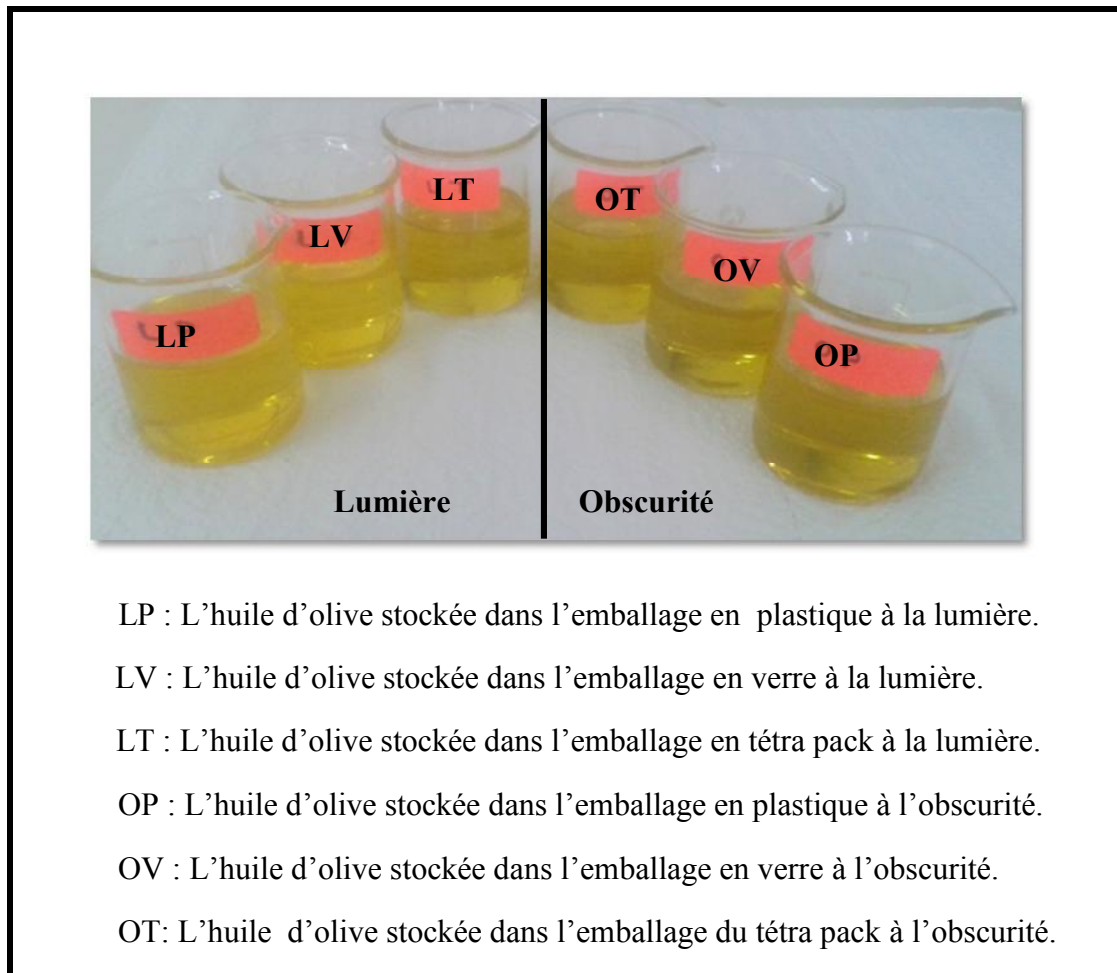


Figure n° 5 : Huile d'olive de différents emballages après trois mois de conservation à la lumière et à l'obscurité.

1. Méthodes d'analyse**1.1. Analyses physiques****1. 1.1.Teneur en eau et en matières volatiles**

La présence des traces d'eau dans l'huile peut favoriser l'hydrolyse enzymatique (lipolyse) des triglycérides pour libérer des acides gras libres, d'où une acidité élevée de l'huile, qui par conséquent dévalorisera sa valeur alimentaire et commerciale (Amirouche et

Ouziane, 2009). Les valeurs de la teneur en eau et en matières volatiles sont représentées par la figure n°6.

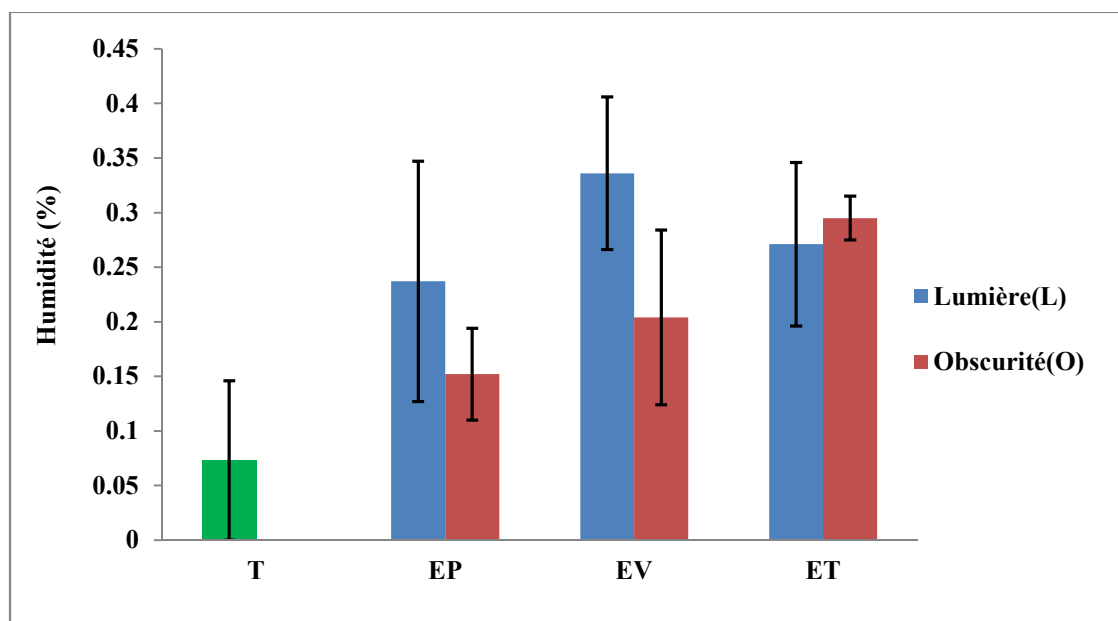


Figure n° 6 : Valeurs moyennes de la teneur en eau et en matières volatiles de l'huile d'olive vierge en fonction de l'emballage et des conditions de stockage.

L'analyse de la variance de la teneur en eau et en matières volatiles (Annexe 12) a révélé un effet non significatif soit pour le facteur emballage ($P = 0,110$) soit pour le facteur conditions de stockage ($P = 0,080$) et même pour leur interaction ($P = 0,1948$). Le coefficient de variation résiduelle est élevé (28,94%), donc il n'y a pas de conclusion statistiques sur l'effet factoriel.

Néanmoins les résultats obtenus pour les trois types d'emballages (EP, EV, ET), montrent une augmentation de la teneur en eau de l'huile d'olive par rapport à la valeur initiale ($T = 0,073\%$) en fonction des conditions de stockage après les trois mois de conservation. Ces résultats dépassent la limite fixée par le COI (2015) ($\leq 0,2\%$), sauf pour l'huile d'olive stockée dans le plastique à l'obscurité avec une valeur de 0,152 %.

Il est à noter que ces matériaux sont sensibles à l'humidité où Multon et Bureau (1989) signalent qu'aucun matériau d'emballage n'est totalement imperméable à l'humidité.

Les résultats montrent aussi que l'humidité à la lumière est plus importante qu'à l'obscurité surtout pour l'huile d'olive stockée dans le verre (0,336%). La teneur en eau est importante pour l'huile d'olive stockée à l'obscurité dans l'emballage du tétra pack (0,295%). Selon Sekour (2012), une humidité élevée est indésirable car elle peut provoquer une

hydrolyse des triglycérides (altération hydrolytique) conduisant à la libération d'acides gras libres dix fois plus sensibles à l'oxydation que lorsqu'ils sont sous forme liés.

1.1.2. Détermination de l'absorbance en ultraviolet

L'absorbance dans l'ultraviolet est un moyen d'évaluation de l'état de conservation de l'huile. C'est également un indicateur sur la douceur de la méthode d'extraction et sur l'oxydation par surexposition de l'huile à l'air lors de la trituration (Tanouti *et al*, 2011).

Les résultats obtenus pour l'absorbance à 232 et à 270 nm après trois mois de conservation ne peuvent être pris en considération faute au dysfonctionnement du spectrophotomètre et au manque de certain matériel (la cuve).

1.1.3. Détermination de la densité

La détermination de la densité d'une huile nous renseigne sur sa pureté, elle est en fonction de la composition chimique des huiles et de la température de stockage (Karlesking, 1992 *in* Kouidri, 2008). Les valeurs de la densité sont représentées par la figure n°7.

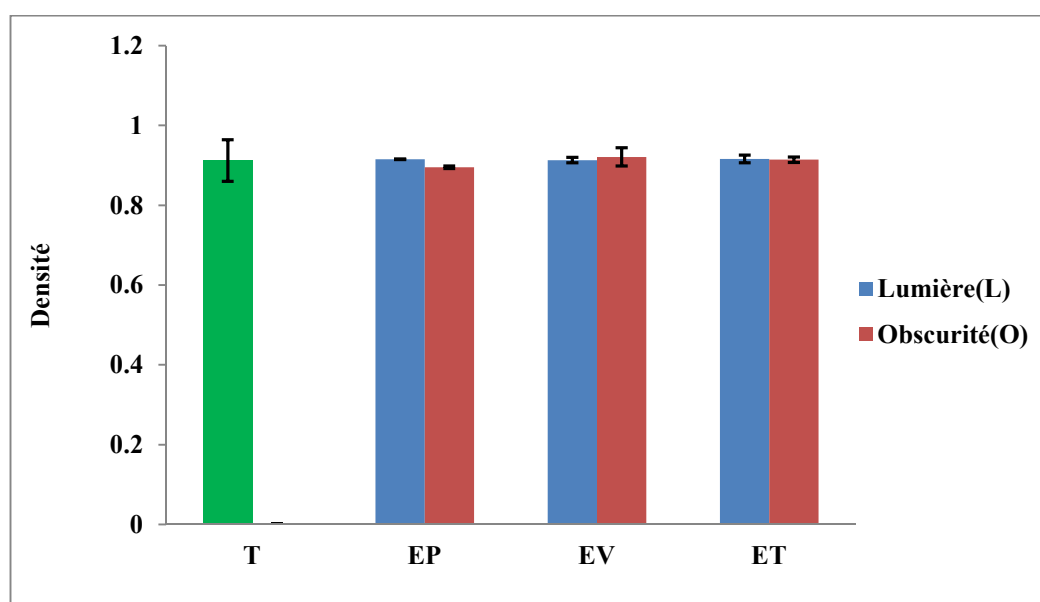


Figure n° 7 : Valeurs moyennes de densité de l'huile d'olive vierge en fonction de l'emballage et des conditions de stockage.

D'après les résultats obtenus pour les trois types d'emballages (EP, EV, ET), nous observons une certaine variation par rapport à la valeur initiale (0,912) mais restent conforme aux normes de COI (2015), à l'exception des huiles d'olive stockées dans le verre et le plastique à l'obscurité avec des valeurs respectives de 0,921 et 0,895.

D'après Sekour (2012), la densité des huiles est en fonction de leur insaturation mais aussi de l'état de leur oxydation ; plus elle augmente plus l'huile est oxydée.

