

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou
Faculté des sciences biologiques et des sciences Agronomiques



Département d'agronomie

Mémoire de Fin de cycle

En vue de l'obtention du diplôme de Master en Sciences Alimentaires
Option : Sécurité Agro-alimentaire et Assurance Qualité

Thème

Effet du traitement thermique sur les caractéristiques physico-chimiques d'huile d'olive " moderne "

Réalisé par

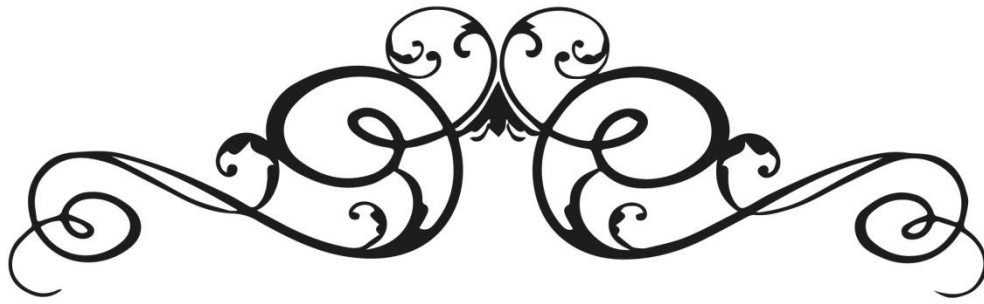
M^{elle} AMIMER Lynda

Mme YAZID Anissa

Devant le jury

M. SADOUDI R	Prometteur	Maître de conférences classe A à l'UMMTO
M. BENGANA M	Président	Maître de conférences classe B à l'UMMTO
M. SI TAYEB H	Examineur	Maître de conférences classe B à l'UMMTO

Année universitaire 2020/2021



Remerciements

Nous remercions Dieu Tout Puissant de nous avoir donné la force, le courage et la patience pour l'élaboration de ce modeste travail.

Nous remercions nos parents pour leurs sacrifices « Merci d'être ce que vous êtes ».

Nous remercions notre encadreur Monsieur « SADOUDI Rabah » pour son encadrement, sa disponibilité, sa patience, son aide, ses conseils, ainsi qu'à ses qualités relationnelles et humaines.

Merci d'avance aux membres du jury, qui nous ont honorés de leur participation et attention portées à notre mémoire de fin d'études.

Enfin, nos remerciements à tous proches et amis qui ont contribué de près et de loin à la réalisation de ce travail avec générosité et un égard exemplaire.





Dédicaces

Avec l'aide de Dieu le Tout puissant est enfin
achevé ce travail

Je dédie ce modeste travail à

Mon très cher papa, pour son soutien, son
affection et la confiance qu'il m'a accordé

Ma chère maman, pour son amour, ses
encouragements et ses sacrifices

Ma chère sœur Tassadit

Mon petit frère Mohamed

Tous mes amis (es) et à tous ceux qui
m'aiment et que j'aime.



Lynda



Dédicaces

Je dédie ce travail à
A mes chers parents pour leur amour, soutien
et encouragements durant toutes mes années
d'études, que dieu les protège.

A ma chère sœur Dehbia et mon cher frère
Toufik

A mon mari Juba

A mes chères amies

A la promotion « Master II sécurité
agroalimentaire et contrôle de qualité »

2020-2021



Anissa

Résumé

Nous nous sommes intéressés dans cette étude à l'huile d'olive extraite selon la technologie moderne à trois phases. Cette huile a été soumise à un chauffage à 180°C pendant 8 heures en continue dans une friteuse à couvercle fermé. L'évolution des critères de qualité de cette huile a été suivie. En se référant aux normes du Conseil Oléicole Internationale, cette huile est classée dans la catégorie des huiles vierges courantes. Son acidité et son indice de peroxydes sont estimés respectivement à 2.71% et 20 meq.O₂/kg. L'élévation de ces deux paramètres pourrait être due à la forte teneur en eau de cette huile qui est de 11,04%.