L'analyse de la variance à deux facteurs (Annexe 13) a montré que l'effet du type d'emballage ($P = 0,171$) et des conditions de stockage ($P = 0,387$) ainsi que l'interaction entre les deux facteurs ($P = 0,122$) est non significatif sur la densité de l'huile conservée. Le coefficient de variation résiduelle est inférieur à 10%, donc pas d'effet factoriel.

1.2. Analyses chimiques

1. 2.1. Acidité

Selon Kouidri (2008), l'indice d'acide (acidité) est un critère de qualité permettant de déterminer la teneur en acides gras libres qui renseigne sur l'activité des lipases, la stabilité de l'huile ainsi que sur la qualité du fruit. Les acides gras libres dérivent de l'hydrolyse des triglycérides. Les résultats obtenus sont représentés par la figure n° 8.

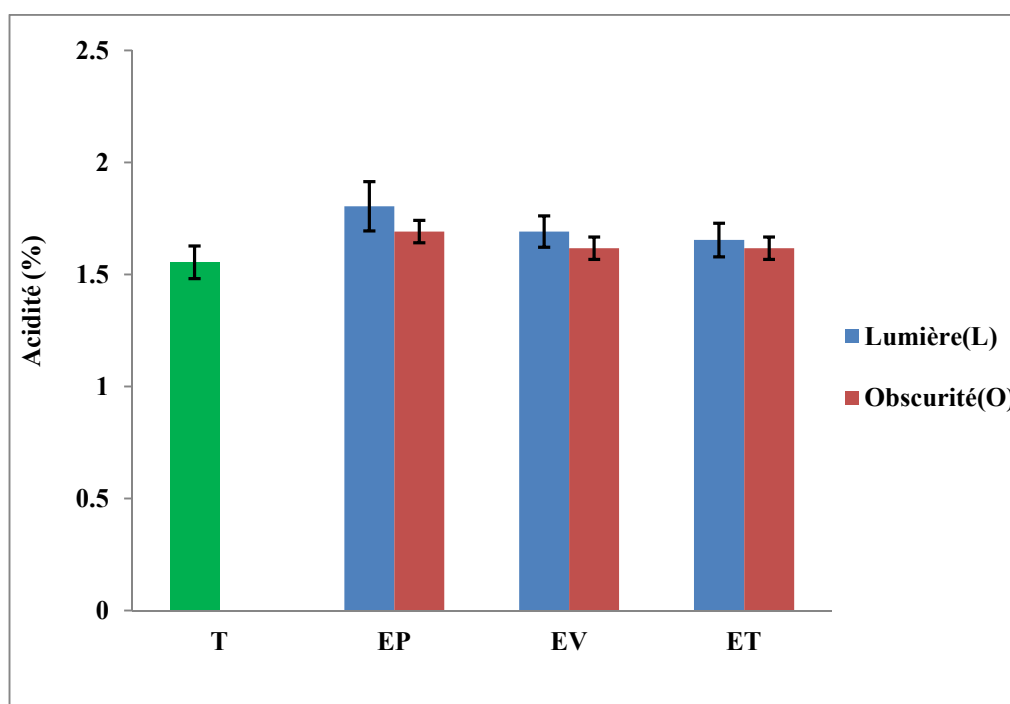


Figure n°8 : Valeurs moyennes de l'acidité de l'huile d'olive vierge en fonction de l'emballage et des conditions de stockages.

D'après les résultats obtenus pour les trois types d'emballage, nous observons une augmentation de l'acidité de l'huile d'olive par rapport à la valeur initiale ($T = 1,554\%$) après les trois mois de conservation. Cette augmentation est plus importante surtout pour l'huile stockée dans l'emballage en plastique ($1,805\%$) exposé à la lumière.

L'analyse de la variance (Annexe 14) pour ce paramètre ne révèle aucune différence significative soit pour les facteurs type d'emballage ($P = 0,115$) et conditions de stockage ($P = 0,105$) ainsi que pour l'interaction entre les deux facteurs ($P = 0,784$). Le coefficient de variation résiduelle est inférieur à 10%, donc pas d'effet factoriel.

Selon Sekour(2012), les huiles exposées à l'air et à la lumière subissent rapidement des réactions d'hydrolyse et d'oxydation.

Les résultats montrent aussi que l'augmentation de l'acidité à l'obscurité est plus marquée pour l'huile stockée dans l'emballage en plastique (1,692%), alors que pour le verre et le tétra pack le taux d'acidité est le même.

L'augmentation de l'acidité dans l'emballage en plastique a été observée aussi par Hilan et *al.* (2001), qui ont étudié l'évolution de la qualité des huiles d'olives vierges par rapport aux types de récipients utilisés durant le stockage.

L'acidification est le résultat d'une hydrolyse partielle ou totale des triglycérides qui donnent des acides gras libres, elle entraîne la diminution du pH des corps gras. En effet, l'hydrolyse s'accompagne généralement d'une oxydation car les acides gras s'oxydent facilement lorsqu'ils sont à l'état libre.

L'acidité de l'huile d'olive entreposée à la lumière du jour et à l'obscurité semble ne pas être influencée de manière notable par la nature de l'emballage. En effet, les valeurs de l'acidité obtenues dans ces cas sont très rapprochées et restent conformes aux normes du COI, (2015) pour les huiles d'olive vierges propres à la consommation en l'état ($\leq 2,0\%$).

1.2.2. Indice de peroxyde

Selon Meftah et *al.* (2014), la détermination de l'indice de peroxyde des huiles d'olives permet d'évaluer le niveau d'oxydation primaire par l'oxygène. L'action directe de l'oxygène et l'action indirecte des autres facteurs qui permettent à l'oxygène de se fixer sur les acides gras entraînent l'oxydation de l'huile.

D'après Khelif et *al.* (2000), l'indice de peroxyde est le nombre d'hydro peroxydes formés dans un corps gras au cours de sa conservation. Les résultats obtenus sont représentés par la figure n° 9.

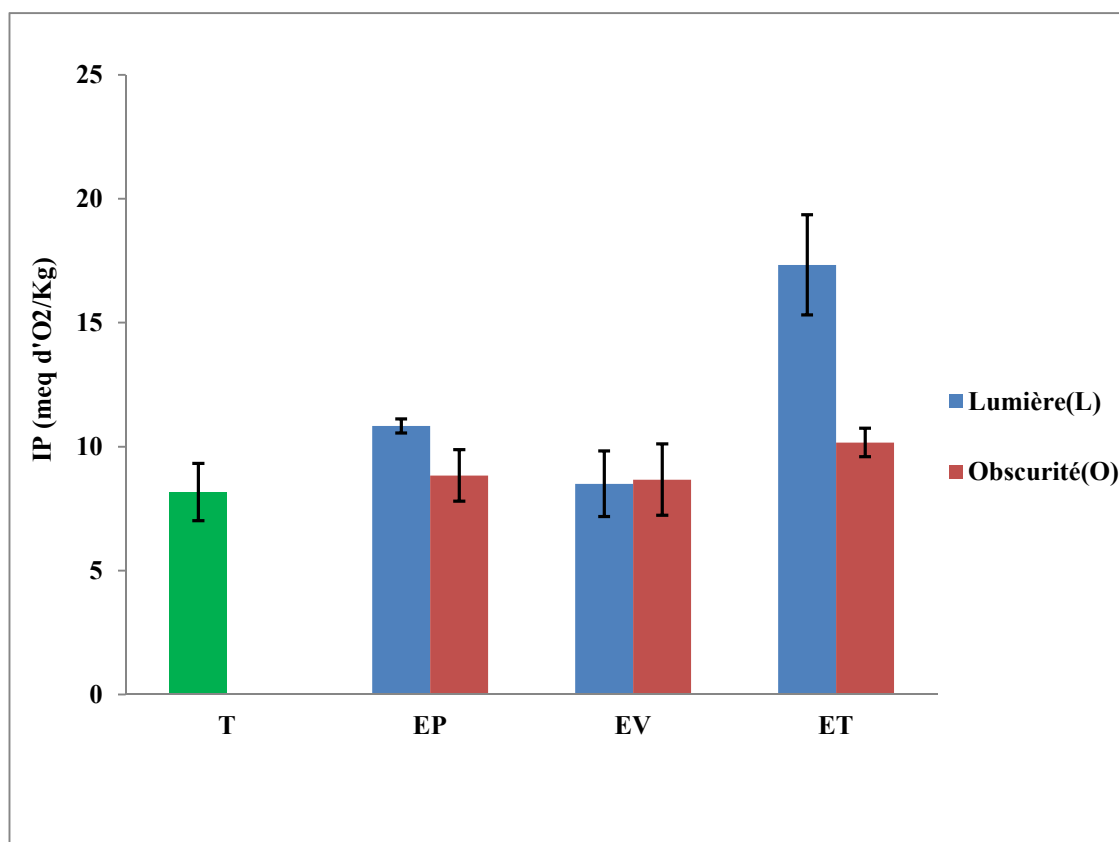


Figure n° 9 : Valeurs moyennes de l'indice de peroxyde de l'huile d'olive vierge en fonction de l'emballage et des conditions de stockage.

Les résultats obtenus montrent une augmentation de l'indice de peroxyde par rapport à la valeur initiale (8,167 meq d'O₂/Kg) après les trois mois de conservation et ceci quel que soit le type d'emballage et les conditions de stockage. Ces résultats ont été observés par Chaya et Mensouri (2008) qui ont étudiés l'effet de la nature de l'emballage et des conditions de stockage sur la conservation de l'huile d'olive vierge.

L'analyse de la variance de l'indice de peroxyde (Annexe 15) montre des différences très hautement significatives pour le facteur emballage ($P = 0,00004$) et le facteur conditions de stockage ($P = 0,00031$). Cela est vérifié par le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% regroupant chaque facteur en 2 groupes homogènes. L'interaction entre les facteurs révéla aussi un effet très hautement significatif ($P = 0,0009$), cela est vérifié par le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% qui regroupe l'interaction en 2 groupes homogènes.

La détermination de la teneur en peroxydes dans les huiles permet d'évaluer le niveau d'oxydation primaire produite au cours du stockage et/ou de l'élaboration de l'huile. La formation des peroxydes est due à la présence de l'oxygène dissout dans l'huile et de certains facteurs favorisants (UV, eau, enzyme...). En particulier, deux types d'oxydation peuvent être distingués : l'auto-oxydation et la photo-oxydation (Tanouti et *al*, 2010).

D'après khlif (2000), l'hydro peroxydation commence très lentement au début du stockage et s'accélère par la suite, donc plus la durée de stockage est longue, plus la fixation de l'oxygène de l'air sur les doubles liaisons des acides gras polyinsaturés devient importante, d'où la formation d'hydro peroxydes.

L'augmentation de l'indice de peroxyde est plus remarquable à la lumière qu'à l'obscurité pour les trois types d'emballage. D'après Hamani et *al.* (2010), la lumière est responsable du phénomène de photo-oxydation qui est un mécanisme conjugué (synergie) de l'oxygène et de la lumière. Lorsque l'emballage est transparent, elle peut-être une cause importante de dégradation d'un produit alimentaire, le plus souvent liquide. Les emballages opaques permettent eux de contrer l'action de la lumière.

Selon Janati Idrissi et *al.* (2012), plus de 99% de l'indice de peroxyde d'une huile végétale stockée à la lumière sont dus à l'oxydation photo sensibilisée ; moins de 1% est dû à l'auto oxydation.

Nous observons que la valeur la plus élevée est obtenue par l'huile d'olive stockés dans le tétra pack à la lumière (17, 333 meq d'O₂/Kg). Cette augmentation est peut être due aux échanges gazeux survenus au cours de la conservation (détérioration de l'état initial de l'emballage Tétra pack) (Figure n° 10).