Pendant le traitement thermique, l'altération de l'huile est accentuée. Des valeurs maximales de l'acidité et de l'indice de peroxydes ont été enregistrées après 2 heures de chauffage. Ainsi, pour produire une huile de qualité, il est indispensable de maîtriser les conditions de récolte, de trituration et de stockage des olives. A cet effet, il faut sensibiliser les agriculteurs pour améliorer les pratiques et les techniques culturales, et aussi les propriétaires des huileries modernes en ce qui concerne le stockage, la transformation, et la conservation de l'huile.

Mots clés : huile d'olive, qualité, chauffage, technologie moderne, normes, stockage.

Abstract

We were interested in this study with olive oil extracted using modern three-phase technology. This oil was subjected to heating at 180 ° C for 8 hours continuously in a closed-lid fryer. The evolution of the quality criteria of this oil was monitored. By referring to the standards of the International Olive Council, this oil is classified in the category of common virgin oils. Its acidity and peroxide number are estimated at 2.71% and 20 meq.O₂/kg respectively. The increase in these two parameters could be due to the high water content of this oil which is 11.04%.

During the heat treatment, the deterioration of the oil is accentuated. Maximum values of acidity and peroxide number were recorded after 2 hours of heating. Thus, to produce quality oil, it is essential to control the conditions for harvesting, crushing and storing olives. To this end, it is necessary to sensitize farmers to improve cultivation practices and techniques, and also the owners of modern oil mills with regard to the storage, processing, and conservation of oil.

Keywords: Olive oil, quality, heating, modern technology, standards, storage

Liste des abréviations

AFNOR : Agence Française de Normalisation

AG : Acide Gras

AGI : Acide Gras Insaturé

AGL : Acide Gras Libre

AGMI : Acide Gras Mono-insaturé

COI : Conseil Oléicole International

C.PO : Centpoise

DSA : Direction des services agricoles

HDL : High Density Lipoprotein

HZ : Hertz

I_i : Indice d'Iode

K : Constante de viscosité

KI : Iodure de Potassium

KOH : Hydroxyde de Potassium

LDL : Low Density Lipoprotein

Meq : milliéquivalent

nm : nanomètre

P : Probabilité

W : Watt

μ : Viscosité

ρ_f : Densité de la balle de métal

ρ : Densité de l'huile

Liste des figures

Figure 1. Olivier	6
Figure 2. Fruit d'olivier : olives	7
Figure 3. Schéma d'une coupe transversale d'une olive	8
Figure 4. Huile d'olive.	13
Figure 5. Technique traditionnelle d'extraction d'huile d'olive.	22
Figure 6. Technique moderne d'extraction de l'huile d'olive.	24
Figure 7. Schéma simplifié de l'auto-oxydation des lipides	29
Figure 8. Friteuse électrique de marque <i>Brandt</i>	34
Figure 9. Les échantillons prélevés à déferente temps de traitement thermique.....	35
Figure 10. Etuve utilisé dans l'étude.....	38
Figure 11. Balance analytique (de précision).	39
Figure 12. Evolution de l'acidité de l'huile d'olive au cours de chauffage.	43
Figure 13. Evolution de l'indice de peroxyde de l'huile d'olive au cours de chauffage.....	44
Figure 14. Evolution de l'indice d'iode de l'huile d'olive au cours du chauffage.	46
Figure 15. Evolution de l'humidité de l'huile d'olive au cours de chauffage.	47
Figure 16. Evolution de la densité de l'huile d'olive au cours du chauffage.	49
Figure 17. Evolution de la viscosité de l'huile d'olive au cours du chauffage.	50

Liste des tableaux

Tableau I. Composition physique de l'olive en %	8
Tableau II. Composition chimique de l'olive (en %).	8
Tableau III. Production mondiale de l'huile d'olive (t) par pays.	9
Tableau IV. Classification des huiles d'olive	14
Tableau V. Composition en triglycérides de l'huile d'olive	15
Tableau VI. Composition en acides gras d'une huile d'olive	15
Tableau VII. Evolution de l'acidité de l'huile d'olive au cours du chauffage.....	42
Tableau VIII. Evolution de l'indice de peroxyde de l'huile d'olive pendant le chauffage.	44
Tableau IX. Evolution de l'indice d'iode de l'huile d'olive chauffée pendant le stockage.....	45
Tableau X. Evolution de l'humidité de l'huile d'olive pendant le chauffage.	46
Tableau XI. Evolution de la densité de l'huile d'olive au cours du chauffage.	48
Tableau XII. Evolution de la viscosité de l'huile d'olive pendant le chauffage.....	50
Tableau XIII. Analyse de la variance de l'acidité de l'huile étudiée.	57
Tableau XIV. Analyse de la variance de la densité de l'huile étudiée.....	57
Tableau XV. Analyse de la variance de viscosité d'huile étudiée.	57

Sommaire

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

Première partie : Etude bibliographique

I. Olivier et olive	5
I.1. Généralités sur l'olivier.....	5
I.1.1. Historique.....	5
I.1.2. Origine botanique.....	5
I.1.3. Description	5
I.1.4. Cycle de développement	6
I.2. Généralités sur l'olive	6
I.2.1. Description	6
I.2.2. Composition	8
I.3. Verger oléicole	9
I.3.1. Oléiculture dans le monde.....	9
I.3.2. Oléiculture en Algérie	10
I.3.3. Production oléicole dans la wilaya de Tizi-Ouzou	10
II. Huile d'olive.....	13
II.1. Définition.....	13
II.2. Classification	13
II.2.1. Huiles d'olive vierges	13
II.2.2. Huile d'olive raffinée.....	14
II.2.3. Huile d'olive coupée.....	14
II.2.4. Huile de grignons d'olive	14
II.3. Composition chimique de l'huile d'olive	14
II.3.1. Fraction saponifiable	15
II.3.2. Fraction insaponifiable	16
II.4. Bienfaits de l'huile d'olive	18
II.4.1. Acide oléique	18
II.4.2. Polyphénols.....	18
II.4.3. Tocophérols	18
II.4.4. Chlorophylle	18
II.5. Critères de qualité	18
II.5.1. Acidité.....	18
II.5.2. Indice de peroxyde.....	19

II.5.3. Absorbance spécifique dans l'Ultraviolet.....	19
III. Technologie oléicole.....	21
III.1. Etapes d'élaboration de l'huile d'olive	21
III.1.1. Opérations préliminaires	21
III.1.2. Préparation de la pate	22
III.1.3. Systèmes d'extraction d'huile d'olive.....	23
III.1.4. Séparation des phases liquides	23
III.1.5. Sous-produits de la transformation des olives.....	24
III.1.6. Restes végétaux et terreux.....	25
III.1.7. Stockage	25
IV. Oxydation des lipides.....	27
IV.1. Introduction	27
IV.2. Différents types d'altération des lipides.....	27
IV.2.1. Hydrolyse	27
IV.2.2. Polymérisation.....	28
IV.2.3. Oxydation des lipides.....	28
IV.3. Mécanismes généraux de l'oxydation des lipides.....	28
IV.3.1. Oxydation enzymatique	29
IV.3.2. Auto-oxydation	29
IV.3.3. Oxydation par l'oxygène singulet	29
IV.4. Mécanismes réactionnels	29
IV.4.1. Initiation	30
IV.4.2. Propagation	30
IV.4.3. Terminaison.....	30
IV.5. Facteurs influençant l'oxydation des lipides.....	30
IV.5.1. Influence de la température.....	31
IV.5.2. Influence de l'oxygène.....	31
IV.5.3. Influence des traces métalliques.....	31
IV.5.4. Influence de la lumière.....	31

Deuxième partie : Etude expérimentale

Matériel et méthodes.....	34
I. Objectif d'étude	34
II. Préparation des échantillons	34
II.1. Procédé du chauffage.....	34
II.2. Echantillonnage	35