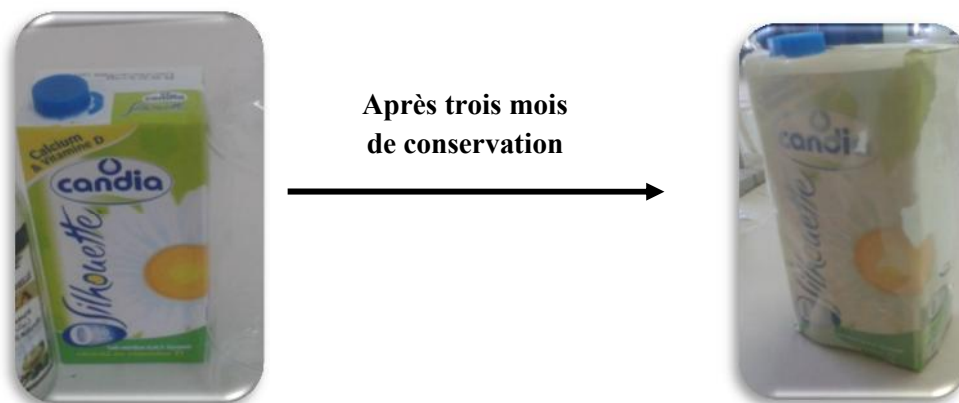


Figure n° 10 : Détérioration de l'état initial de l'emballage Tétra pack.

Ben Tekaya et Hassouna (2005) signalent que l'indice de peroxyde de l'huile d'olive stockée dans le plastique augmente pour ce type d'emballage qui favorise l'oxydation primaire, en raison probablement de sa perméabilité à l'oxygène de l'air.

Contrairement à l'étude effectuée par AFIDOL (2010), ils ont montré que l'huile d'olive vierge conservée à l'obscurité présente toujours un indice de peroxyde supérieur à celui mesuré dans l'huile d'olive vierge conservée à la lumière pour les emballage en plastique (bouteille en PET ou en PET avec capture d'oxygène). Cette différence est

expliquée par la présence d'un taux de dégradation de peroxydes (composé d'oxydation primaire) en composé d'oxydation secondaires plus élevé dans l'huile stockée à la lumière que lorsque l'huile est stockée à l'obscurité.

Toutefois, les valeurs obtenues restent conformes aux normes du COI, (2015) pour les huiles d'olive vierge propres à la consommation en l'état.

1.2.3. Indice de saponification

L'indice de saponification correspond au nombre de mg de KOH nécessaire pour estérifier 1g de matière grasse. Il indique la quantité d'acides gras totaux présents dans un corps gras (Guillemin 2006).

Cet indice est d'une grande utilité dans l'industrie des savons. Il renseigne sur la longueur des chaînes d'acide gras que renferme le corps gras (Kouidri, 2008). Les résultats obtenus sont indiqués par la figure n° 11.

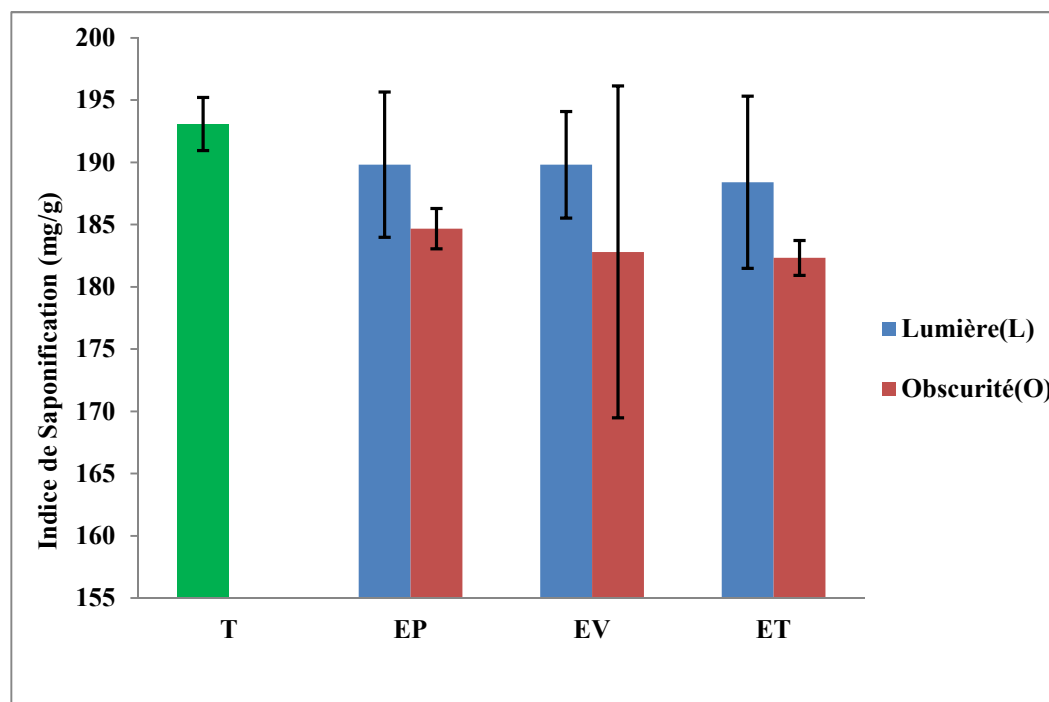


Figure n° 11: Valeurs moyennes de l'indice de saponification de l'huile d'olive vierge en fonction de l'emballage et des conditions de stockage.

D'après les résultats obtenus pour les trois types d'emballage, nous observons une diminution de l'indice de saponification de l'huile d'olive après les trois mois de conservation par rapport à la valeur initiale.

L'analyse de la variance (Annexe 16) montre un effet non significatif pour cet indice, que ce soit pour le facteur emballage ($P=0,895$), le facteur conditions de stockage ($P=0,082$) ou pour l'interaction entre les deux facteurs ($P=0,973$). Le coefficient de variation résiduelle est inférieur à 10%, donc pas d'effet factoriel.

Selon M'Baye (2011), l'indice de saponification faible laisse prédire que ces huiles contiennent des acides gras à longues chaînes.

Cette diminution est plus remarquable à l'obscurité surtout pour les huiles d'olives stockées dans le tétra pack et le verre avec des valeurs respectivement très proches 182,325 et 182,793 mg/g qui sont inférieures à la limite fixée par le COI (2015) pour les huiles d'olive vierge (184-196 mg/g).

D'après Kouidri (2008), l'indice de saponification décroît avec l'augmentation de la longueur de ces chaînes. C'est un indice qui est très utile dans l'industrie des savons. Une huile qui se caractérise par un indice de saponification important est une huile très commode dans la fabrication du savon.

1.2.4. Détermination de la teneur en composés phénoliques

Les poly phénols sont des antioxydants naturels présents dans les huiles d'olive vierges, qui s'avèrent importants vu leur corrélation avec le goût piquant et amer de l'huile. La stabilité conférée à l'huile est due à leur action naturelle d'inhibition de l'oxydation (El Antari, 2003).

L'huile d'olive vierge est quasiment la seule huile contenant des quantités notables de substances phénoliques naturelles. Ces composés sont responsables du goût si particulier, à la fois amer et fruité, et contribuent pour une grande partie à la stabilité de l'huile, en augmentant sa résistance à l'auto oxydation. Ces composés contribuent à la bonne stabilité d'une huile de deux manières: d'une part ces composés, antioxydants naturels, vont s'oxyder préférentiellement aux acides gras insaturés; d'autre part, on attribue aux phénols la capacité de piéger les radicaux OH (Baccouri et al, 2006). Les teneurs en composées phénoliques sont représentés par la figure n°12.

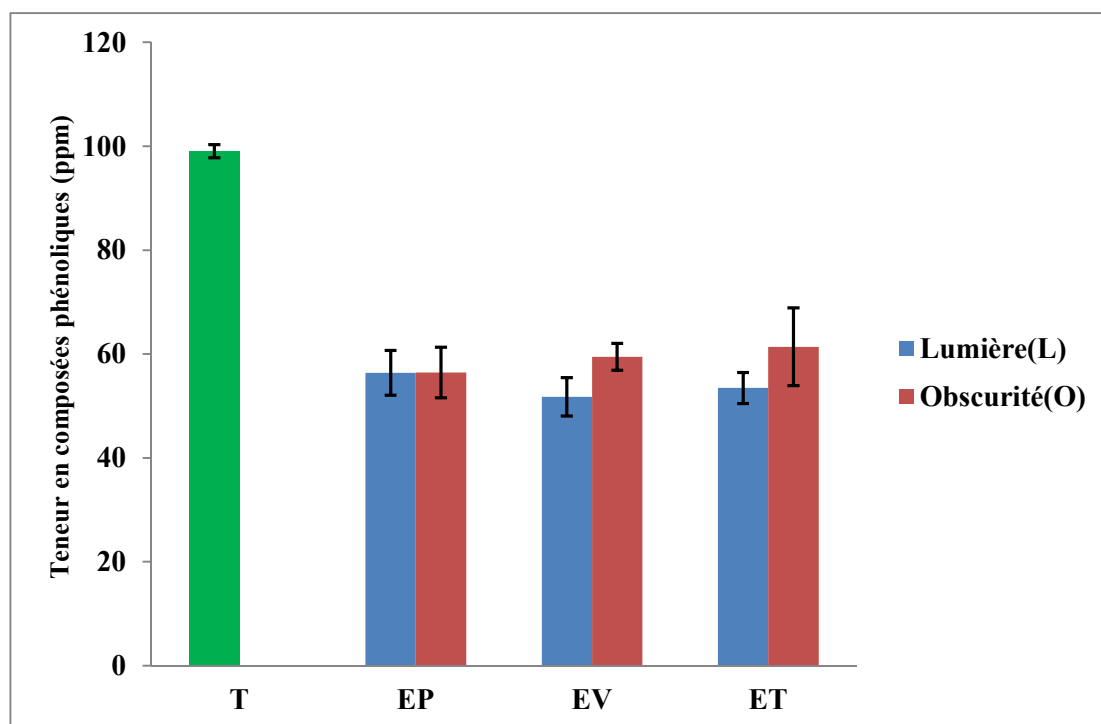


Figure n° 12 : Valeurs moyennes de la teneur en composés phénoliques de l’huile d’olive vierge en fonction de l’emballage et des conditions de stockage.

D’après les résultats obtenus pour les trois types d’emballage et les conditions de stockage nous observons une diminution importante de la concentration en substances phénoliques de l’huile d’olive après les trois mois de conservation par rapport à la valeur initiale. Ces résultats peuvent être expliqués par l’hydrolyse et l’oxydation de ces substances phénoliques.

L’analyse de la variance à deux facteurs ressort que le facteur emballage n’est pas significatif ($P = 0,795$). Par contre l’effet des conditions de stockage agit d’une façon significative ($P = 0,031$) sur la teneur en composés phénoliques. Cela est vérifié par le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% qui regroupe les échantillons d’huiles d’olive dans 2 groupes homogènes (Annexe 17).

Aussi l’interaction entre les deux facteurs, montre un effet non significatif ($p = 0,281$) sur la teneur en composés phénoliques de huile étudiée.

D’après Janati Idrissi et *al.* (2012), les composés phénoliques sont des trappes naturelles de l’oxygène singulet ; cette désactivation se fait par piégeage chimique de l’oxygène singulet lors de la photo oxydation de l’huile d’olive vierge.

Selon Cuvellier et Maillard (2012), l’oxydation est réduite en présence de tocophérols ou autres composés phénoliques antioxydants.

Les huiles stockées à la lumière présentent des concentrations en phénols un peu plus faibles que celles entreposées à l'abri de la lumière. D'après Janati Idrissi et *al.* (2012), les pouvoirs antioxydants des composées phénoliques vis-à-vis de l'auto oxydation de l'huile d'olive sont plus élevés que ceux trouvés pour la photo oxydation. Vraisemblablement, les polyphénols sont dégradés plus rapidement en photo oxydation qui a une vitesse de réaction beaucoup plus forte que celle de l'auto oxydation.

1.2.5. Détermination de la chlorophylle

Selon Dandjouna et *al.* (2008), les chlorophylles sont des composés photosensibles capables de transférer l'énergie de la lumière en radicaux libres d'oxygène qui réagissent avec les acides gras insaturés de l'huile. La réduction des chlorophylles a pour conséquence visible la perte de coloration de l'huile.

Les pigments ont tendance à revenir à l'état singulet fondamental en transformant l'oxygène atmosphérique ($^3\text{O}_2$) en oxygène singulet très réactif ($^1\text{O}_2$). Ce dernier réagit directement sur les acides gras insaturés de l'huile en donnant des hydro peroxydes très instable qui peuvent se décomposer pour donner des composés volatils à faible poids moléculaire qui sont à l'origine du rancissement de l'huile d'olive vierge (Ben tekaya et Hassouna, 2007).

D'après Khlif et *al.* (2000), les chlorophylles sont responsables de l'activité oxydative de l'huile d'olive en raison de leur nature anti-oxydante dans l'obscurité et pro-oxydante à la lumière. Les résultats obtenus sont représentées par la figure n° 13.

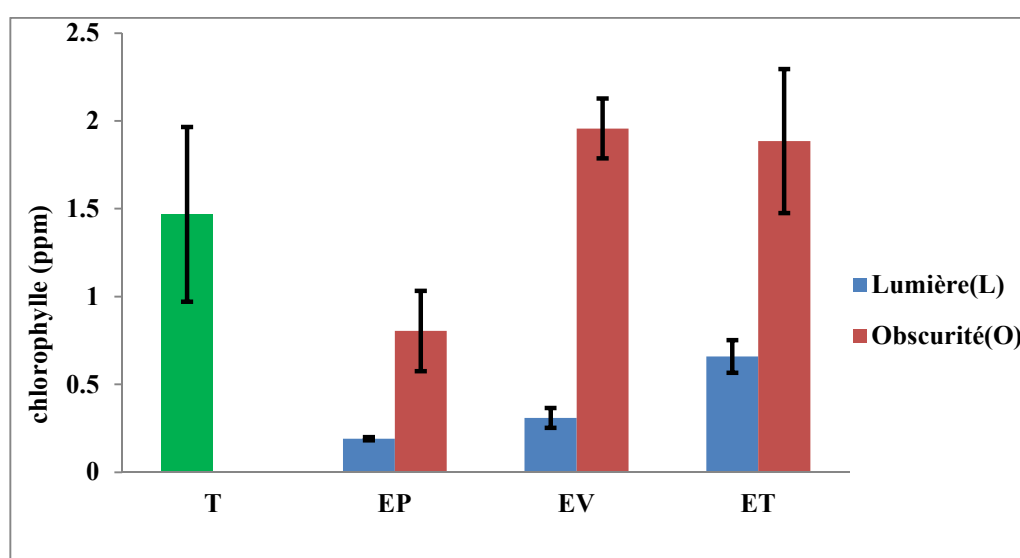


Figure n° 13 : Valeurs moyennes de la teneur en chlorophylle de l'huile d'olive vierge en fonction de l'emballage et des conditions de stockage.

D'après les résultats obtenus nous observons une diminution de la teneur en chlorophylle par rapport à la valeur initiale à l'exception des huiles d'olives stockées dans le verre et le tétra pack à l'obscurité avec des valeurs respectives de 1,957ppm et 1,886 ppm.

L'analyse de la variance de la teneur en chlorophylle (Annexe 18) montre une différence très hautement significative pour le facteur emballage ($P = 0,00009$) et le facteur conditions de stockage ($P = 0$). Cela est vérifié par le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% regroupant chaque facteur en 2 groupes homogènes. L'interaction entre les facteurs a révélé un effet significatif ($P = 0,004$), cela est vérifié par le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% qui regroupe l'interaction en 5 groupes homogènes.

En effet, il a été constaté que plus la teneur en chlorophylle était élevée, plus l'huile était exposée à l'oxydation

Cette diminution est plus remarquable à la lumière qu'à l'obscurité. D'après Janati Idrissi et *al.* (2012), l'huile d'olive vierge à l'encontre des autres huiles végétales est consommée sans raffinage ; ce qui lui permet de garder toute sa composition naturelle, notamment en chlorophylle. De ce fait, et selon Dandjouna et *al.* (2008), en présence de la lumière, l'huile d'olive vierge est la moins stable de toutes les huiles alimentaires malgré sont faible degré de poly insaturation. Benabid (2009) signal que, les chlorophylles présentent dans leur structure, de nombreuses doubles liaisons conjuguées qui permettent une absorption du rayonnement lumineux.

La diminution de la chlorophylle soit à la lumière soit à l'obscurité est plus remarquable dans l'huile d'olive vierge stockée dans l'emballage en plastique avec les valeurs respectives de 0,19 ppm et 0,804 ppm où on remarque qu'à l'obscurité la teneur est presque de la moitié de la teneur initiale. Ces résultats ont été observés par AFIDOL (2010), qui ont étudié l'influence de la nature du plastique sur la conservation de l'huile d'olive vierge au cours du stockage. Aussi, ils ont montré que la perte du contenu en chlorophylles peut être limitée par un stockage à l'obscurité.

Sekour (2012), décrit que l'évolution de la teneur en chlorophylle renseigne sur les substances colorantes contenues dans l'huile et dépend de la présence des feuilles lors de la trituration des olives.

1.2.6. Détermination des caroténoïdes

Les caroténoïdes se présentent sous plusieurs types (α , β et γ), le plus abondant est le β - carotène, précurseur biochimique de la vitamine A. Ce composé est bien connu comme étant un désactivant de l'oxygène et de ce fait, il est considéré parmi les inhibiteurs les plus

efficaces de la photo-oxydation induite par les pigments chlorophylliens. L'effet protecteur du β -carotène ne se manifeste qu'à des teneurs supérieures à 1mg par Kg d'huile, soit 1 ppm (Jahouah, 2002).

Les caroténoïdes en plus de leur contribution à la coloration de l'huile protégeraient également celle-ci contre l'oxydation en agissant comme capteur des radicaux libres d'oxygène (Dandjouna et *al*, 2008).

Les résultats obtenus sont représentées par la figure n° 14.

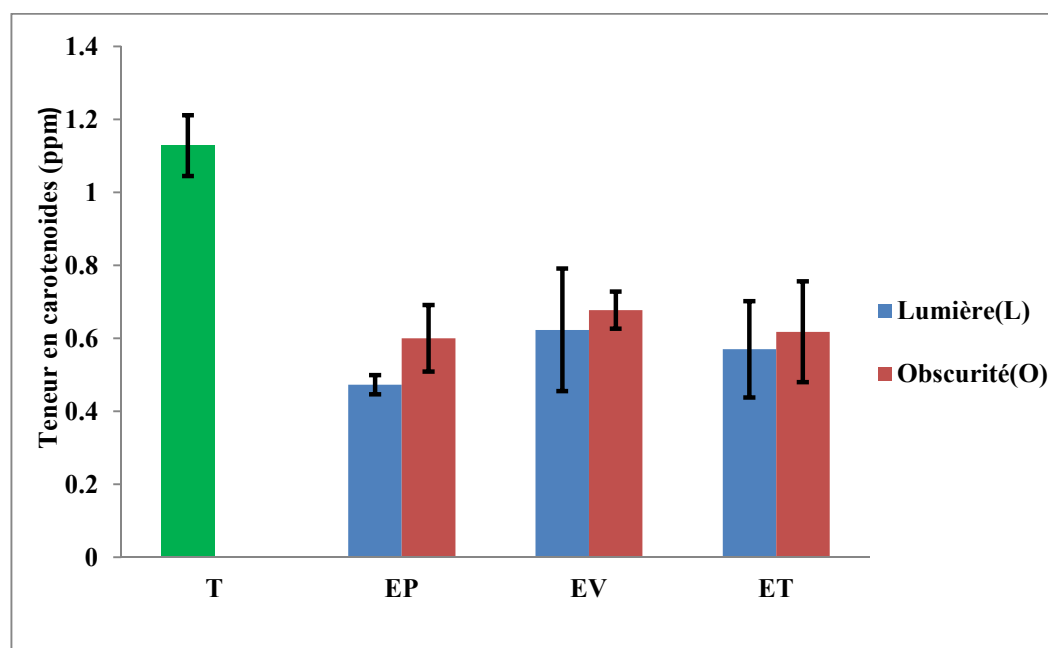


Figure n°14 : Valeurs moyennes de la teneur en caroténoïdes de l'huile d'olive vierge en fonction de l'emballage et des conditions de stockage.

D'après les résultats obtenus nous observons une diminution de la teneur en caroténoïdes de l'huile d'olive vierge par rapport à la valeur initiale (1,128 ppm) et ceci quel que soit la nature de l'emballage et les conditions de stockage.

L'analyse de la variance n'indique aucun effet significatif (Annexe 19) pour le facteur emballage ($P= 0,258$) le facteur conditions de stockage ($P= 0,175$) et même pour l'interaction entre les deux facteurs ($P= 0,802$). Le coefficient de variation résiduelle est élevé (18,99%) donc il n'y a pas de conclusion statistiques sur l'effet factoriel.

Le β carotène agit comme protecteur en désactivant l'oxygène singulet produit par la chlorophylle. En outre le β carotène aurait le rôle de filtrer les longueurs d'onde actives des radiations lumineuses en protégeant ainsi l'huile contre l'activation de l'oxygène par la lumière (Ben Takaya et Hassouna, 2007).

L'activité anti oxydante de ces molécules repose principalement sur la présence de nombreuses doubles liaisons conjuguées au sein de leur structure. Généralement elles interagissent avec des radicaux libres (ROO° , R°) par trois mécanismes : abstraction d'hydrogène, transfert d'électron et addition du radical (Belyagoubi, 2012).

Cette diminution se manifeste plus à la lumière qu'à l'obscurité. D'après Ben Takaya et Hassouna (2007), les pigments caroténoïdes sont facilement dégradés en présence de la lumière.

Rahmani et Saad (1989) *in* Ben Takaya et Hassouna (2007), expliquent l'effet pro-oxydant du β carotène à la lumière par la dégradation du β carotène par photo oxydation en produits catalysant de l'oxydation primaire.

En outre, il a été rapporté par certains auteurs qu'à l'absence de lumière, les caroténoïdes et leurs produits de dégradation agissent comme pro-oxydants dans les huiles végétales (Ben Takaya et Hassouna, 2005).

On observe que les teneurs en caroténoïde les plus faibles sont obtenues pour les huiles d'olives stockées dans l'emballage en plastique à la lumière et à l'obscurité avec des valeurs respectives de 0,473 ppm et 0,6 ppm. Ces résultats ont été observés par AFIDOL (2010) qui a étudié l'influence de la nature du plastique sur la conservation de l'huile d'olive vierge au cours du stockage.

1.2.7. Composition en acides gras

Les huiles contiennent une fraction glycéridique, saponifiable, et une fraction insaponifiable. La fraction glycéridique est constituée des esters du glycérol et d'acides gras. La chaîne carbonée de ces derniers peut être saturée, renfermer une ou plusieurs doubles liaisons. On les appellera respectivement des acides gras saturés (AGS), mono insaturés (AGMI) ou polyinsaturés (AGPI) (Gharby, 2012).

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

Les résultats de la composition en acides gras sont donnés par le tableau n° 16.

Tableau n°16 : Composition en acides gras (%) des huiles d'olives analysées (%) après trois mois de conservation.