III. Analyses physico-chimiques.....	36
III.1. Analyses chimiques.....	36
III.1.1. Acidité (A%)	36
III.1.2. Indice de peroxyde	37
III.1.3. Indice d'iode.....	37
III.2. Analyses physiques	38
III.2.1. Teneur en eau et matières volatiles	38
III.2.2. Densité.....	39
III.2.3. Viscosité	39
IV. Analyses statistiques	40
Résultats et discussion.....	42
I. Analyses physico-chimiques.....	42
I.1. Analyses chimiques.....	42
I.1.1. Acidité.....	42
I.1.2. Indice de peroxyde	43
I.1.3. Indice d'iode	45
I.2. Analyses physiques	46
I.2.1. Teneur en eau (Humidité)	46
I.2.2. Densité	48
I.2.3. Viscosité.....	50
Conclusion générale	53
Annexes	
Références bibliographiques	



Introduction générale



Introduction générale

Il y a cinq mille ans, l'olivier (*Olea europaea*) est cultivé sur la rive orientale de la Méditerranée et les olives sont pressées pour en extraire l'huile. Depuis, l'huile d'olive a joué un rôle essentiel dans l'histoire de l'homme sous l'angle religieux, socioculturel, médical et nutritionnel (*STEFANODAKI et KOUTSAFTAKIS, 1995*).

L'huile extraite à partir d'olives fraîches se distingue par son goût particulier à la fois fruité et amer. A l'état « vierge », cette huile retient ses vitamines, garde sa composition en acides gras essentiels et en d'autres constituants naturels mineurs participant aux vertus nutritionnelles spécifiques et thérapeutique (*CAVUSOGULC et OKTAR, 1994*).

L'huile d'olive est un constituant clé du régime alimentaire méditerranéen. Elle est préconisée par de nombreux diététiciens, ce qui a suscité l'intérêt des chercheurs pour déterminer ses vertus médicinales et cosmétiques.

En plus de l'authenticité de l'huile, le terme de la « qualité » englobe de nombreuses caractéristiques chimiques, physiques et organoleptiques qui peuvent être mesurées par des méthodes d'analyses standards.

La qualité de l'huile d'olive ne dépend pas seulement des pratiques de cultures, de l'époque de récolte et des techniques de récoltes et post-récolte utilisées mais aussi de la variété (*DUGO et al., 2004*). En effet, ce sont les caractères génétiques qui influent sur la résistance ou la sensibilité des olives aux maladies, aux ravageurs et aux aléas climatiques et qui déterminent de près la qualité de l'huile (*TORREST et MAESTRI, 2006*).

L'une des principales causes de perte de la qualité de l'huile d'olive est l'oxydation. Parmi les facteurs influençant la composition et la stabilité à l'oxydation des huiles d'olives, la méthode d'extraction et les conditions de stockage jouent le rôle essentiel dans la qualité. L'oxydation a lieu quand les acides gras insaturés sont exposés à l'air, soit en présence de lumière (photo-oxydation) ou dans l'obscurité (auto-oxydation) et également par l'effet des enzymes (oxydation enzymatiques) (*ZOUGAB, 2016*).

L'huile d'olive est considérée comme résistante à l'oxydation par rapport à d'autres huiles végétales en raison de sa faible teneur en acides gras polyinsaturés, et de la présence d'antioxydants naturels. Ceux-ci comprennent les caroténoïdes, les tocophérols et des composés phénoliques qui peuvent agir, par des mécanismes différents, à conférer un système de défense efficace contre les attaques des radicaux libres. L'abondance de l'acide oléique, de 56 à 84% des acides gras totaux, est la caractéristique qui définit l'huile d'olive qui se distingue des autres huiles végétales.

L'objectif de cette étude consiste à évaluer les changements des caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive extraite selon la technologie moderne. Ces échantillons d'huile ont été soumis à un

chauffage à 180°C pendant 8 heures en continue. Des échantillons ont été prélevés après 30 minutes, 2 heures, 4 heures, 6 heures et 8 heures de traitement thermique. L'évolution de la qualité de cette huile pendant le chauffage est suivie en déterminant quelques critères physico-chimiques tels que : l'acidité, l'indice d'iode, l'indice de peroxyde, la teneur en eau (humidité), viscosité, densité et le taux de composés phénoliques.