Acides gras	dénomination	T	LP	LV	LT	OP	OV	OT
C14 :0	A. Myristique	0,41	/	/	/	/	/	/
C16 :0	A.palmitique	13,92	16,01	15,40	15,75	15,60	15,77	15,59
C18 :0	A. stéarique	2,05	1,85	2,66	1,98	1,92	1,81	1,89
C20 :0	A.arachidique	0,23	0,33	0,38	0,38	0,36	0,34	0,36
C16 :1 ω 7	A.palmitoléique	3,25	3,13	2,55	2,64	2,55	3,01	2,48
C18 :1 ω 9	A.oléique	63,94	63,54	63,83	64,30	64,58	63,90	64,60
C20 :1 ω 9	A.gadoléique	0,1	0,27	0,30	0,30	0,31	0,26	0,28
C18 :2 ω 6	A.linoléique	15,59	14,21	13,98	13,96	13,87	14,13	14,10
C18 :3 ω 3	A.linolénique	0,51	0,64	0,64	0,69	0,66	0,77	0,69
AGS		16,61	18,19	18,44	18,11	17,88	17,92	17,84
AGI		83,39	81,79	81,3	81,89	81,97	82,07	82,15
AGMI		67,29	66,94	66,68	67,24	67,44	67,17	67,36
AGPI		16,1	14,85	14,62	14,65	14,53	14,90	14,79
AGI/AGS		5,02	4,50	4,41	4,52	4,58	4,58	4,60

D'après les résultats obtenus nous constatons une certaine variabilité de la teneur des acides gras de l'huile d'olive vierge par rapport aux teneurs initiale et ceci quel que soit la nature de l'emballage et les conditions de stockage. Toutefois, ces taux restent conforme aux limites fixées par le COI (2015).

Pour les acides gras saturés on remarque en premier lieu la disparition complète de l'acide myristique. En deuxième lieu et d'après le tableau, on constate une augmentation importante du taux de l'acide palmitique (acide gras majoritaire des acides gras saturés)

surtout pour l'huile stockée dans l'emballage en plastique à la lumière (16,01%). Cette augmentation a été aussi observée par Hilan et *al.* (2001), qui ont étudié l'évaluation de la qualité des huiles d'olives vierges par rapport aux types de récipients utilisés durant le stockage.

Pour l'ensemble des acides gras insaturés on remarque une certaine variation dans les teneurs selon le type d'emballage et les conditions de stockage. Selon Cossut (2002), plus il ya de doubles liaisons ; plus la vitesse de dégradation des acides gras est grande. En effet pour l'acide oléique (acide gras mono insaturé majoritaire), on constate une augmentation après les trois mois de conservation à l'exception des huiles d'olive stockées dans les emballages en plastique et en verre exposées à la lumière avec des concentrations respectives de 63,54% et 63,83%. Nos résultats de la teneur en acide oléique à l'obscurité ne concordent pas avec ceux de Hilan et *al.* (2001), qui ont étudié l'évaluation de la qualité des huiles d'olive vierge par rapport aux types de récipients utilisés durant le stockage où ils ont constaté que l'acide oléique diminué au cours de conservation.

Aussi d'après le tableau n° 16 on remarque une diminution de l'acide linoléique (acide gras poly insaturé majoritaire) au niveau de tous les emballages. Toutefois, cette diminution a été plus accentuée pour l'huile d'olive stockée à l'obscurité. D'après Baccouri et *al.* (2006), pour une meilleure conservation de la qualité du produit, il convient que les huiles d'olive ne contiennent pas plus de 10% d'acide linoléique, car cet acide est le principal responsable du vieillissement chimique de l'huile.

2. Classification d'échantillon d'huile d'olive analysée après trois mois de conservation.

Après trois mois de conservation, les résultats obtenus pour l'huile conditionnée dans différents type d'emballage à la lumière et à l'obscurité, indiquent que les paramètres physico-chimiques en particulier l'acidité et l'indice de peroxyde restent conformes aux normes fixées par le COI (2015) pour les huiles d'olive vierges (Tableau n°17).

Tableau n° 17 : Les résultats des différents paramètres physico-chimiques de l'huile d'olive analysée après trois mois de conservation.

Situations Paramètres	T	EPL	EPO	EVL	EVO	ETL	ETO
Humidité (%)	0,073± 0,05	0,237±0,11	0,152±0,04	0,336±0,07	0,204±0,08	0,271±0,08	0,295±0,02
UV à 232 nm	0,95±0,01	-	-	-	-	-	-
UV à 270 nm	0,231±0,08	-	-	-	-	-	-
Densité	0,912±0,003	0,915±0,001	0,895±0,003	0,913±0,01	0,921±0,02	0,916± 0,01	0,914±0,007
Acidité (%)	1,554±0,06	1,805±0,11	1,692±0,113	1,692±0,11	1,617±0,07	1,654±0,07	1,617±0,065
IP (meq d'O2/Kg d'huile)	8,167±1,16	10,833±0,29	8,833±1,041	8,5±1,323	8,667±1,44	17,33±2,02	10,167±0,58
IS (mg KOH/Kg d'huile)	193,073±2,14	189,805±5,84	184,663±1,62	189,81±4,29	182,79±13,33	188,40±6,92	182,325±1,40
Composées phénoliques (ppm)	99,039±1,28	56,352±4, 31	56,431±4,88	51,745±3,719	59,451±2,599	53,451±2,971	61,392±7,464
Chlorophylles (ppm)	1,468±0,48	0,19±0,009	0,804±0,23	0,309±0,057	1,957±0,17	0,658±0,093	1,886±0,41
Caroténoïdes (ppm)	1,128±0,08	0,473±0,026	0,6± 0,09	0,623±0,168	0,677±0,051	0,57±0,132	0,618±0,14

Conclusion générale

L'étude portée sur l'huile d'olive vierge, de la variété Chemlal, conservée dans différents types d'emballage (verre transparent, plastique et tétra pack) et dans différentes conditions de stockage (lumière et obscurité), nous a permis de déterminer les variations des paramètres physico-chimiques après trois mois de conservation qui sont dues essentiellement aux réactions d'hydrolyse et d'oxydation.

Les résultats obtenus pour l'ensemble des analyses effectuées, nous ont permis de conclure que :

- L'huile d'olive vierge conservée à la lumière ou à l'obscurité présente toujours des valeurs de la teneur en eau et en matière volatils élevées et supérieures à celle fixée par le COI (2015) et cela quel que soit le type d'emballage, à l'exception de l'échantillon conservé dans l'emballage en plastique à l'obscurité.
- L'analyse spectrophotométrique dans l'ultra violet nous renseigne sur l'état d'oxydation de l'huile d'olive étudiée, malheureusement les résultats trouvés après trois mois de conservation ne peuvent être pris en considération vu le mauvais fonctionnement du matériel.
- La densité augmente surtout pour l'échantillon conservé dans le verre à l'obscurité et diminue plus dans le plastique à l'obscurité.
- L'analyse de l'acidité nous renseigne sur la teneur en acides gras libres dans l'huile. Celle-ci a montré que les échantillons d'huile d'olive étudiés ont subi une altération par hydrolyse. Les valeurs de l'acidité les plus élevées ont été obtenues dans l'échantillon d'huile stocké dans l'emballage en plastique à la lumière, et les moins élevées sont celles obtenues pour l'huile conservée dans le verre et le tétra pack à l'obscurité.
- Les huiles d'olive conservées dans l'emballage de tétra pack à la lumière présentent des valeurs pour l'indice de peroxyde plus élevées par rapport aux autres emballages quel que soit les conditions de stockage (lumière et obscurité).
- Concernant l'indice de saponification, nous avons constaté sa diminution après trois mois de conservation et cela quel que soit le type d'emballage et les conditions de conservation. Cette diminution est remarquable dans le tétra pack et le verre à l'obscurité qui présentent des

valeurs inférieures à la limite fixée par le COI (2015). Cette diminution laisse supposer que ces huiles contiennent plutôt des acides gras à longue chaîne.

- Les résultats de la teneur en composés phénoliques montrent une diminution importante de leurs concentrations dans l'huile étudiée, quel que soit les conditions de stockage et le type d'emballage utilisé, mais plus accentuée à la lumière. Cette diminution renseigne sur l'activité antioxydante des poly phénols et la préservation de l'huile contre l'oxydation.

- Concernant la teneur en pigments, les résultats de la teneur en chlorophylles montrent une diminution très importante à la lumière qu'à l'obscurité. Toutefois, cette diminution a été plus accentuée pour l'huile stockée dans le plastique. A l'obscurité on a constaté une augmentation de la teneur en chlorophylles pour l'huile conservée dans le verre et le tétra pack. Ce pigment renseigne sur les substances colorantes contenues dans l'huile.

- Les résultats de la teneur en caroténoïdes montrent aussi une diminution très importante pour tous les emballages, où l'huile conservée dans le plastique à l'obscurité représente la faible valeur.

- La composition de l'huile en acides gras après trois mois de conservation montre un taux de saturation très élevé surtout dans l'emballage en verre suivi du plastique à la lumière.

A travers cette étude, l'huile d'olive étudiée est mieux conservée dans les emballages en verre à l'abri de la lumière.

Pour limiter le phénomène de l'oxydation pendant le stockage de l'huile, il est utile de prendre un certain nombre de mesure

- Utiliser des bouteilles étanches à la lumière, à l'oxygène et à l'humidité.
- Conserver l'huile à l'abri de la lumière et éviter sa conservation à des températures élevées.
- Choisir des bouteilles contenant un capteur d'oxygène.
- Effectuer les opérations de mise en bouteille sous une atmosphère d'azote pour réduire la pression partielle de l'oxygène dans l'espace libre de la bouteille.

Dans le souci d'avoir une évaluation précise de l'effet du type de l'emballage et des conditions de stockage sur la conservation de l'huile d'olive vierge, il serait utile d'une part, d'obtenir le maximum d'informations sur l'évolution de l'huile au cours du stockage,

en incluant l'analyse sensorielle, la détermination des impuretés insolubles, la détermination de la couleur et la mesure de la migration globale des matières d'emballage. D'autre part, de prolonger la durée de conservation pour mieux apprécier des éventuelles modifications.

Références bibliographiques

AFIDOL., 2004. Les bonnes pratiques d'étiquetage. Conditions de commercialisations des huiles d'olive au stade du commerce de détail. Version 1. www.afidol.org. P 4.

AFIDOL., 2009. Les bonnes pratiques d'étiquetage. Conditions de commercialisation des huiles d'olive au stade du commerce de détail. Version 3. www.afidol.org. P : 9.

AFIDOL., 2010. Conservation de l'huile d'olive vierge selon la nature du plastique de la bouteille. Qualit' Olive. P 2- 4.

Amcha A., 2012. Détermination des antioxydants des huiles d'olives (N W Algérie). Mémoire de Magister en Spectrochimie et Méthodes d'Analyse. Université ABOU BEKR BELKAID de Tlemcen. P13-20.

M'Baye. B.K., Alouemine. S.O., Lô. B.B., Bassene. E., 2011. Etude physico-chimique des huiles consommées en Mauritanie. Science Lib Edition Mersenne : volume 4, N° 120101. P : 6.

Ayadi M., Grati-Kammoun N., Khlif M., Rekik H., Hamdi M.T., 1999. Etude préliminaire des caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive de quelques variétés Tunisiennes. Revue Ezzaitouna 5 (1 et 2). P 7.

Baccouri B., Baccouri 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. P 244-246.

Ben Takaya I., Hassouna M., 2005. Étude de la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge extra tunisienne au cours de son stockage. *Ocl* Vol. 12 N° 5-6 Septembre-Décembre 2005. Tunisie. P 449.

Ben Takaya I., Hassouna M., 2007. Effets des chlorophylles, du bêta carotène, de l'alpha tocophérol, du tyrosol et de leurs interactions sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive tunisienne. *Ocl* Vol. 14 N° 1 Janvier-Février 2007. Tunisie. P60-62.