Première partie

Etude
bibliographique



Chapitre I

Olivier et olive



I. Olivier et olive

I.1. Généralités sur l'olivier

I.1.1. Historique

La culture de l'olivier est très ancienne. Son histoire se confond avec celle du bassin méditerranéen, elle est apparue progressivement 10 000 ans avant notre ère (CHEVALIER, 1948).

L'origine de l'olivier se situe en Asie mineure depuis six mille ans avant J.C. Il est apparu en premier temps en Palestine, la Syrie et le Liban. La culture de l'olivier a poursuivi son expansion en dehors de la Méditerranée avec la découverte de l'Amérique en 1492. L'olivier est retrouvé au Mexique, puis au Pérou, en Californie, au Chili et enfin en Argentine (CHEVALIER, 1948).

Au cours des périodes plus récentes, l'olivier est connu en Afrique du Sud, en Australie, au Japon et en Chine. L'olivier reste cependant une culture méditerranéenne par excellence. Peu à peu, au gré des mouvements et des conquêtes, l'olivier se répandit sur tout le pourtour méditerranéen : Italie, Espagne, Algérie, Tunisie, Maroc... (BRETON *et al.*, 2006).

I.1.2. Origine botanique

L'olivier (figure 1) est un arbre de la famille des *Oléacées* comprenant 20 à 29 genres, dont le genre *Olea* composé, lui, de 30 espèces différentes.

L'espèce *Olea europaea* a longtemps été subdivisée en deux sous-espèces : *Olea europaea* var. *europaea* pour l'olivier domestique, et *Olea europaea* var. *sylvestris* (Mill). Lehr pour l'*oléastre*, ou olivier sauvage. Cette subdivision est devenue obsolète, divers travaux ayant montré l'absence de frontière entre les populations sauvages et les populations cultivées. (BRETON, 2006). Il existe donc, actuellement, deux grandes populations d'oliviers (*Olea europaea subspeuropaea*) : les populations sauvages qui possèdent une grande diversité génétique ; la population constituée des variétés cultivées, dont le polymorphisme est beaucoup plus faible, bien que le nombre d'arbres soit très important (ANONYME, 2007_a).

I.1.3. Description

L'olivier est un arbre toujours vert, mais d'un vert terre et brun grisâtre ; de la famille des *oléacées*. Il possède un tronc court, gros et tordu et parfois tortueux, et une tête large pourvue de branches hautes de 4 ou 5 mètres.

Les feuilles de l'olivier sont opposées, persistantes et coriaces entières et d'une forme elliptique très étroites et pointues. Elles sont vertes et brillantes par la gerbe, blanchâtres par l'envers. Les fleurs sont blanches et très petites et elles se présentent comme des grappes axillaires. Son fruit,

l'olive, est une drupe de forme ovoïde de 2 à 4 cm de longueur, selon les variétés, de couleur verte jaunâtre, qui devient violet à sa maturité. Sa saveur est amère. (*MARIE LES PINASSE et LE TERME, 2011*).



Figure 1. Olivier

I.1.4. Cycle de développement

De la fleur à l'olive, la fructification passe par trois étapes :

-la floraison : les nouvelles pousses apparaissent en avril. Jusqu'en juin, selon les terroirs, c'est la floraison. Les grappes de fleurs blanches éclosent donnant ainsi des fruits : les olives.

-la nouaison : En juin, commence pour les fleurs fécondes la nouaison, (c'est-à-dire le moment où le noyau du fruit durcit peu à peu). La pulpe du fruit (la drupe), devient charnue.

-la véraison : les olives sont d'abord vert acide, puis vient la véraison, moment où le ton du vert des olives évolue ; les olives vert tendre tournent au vert plus soutenu, au violet à l'automne, et au noir enfin en hiver (*ANONYME, 2007_b*).

I.2. Généralités sur l'olive

I.2.1. Description

Le fruit de l'olivier, l'olive (figure 2), est une drupe charnue ayant une forme plus au moins ovale, à peau lisse. Elle est constituée de l'extérieur vers l'intérieur de trois parties : l'épicarpe, le mésocarpe et l'endocarpe (figure 3) (*FEDELI, 1997*).



Figure 2. Fruit d'olivier : olives

I.2.1.1. Epicarpe

L'épicarpe, composé de l'épiderme et de la cuticule, représente 1 à 3% du poids du fruit. Il est constitué en plus grande partie d'acides gras accompagnés d'alcools et de leurs Esters, des composés aromatiques et des chlorophylles. Sa couleur varie du vert au début de maturation au vert à jaunâtre, rose violacé, violet et noir à pleine maturité. Ces variations de couleur sont liées à la composition en pigments dans le fruit (*CORTESI et al., 2000 ; BIANCHI, 2003*).

I.2.1.2. Mésocarpe

Le mésocarpe, dénommé également la pulpe, représente 70 à 80% du poids du fruit. Il renferme dans une matrice essentiellement protéique une solution aqueuse, dont les solutés sont fondamentalement des sucres, accompagnés d'une série d'acides organiques, de phénols simple et complexes, libres ou liés aux sucres, des composants d'arômes liposolubles.

Le mésocarpe renferme la plus grande partie d'huile (96 à 98%) qui se trouve sous forme libre dans des vacuoles et sous forme liée à l'intérieur du cytoplasme (*CORTESI et al., 2000 ; BIANCHI, 2003 ; EL ANTARI et al., 2003*).

I.2.1.3. Endocarpe

Très caractéristique de la variété, l'endocarpe (noyau) représente 18 à 22% du poids du fruit. Il est composé de deux sous système : le premier constitué par la partie la plus externe de la graine, le second constitué par la matrice protéique, contenant la composante lipidique et la composante hydrophile (*CORTESI et al., 2000 ; BIANCHI, 2003*).

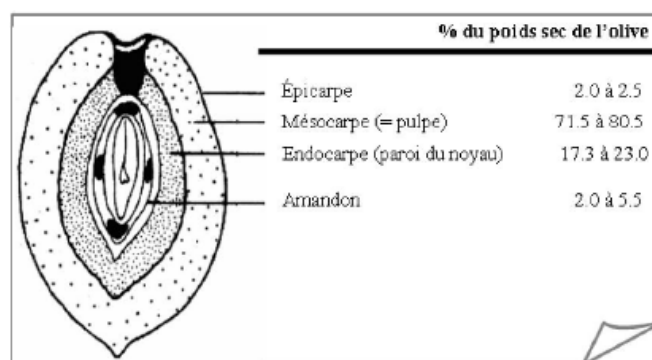


Figure 3. Schéma d'une coupe transversale d'une olive (BIANCHI, 1999).

I.2.2. Composition

I.2.2.1. Physique

La composition physique de l'olive est donnée dans le *Tableau I*.

Tableau I. Composition physique de l'olive en % (NEFZAOU, 1983).

Composition	% du poids de l'olive
Épicarpe	2,0 – 2,5
Mésocarpe (pulpe)	71,5 – 80,5
Endocarpe	17,3 – 23,0
Amandon	2,0 – 5,5

I.2.2.2. Chimique

La drupe est majoritairement composée d'eau, de glucide et d'huile (BOSKOU, 2006 ; GHEDIRA, 2008). Les protéines, la cellulose, les acides organiques, les pigments, les minéraux et polyphénols sont aussi des constituants importants (BOSKOU, 2006). Les olives fraîches peuvent contenir jusqu'à 70% d'eau, 5 – 30% d'huile, 20% de glucides, 6% de celluloses, 1,5% de protéines et 1,5% de minéraux (KAILIS, 2017).

La composition chimique de l'olive est donnée dans le *Tableau II*.

Tableau II. Composition chimique de l'olive (en %) (MAILLARD, 1975).