Benabid H., 2009. Caractérisation de l'huile d'olive algérienne apports des méthodes chimiométrique. Thèse de doctorat en Sciences Alimentaires. Université Mentouri de Constantine institut de la nutrition, de l'alimentation et des technologies agro-alimentaires (inataa). P 10-69.

Benhammou N., 2011. Activité antioxydante des extraits des composés phénoliques de dix plantes médicinales de l'Ouest et du Sud - Ouest Algérien. Thèse de Doctorat en Biologie, Option: Substances Naturelles, Activités biologiques et Synthèse. Université Aboubakr Belkaïd-Tlemcen. P37.

Benlemlih M., Ghanam J., 2012. Polyphénols d'huile d'olive trésors et santé. Polyphénols aux actions antioxydantes, anti-inflammatoires, anticancéreuses, antvieillissement et protectrices cardiovasculaires. Édition marcopietteur. Belgique. P : 27- 45.

Benrachou N., 2013. Etude des caractéristiques physicochimiques et de la composition biochimique d'huiles d'olive issues de trois cultivars de l'Est Algérien. Thèse de Doctorat en Biochimie Appliquée. Université Badji Mokhtar Annaba. P : 27-37.

Benslimane N., 2014. Contribution à l'élaboration d'un plan de contrôle des emballages plastiques en contact avec les denrées alimentaires. Mémoire de master en science des aliments. Université Abou Bekr Belkaïd. Tlemcen. P8-10.

Benyahia N., Zain N., 2003. Analyse des problèmes de l'industrie de l'huile d'olive et solutions récemment développées. Contribution spéciale de SBA à SESEC II. Suisse. P3.

Berlinet C., 2006. Etude de l'influence de l'emballage et de la matrice sur la qualité de jus d'orange. Thèse de doctorat en Science Alimentaires. Ecole Nationale Supérieure des Industries Agricoles et Alimentaires (ENSTA). France. P 8-10.

Boudiche S., Bornaz S., Kachouri F., 2003. La compétitivité du secteur de l'huile d'olive en Tunisie : prix, qualité et avantage concurrentiel national. Jel classification, Q 170. New Medit N.4/2003. P : 10.

Bouradjra K., 2011. Etude de l'effet des antioxydants naturels et de synthèse sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge. Thèse de Magister en Chimie de l'environnement. Université Mouloud Mammerie Tizi Ouzou. P 7-37.

Boussoum M.O., 2012. Etude de méthodes de traitement pour diminuer la migration à partir des emballages en PVC. Thèse de Doctorat en Science en Génie de l'Environnement. Ecole Nationale Polytechnique (ENP). P 1.

CE., 2002. Projet de norme pour les huiles d'olive et les huiles de grignons d'olive (A l'étape 6 de la procédure). Commentaires de la communauté européenne sur la lettre circulaire cl 2002/49-fo.

CNE., 2010. L'emballage et la santé, l'hygiène et la sécurité. Siret n° 41513678700025 APE : 913. Paris. P 2-3.

CNE., 2011. Prévention de gaspillage et des pertes des produits de grande consommation : le rôle clé de l'emballage. Siret n°41513678700025 APE : 913, Paris. P 5.

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

COI., 2013. Analyse sensorielle de l'huile d'olive. Méthodes d'évaluation organoleptique de l'huile d'olive vierge. COI/T20/Doc. n° 15/ Rév. 6

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

COI., 2014. Le monde oléicole. Huile d'olive et la santé. L'huile d'olive et ses propriétés antioxydants. <http://www.internationaloliveoil.org/>.

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

Conseil Supérieur de la Santé, 2011. L'oxydation naturelle des huiles de consommation peut entraîner des risques pour la santé. N° 8310. Sécurité des huiles et graisses. Rue de l'Autonomie 4. 1070 Bruxelles. P 11.

Cossut J., Defrenne B., Desmedt C., Ferroul S., Garnet S., 2002. Les corps gras : entre tradition et modernité. Mémoire de Master. Université des sciences et technologie des Lille. France. P19-20.

Cuvelier M.E., Maillard M.N., 2012. Stabilité des huiles alimentaires au cours de leur stockage. OCL VOL. N°2. France. P127-128.

Dandjouna A., Tchiegang C., Parmentier M., 2008. Evaluation de quelques paramètres de qualité physico-chimique de l'huile de la pulpe des fruits de *Canarium schweinfurthii* Engl au cours du stockage. Int. J. Biol. Chem. Sci. 2(3) : 249-257. P : 251-253.

DG/SANCO., 2006. Etiquetage : compétitivité, information des consommateurs et amélioration de la réglementation communautaire. COMMISSION EUROPEENNE. P : 2.

Djioua T., Hadouchi S., 2003. Stabilité de l'huile de tournesol à différentes conditions de stockage et d'emballage. Mémoire d'ingénieur en Technologie Alimentaire. Université Mouloud Mammerie de Tizi Ouzou (UMMTO). P 49.

El Antari A., El Moudni A., Ajana H., Marion C., Peres S., Profitt A., Ambrosino M.L., Sacchi R., 2003. Vers une appellation d'origine contrôlée Caractérisations chimiques et

organoleptiques des huiles d'olive issues d'une région de la zone Sud du Maroc. New Medit N. 4/ 2003. P37.

Gbassi K.G., Amin N.C., Bony F.N., Dosso E.O., Yolou S.F., Ake M., 2006. Etude de la migration des antioxydants des emballages plastiques à usage alimentaire. EDUCL. Vol.7, n°1- 2006. P76.

Gélinas L., 2013. Plastique biosourcés : étude de leur performance environnementale comparativement aux plastiques pétrochimiques. Grade de maître en environnement (M.Env). Université de Sherbooke. P1.

Gharby S., 2012. Contribution à la valorisation de l'huile d'argane Influence de l'origine du fruit (terroir, forme) et de la méthode d'extraction sur la composition chimique, les caractéristiques organoleptiques et la stabilité de l'huile d'argane. Thèse de Doctorat en Chimie Organique. Spécialité : phytochimie. Université Mohammed V- Agdal. Maroc. P63-98.

Haddam M., Chimi H., Amine A., 2014. Formulation d'une huile d'olive de bonne qualité. OCL. 2014. 2 (5) D 507. P 4.

Hamani A.B., Elkarari H., Gigon J., Girardon S., Prost-Dumont S., 2006. Interaction matériaux-aliments. Interaction matériaux aliments : valorisation scientifique ou marketing ? Master professionnel QUALIMAPA. P 28-38.

Hamia C., 2007. Contribution à la composition et à l'étude chimique de l'huile de fruit de l'Arganier « Argania spinosa ». Mémoire de Magister en Chimie. Option : Chimie organique physico-chimie et moléculaire. Université Kasdi Merbah Ouargla. P86.

Hilan C., Fannous H., Francis R., 2001. Evaluation de la qualité des huiles d'olive vierges par rapport aux types de récipients utilisés durant le stockage. Annales de Recherche Scientifique N°3 (2001), P 141-156.

INRA., 1998. Emballages plastiques alimentaires et sécurité de consommateur. Direction de l'information et de communication- 147, rue de l'université- 75338. Paris codex 07.

Jahouach W., 2002. Décoloration des huiles végétales sur des argiles étude de la stabilité physico-chimique des huiles décolorées. Mémoire pour l'obtention du diplôme d'études approfondies en Chimie Organique. Université de Sfax. P19.

Janati Idrissi I., Rahmani M., Souizi A., 2012. Etude du mécanisme de désactivation de l'oxygène singulet par les polyphénols lors de la photooxydation de l'huile d'olive. Al Awamia 125-126. P 46-53.

- Jeant R., Grogennec T., Schuch P., Brule G., 2007.** Science des aliments ; biochimie, microbiologie, procédés produits. Lavoisier. Volume 2 technologie des produits alimentaires. Paris. P 407- 436.
- Kahouli I., 2010.** Effet antioxydant d'extraits de plantes (*Laurus nobilis* L., *Rosmarinus officinalis*, *Origanum majorana*, *Oléa Europea* L.) dans l'huile de canola chauffée. Pour l'obtention du grade de Maître es sciences (M.Sc.). Université Laval. Québec. P18-21.
- Khelif M., Ayadi M., Gratikammoun N., Hamdi M. T., 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 (1 et 2). P24-28.
- Kouame A.E.F., 2004.** Etude de la migration des antioxydants phénoliques dans les boissons en sachet (Abidjan-Cote D'ivoire). Thèse de doctorat en pharmacie. Université Cheikh Anta Diop de Dakar. N° 26. P 39-40.
- Kouidri M., 2008.** Extraction et caractérisation physico-chimique de l'huile d'organe provenant d'arbres cultivés dans deux régions de l'Algérie (Tindouf et Mostaganem). Mémoire de Magister en Sciences Alimentaires. Université Hassiba Ben Bouali – Chlef. P 62-67.
- LNE., 2013.** Exigences réglementaires européennes des matériaux et objets destiné au contact avec les aliments pour les emballages, articles culinaires, équipements de l'agroalimentaire et tout objet destiné au contact avec les aliments. Laboratoire National de métrologie et d'Essais. 29, Avenue Roger Hennequin 78197 TRAPPES codex (France). P16.
- LNE., 2014.** Phénomène de migration des matières plastiques au contact des aliments et réglementation. Intervention de Patrick Sauvegrain (Laboratoire Nationale de métrologie et d'Essais). Paris. P1.
- Manalili N.M., Dorado M.A., Van Otterdijk R., 2014.** Solutions d'emballage alimentaire adaptées aux pays en développement. SAVE FOOD. Nouvelle édition FAO. Allemagne. P4.
- Mazouzi R., Khalidj B., Karas A., Kellaci A., 2014.** Régénération des huiles lubrifiantes usagées par processus de traitement à l'acide. Revue des Energie Renouvelables Vol. 17 N°4 (2014) 631 – 637. P632-633.
- Meftah H., Latrache H., Hamadi F., Hanine H., Zahir H., El Louali., 2014.** Comparaison des caractéristiques physicochimiques des huiles d'olives issues de différentes zones de la région Tadla Azilal (Maroc) [Comparison of the physico-chemical characteristics of the olive oil coming from different zones in Tadla Azilal area (Morocco)] J. Mater. Environ. Sci. 5 (2) (2014) 641-646. P144.

- Merouane A., Noui A., Medjahed H., Nedjari Benhadj Ali K., Saadi A., 2014.** Activité antioxydante des composés phénoliques d'huile d'olive extraite par méthode traditionnelle. *Int. J. Biol. Chem. Sci.* 8(4): 1865-1870. P1867.
- Multon J.L., Bureau G., 1998.** L'emballage des denrées alimentaires de grande consommation. Collection sciences et techniques agroalimentaires. Lavoisier. Paris. P77-967.
- Ndzouli Ngdo P., 2011.** Sécurité alimentaire : Evaluation du taux de rancissement des huiles alimentaires (cas des huiles de fritures). Mémoire présenté en vue de l'obtention du Diplôme de Professeur de l'Enseignement Secondaire Général deuxième grade (DI.P.E.S. II). Université de Yaounde I. P35.
- Ouaouich A., Chimi H., 2007.** Guide du producteur de l'huile d'olive. Organisation des Nations Unies pour le développement industriel, Vienne. P 11-29.
- Pennarum P.Y., 2005.** Migration à partir de bouteilles en PET recyclé. Elaboration et validation d'un modèle applicable aux barrières fonctionnelles. Thèse de Doctorat en Chimie. Université de Reims Champagne-Adrenne. France. P25.
- SEKOUR B., 2012.** Phytoprotection de l'huile d'olive vierge (HOV) par ajout des plantes végétales (thym, ail, romarin), thèse d'ingénieur, université M'Hemed Bougara, Boumerdes. P 36-62.
- Serroukh I., 2013.** Détermination de la teneur en alkyles esters dans les huiles d'olive vierge extra. Licence Professionnelle en Agroalimentaire. Université Abdelmalek Essaâdi. Maroc. P 26.
- Tanouti K., Elamrani A., Serghini-Caid H., khalid A., Bahetta Y, Benali A., Harkous M., Khiar M., 2010.** Caractérisation d'huiles d'olive produites dans des Coopérative pilotes (lakrarma et kenine) au niveau du Maroc Oriental. Les technologies de laboratoire, Volume 5, N°18. P19.
- Tanouti K., Serghini-caid H., Chaieb E., Benali A., Harkous M., Etelamrani A., 2011.** Amélioration qualitative d'huiles d'olive produites dans le Maroc oriental. Les technologies de laboratoire, volume 6, n°22. P2-9.
- Veillet S., 2010.** Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : Entre Tradition et Innovation. Thèse de doctorat en Sciences, l'Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse. Spécialité chimie. P1- 35.

Annexe01 : 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 5 à 10 g d'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 02 : Détermination de l'absorbance en ultraviolet.

Matériels :

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

Réactifs :

- Hexane pur.

Mode opératoire :

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

Annexe 03 : Détermination de l'acidité.

Matériels :

- Balance analytique
- erlen –meyer
- Burette de 25ml.

Réactifs :

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

Mode opératoire :

- Peser 10g d'huile dans un erlen –meyer ;
- Ajouter 50ml d'éthanol à 96 % ;
- Agiter énergiquement jusqu'à la dissolution du corps gras (huile) ;
- Titrer par une solution de KOH à 0,1 N ; en présence de 0,3ml de phénophtaléine ; jusqu'à l'apparition de la couleur rose persistante pendant 10 secondes ;
- Détermination le volume (V) de la solution titrée d'hydroxyde de potassium utilisé.

Annexe 04: Détermination de l'indice de peroxyde.

Matériels :

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

Réactifs :

- Chloroforme
- Acide acétique
- Iodure de potassium KI (solution aqueuse saturée préparée juste avant son emploi (0,5g→ 1ml)
- Empois d'amidon à 1%
- Solution de thiosulfate de sodium($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) à 0,01%

Mode opératoire :

- Peser 2g d'huile dans un ballon ;
- Ajouter 10ml de chloroforme ; puis 15ml d'acide acétique ;
- Additionner 1ml d'iodure de potassium KI (solution aqueuse saturée préparée juste avant son emploi (0,5g → 1ml))
- Boucher aussitôt le ballon ;
- Agiter le mélange pendant 1mn, le laisser à l'abri de la lumière pendant 5mn, à température comprise entre 15°C et 25°C.
- Ajouter 75ml d'eau distillée et titrer avec la solution de thiosulfate de sodium pour passer de la couleur orangée à jaune pâle.
- Ajouter 0,5ml de la solution d'amidon à 1%. Agiter énergiquement, si une couleur violacée apparaît, il y a présence de peroxydes.
- Titre l'iode libéré jusqu'à la décoloration complète avec la solution de thiosulfate de sodium à 0,01N, soit V ce volume ;
- Faire en parallèle un essai à blanc sans matière grasse.

Annexe 05 : Détermination de l'indice de saponification.**Réactifs :**

- Acide chlorhydrique HCl à 0,5N
- Potasse alcoolique (KOH) à 0,5N
- Phénophtaléine à 1N

Mode opératoire :

- Peser 2g d'huile et les introduire dans un ballon à col rodé ;
- Ajouter 25ml de potasse alcoolique (KOH) à 0,5N ;
- Porter à ébullition sous réfrigérant à reflux (avec un régulateur d'ébullition), pendant une heure, en agitant temps en temps ;
- Titrer à chaud l'excès d'alcalis de KOH avec l'acide chlorhydrique HCl (0,5N) en présence de phénophtaléine jusqu'à la décoloration complète ;
- Effectuer l'essai à blanc dans les mêmes conditions.

Annexe 06 : Détermination de la teneur en composés phénoliques.**Réactifs :**

- Hexane
- Solution méthanol/eau (60/40)
- Eau distillée
- Folin ciocalteu
- Solution de bicarbonate de sodium à 35%
- Acide gallique

Préparation de la gamme étalon de l'acide gallique

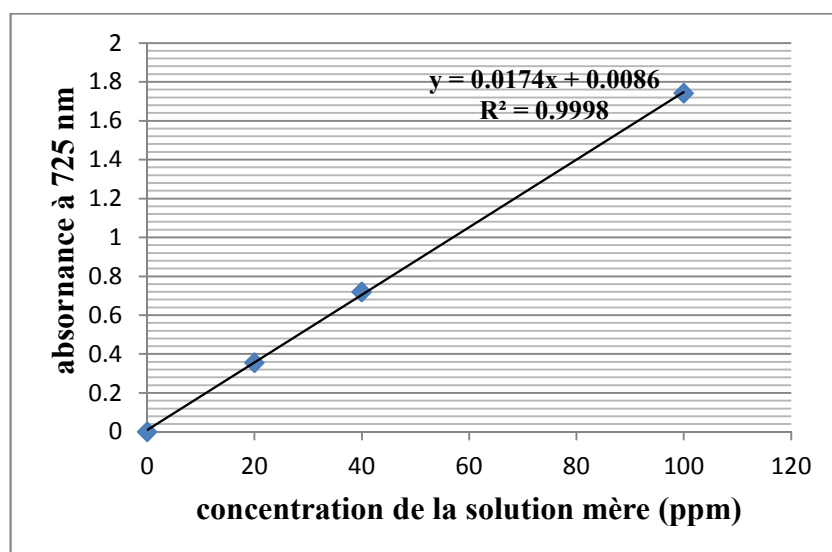
- Préparer une solution mère d'acide gallique à une concentration de 100ppm (0.01g d'acide gallique dans 100g de la solution méthanol/eau 60/40).
- Préparer à partir de la solution mère, des solutions diluées de 5 ml aux concentrations suivantes : 100 ppm, 80ppm, 60ppm, 40ppm et 20ppm.
- Ajouter à chaque solution 0.5ml du Folin ciocalteu.
- Ajouter 5ml 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 725nm.
- Réaliser en parallèle un essai à blanc.

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

- Peser 2.5g d'huile d'olive, ajouter 5ml d'hexane et 5ml de la solution méthanol/eau (60/40).
- Agiter vigoureusement pendant 2 mn et laisser reposer jusqu'à séparation de deux phases (environ 5 minutes).
- 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, 5ml d'eau distillée et 1ml de la solution de bicarbonate de sodium.
- Laisser reposer pendant 2 heures à l'abri de la lumière.
- Mesurer l'absorbance à 725nm.

Les résultats sont exprimés en mg d'acide gallique par kg de l'huile en se référant à une courbe étalon obtenue à partir de concentrations croissantes d'acide gallique allant de 0mg/kg à 100mg/kg.

Annexe 07 : La courbe d'étalonnage des poly phénols.



Annexe 08: Détermination de la chlorophylle.

Réactif :

- Cyclohexane.

Mode opératoire :

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

Annexe 09: Détermination de caroténoïdes :

Mode opératoire :

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

Annexe 10 : Détermination de la composition en acides gras :

Réactifs

- Méthanol.
- Heptane pour chromatographie
- Hydroxyde de potassium, solution méthanolique d'environ 2N.

Mode opératoire

- ✓ **Préparation des esters méthyliques**

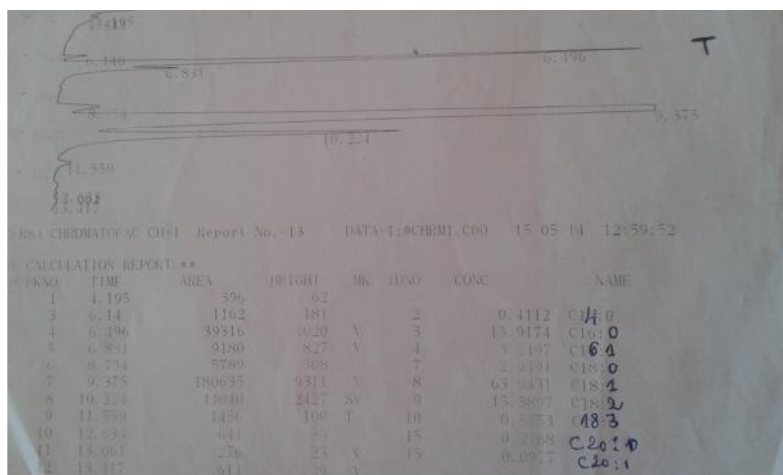
- Peser 0,1g de l'échantillon d'huile dans un tube à bouchon vissant muni d'un joint ;
- Ajouter 2ml d'heptane ou d'hexane et agiter ;
- Ajouter 0,2ml de la solution méthanolique d'hydroxyde de potassium à 2N.
- Fermer le tube avec le bouchon, l'agiter énergiquement pendant 30secondes.
- Laisser reposer jusqu'à ce que la partie supérieure de la solution devienne claire.
- Décanter la couche supérieure, qui est celle qui contient les esters méthyliques.
- La solution est prête pour l'injection dans le chromatographe.

Les conditions opératoires pour l'analyse des acides gras par la CPG.

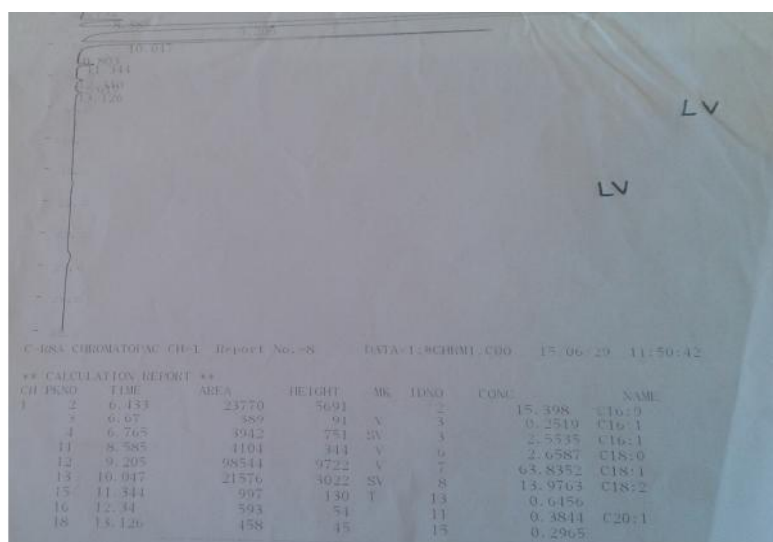
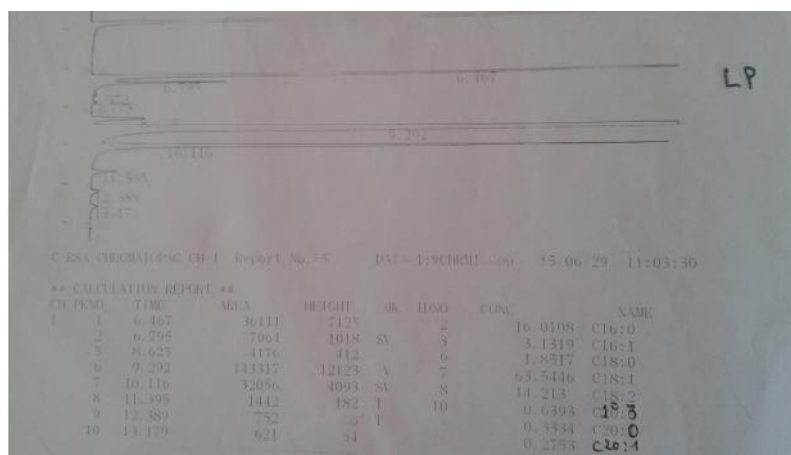
Conditions chromatographiques pour esters méthyliques des huiles	
Chromatographe	Chrompack CP 9002
Détecteur	FID (280 C°)
Injecteur	SPLIT 1/100 (250 C°)
Gaz vecteur	Azote
Colonne capillaire	Cp Sil 8 CB (5% Phenyl + 95% dimethylpolysiloxane)
Longueur	30m
Diamètre intérieur	0,32mm*0.25 UM
Epaisseur	0,25µm
Injecteur	250°C
Détecteur	280°C
Four	190°C
Quantité injectée	0,5 µl
Vitesse du papier	0,5 cm/mn

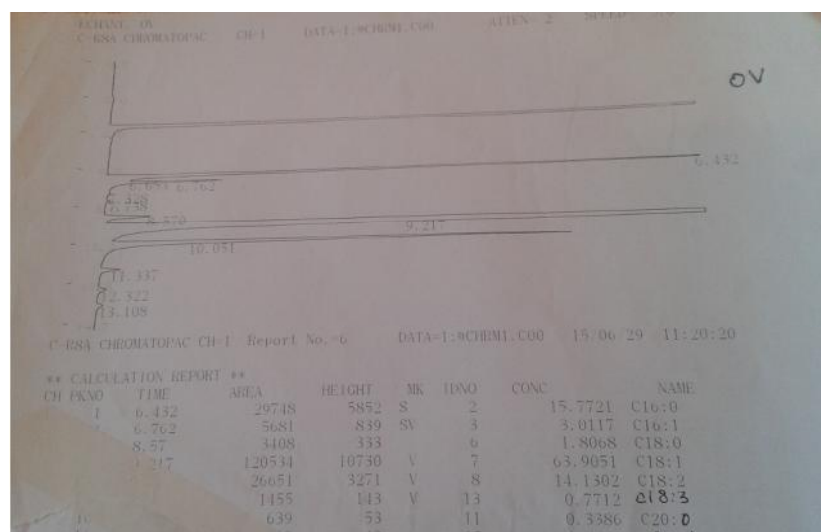
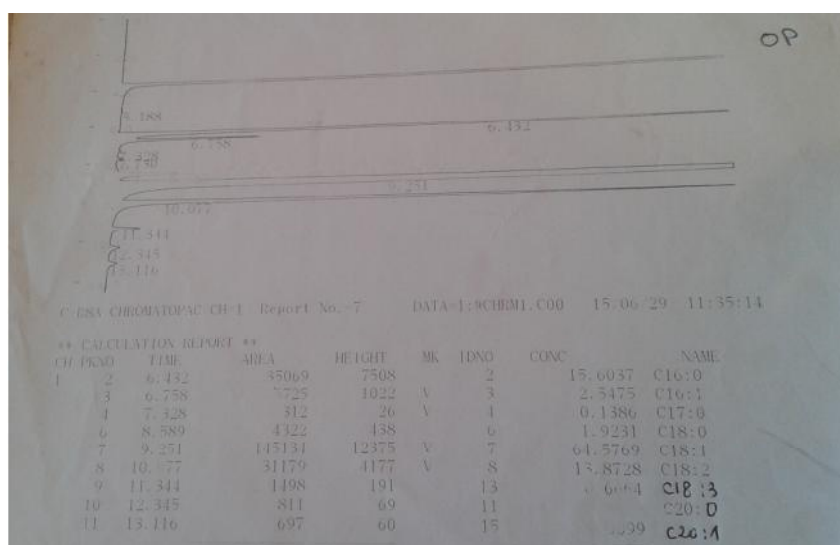
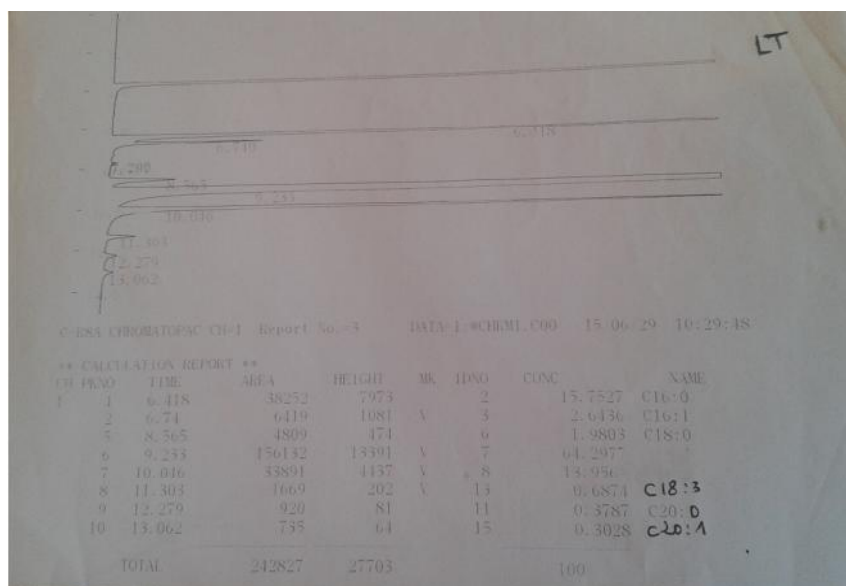
Annexe 11 : Les résultats de l'analyse de la chromatographie en phase gazeuse

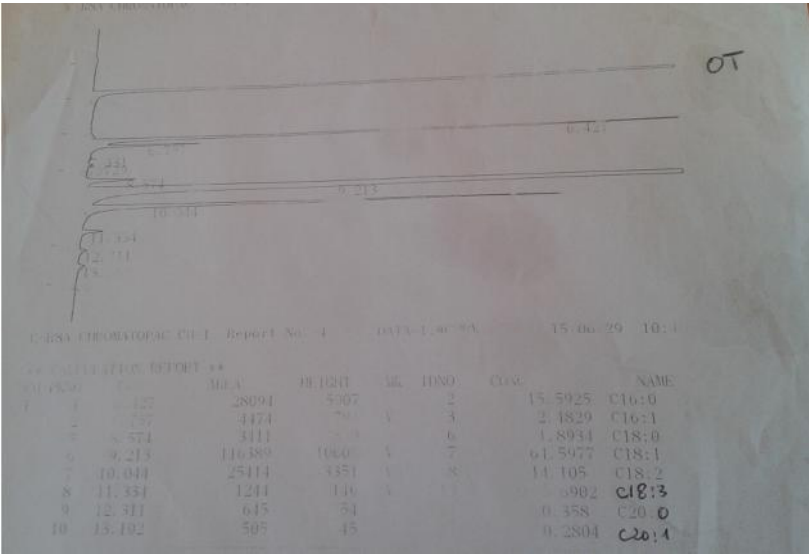
*Les résultats avant conditionnement.



*Les résultats après trois mois de conservation.







Annexe 12 : Analyse de la variance de la teneur en eau et matière volatile des échantillons d'huile d'olive vierge.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,128	17	0,008				
VAR.F 1	0,028	2	0,014	2,65	0,11015		
VAR.F 2	0,019	1	0,019	3,582	0,08004		
VAR. F1*2	0,019	2	0,01	1,873	0,19485		
VAR.RESIDUELLE 1	0,062	12	0,005			0.072	28,94%

Annexe 13 : analyse de la variance de la densité de l'huile d'olive vierge en fonction de l'emballage et les conditions de stockage (lumière, obscurité).

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,003	17	0				
VAR.F 1	0,001	2	0	2,047	0,17065		
VAR.F2	0	1	0	0,816	0,38747		
VAR. F1*2	0,001	2	0	2,502	0,12221		
VAR.RESIDUELLE 1	0,002	12	0			0,011	1,23%

Annexe 14 : analyse de la variance de l'acidité de l'huile d'olive en fonction de l'emballage et les conditions de stockage (lumière, obscurité).

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,175	17	0,01				
VAR.F 1	0,044	2	0,022	2,581	0,11556		
VAR.F 2	0,025	1	0,025	3,004	0,10561		
VAR.F1*2	0,004	2	0,002	0,251	0,7842		
VAR.RESIDUELLE 1	0.102	12	0.008			0.092	5.48%

Annexe 15 : analyse de la variance de l'indice de peroxyde de l'huile d'olive vierge.

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	189,111	17	11,124				
VAR.F 1	87,194	2	43,597	27,779	0,00004		
VAR.F 2	40,5	1	40,5	25,805	0,00031		
VAR. F1*2	42,583	2	21,292	13,566	0,0009		
VAR.RESIDUELLE 1	18,833	12	1,569			1,253	11,68%

Test de NEUMAN-KEULS au seuil 5% pour l'indice de peroxyde.

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
3.0	emb3	13,75	A	
1.0	emb1	9,833		B
2.0	emb2	8,583		B

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
3.0	emb3	13,75	A	
1.0	emb1	9,833		B
2.0	emb2	8,583		B

F1 F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
3.0 1.0	emb3 lumière	17,333	A	
1.0 1.0	emb1 lumière	10,833		B
3.0 2.0	emb3 obscurité	10,167		B
1.0 2.0	emb1 obscurité	8,833		B
2.0 2.0	emb2 obscurité	8,667		B
2.0 1.0	emb2 lumière	8,5		B

Annexe 16 : 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	744,48	17	43,793				
VAR.F 1	10,492	2	5,246	0,111	0,89513		
VAR.F2	166,199	1	166,199	3,529	0,08205		
VAR. F1*2	2,622	2	1,311	0,028	0,97321		
VAR.RESIDUELLE 1	565,168	12	47,097			6,863	3,68%

Annexe 17 : valeurs moyennes de la teneur en composés phénoliques de l'huile d'olive vierge

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	448,85	17	26,403				
VAR.F 1	10,033	2	5,016	0,236	0,79538		
VAR.F 2	123,653	1	123,653	5,816	0,03153		
VAR.F1*2	60,027	2	30,013	1,412	0,28144		
VAR.RESIDUELLE 1	255,137	12	21,261			4,611	8,17%

Test de NEUMAN-KEULS au seuil 5% de la teneur en composées phénoliques.

F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
2.0	obscurité	59,091	A	
1.0	lumière	53,849		B

Annexe 18 : analyse de la variance de la teneur en chlorophylle de l'huile d'olive vierge

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	9,477	17	0,557				
VAR.F1	2,05	2	1,025	23,546	0,00009		
VAR.F 2	6,095	1	6,095	140,035	0		
VAR F1*2	0,81	2	0,405	9,309	0,00373		
VAR.RESIDUELLE 1	0,522	12	0,044			0,209	21,56%

Test de NEUMAN-KEULS au seuil 5% de la teneur en chlorophylle.

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
3.0	emb3	1,272	A	
2.0	emb2	1,133	A	
1.0	emb1	0,497		B

F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
2.0	obscurité	1,549	A	
1.0	lumière	0,386		B

F1 F2	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES			
2.0 2.0	emb2 obscurité	1,957	A			
3.0 2.0	emb3 obscurité	1,886	A			
1.0 2.0	emb1 obscurité	0,804		B		
3.0 1.0	emb3 lumière	0,658		B	C	
2.0 1.0	emb2 lumière	0,309			C	D
1.0 1.0	emb1 lumière	0,19				D

Annexe 19 : analyse de la variance de la teneur en caroténoïde de l'huile d'olive vierge

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,223	17	0,013				
VAR.F1	0,039	2	0,019	1,517	0,25825		
VAR.F2	0,026	1	0,026	2,052	0,17488		
VAR F1*2	0,006	2	0,003	0,227	0,80197		
VAR.RESIDUELLE 1	0,152	12	0,013			0,113	18,99%