Partie	Eau	Lipides	Protéines	Glucides	Cendres
Pulpe (épicarpe + Mésocarpe)	24,2	56,40	6,8	9,9	2,66
Coque de noyau	4,2	5,25	15,6	70,3	4,16
Amandon	6,2	12,26	13,8	13,8	2,16

I.3. Verger oléicole

I.3.1. Oléiculture dans le monde

La production mondiale d'huile d'olive pour la campagne 2012/2013 est de 2718000 tonnes (*Tableau III*), soit une diminution de plus de 20% par rapport à l'année 2011/2012 due principalement à une chute importante de la production Espagnole. Les productions de la Tunisie, de la Turquie ainsi que l'Italie et de la Grèce sont quant à elles en légère hausse par rapport à l'année précédente (*AFIDOL, 2013*).

Tableau III. Production mondiale de l'huile d'olive (t) par pays (*AFIDOL, 2011-2013*).

Les pays	Production (t) 2011/2012	Production (t) 2012/2013
Espagne	1 347400	820 000
Italie	440 000	490 000
Grèce	310 000	350 000
Tunisie	180 000	220 000
Syrie	200 000	198 000
Turquie	180 000	195 000
Maroc	120 000	100 000
Portugal	71 800	68 600
Algérie	54 500	56 600
Jordanie	22 000	35 000
Argentine	15 000	17 000
Libye	15 000	15 000
Israël	7 500	13 000
Albanie	7 000	8 500
Chypre	5600	5 600
France	5200	4 300
Slovénie	700	700
Autres pays	131300	120700
Total	3098000	2718000

La consommation mondiale d'huile d'olive pour l'année 2011/2012 est de 3 078 500 tonnes, les principaux pays consommateurs restent les pays producteurs, l'Union européenne en tête avec 1 889 500 t (soit 64%). En termes de consommation par habitant et par an, la Grèce (23,11) est le premier pays consommateurs suivie par l'Espagne (141), L'Italie (121) et le Portugal (91). Les autres

pays producteurs ont une consommation moindre : 5 litres pour la Tunisie, 2 Litres pour le Maroc (AFIDOL, 2012).

I.3.2. Oléiculture en Algérie

Selon AOUKLI (2019), l'oléiculture a besoin d'être développée au plan technique et scientifique et organisée notamment au plan logistique. L'Algérie pourra produire après l'application de ce plan de développement de la filière environ 5 millions de litres de l'huile d'olive.

En effet, selon AOUKLI (2019), ce pays jouit des meilleures conditions climatiques ; il dispose d'importantes surfaces de terres propices aux différentes cultures. À noter que la production d'huile d'olive en Algérie est estimée de 80 000 tonnes durant la campagne 2017-2018, soit une hausse de 27% par rapport à la période précédente, tandis que la surface réservée à l'oléiculture à l'échelle nationale se compose de 56,3 millions d'oliviers dont 32,3 millions oliviers productifs, soit un taux de 57%.

L'oléiculture est concentrée au niveau de sept principales wilayas (Bejaïa, Tizi-Ouzou, Bouira, Bordj-Bou-Argeridj, Jijel, Sétif et Mascara) dont la région centre représente un taux de plus de 75% de la superficie oléicole globale de ces sept wilayas (ANDO, 2018).

I.3.3. Production oléicole dans la wilaya de Tizi-Ouzou

Selon les prévisions de la direction des services agricoles (DSA), la production sera d'environ 63% par rapport à la saison 2019, 7,2 millions de litres d'olive vont être produits. En 2019, la production a enregistré un pic de 19,6 millions de litres. En 2018, la production n'était que de 10,3 millions de litres. La quantité d'olives produites en 2019 a été d'un million de quintaux.

Les faibles rendements en olives sont dus essentiellement au manque de pluviométrie inhibant le processus de formation des grains. Le manque de précipitations impacte la production de l'olive, ce qui cause une baisse du rendement à l'hectare, qui n'est que de 11q/ha. En 2019, ce rendement était de 31 q/ha, d'après les statistiques de la DSA.

Le rendement en huile s'est par ailleurs stabilisé avec une prévision d'environ 19 litres/q. Ce rendement en huile est jugé bon, ce qui compense la baisse de la production des olives. La production oléicole au niveau de la wilaya de Tizi-Ouzou est caractérisée par le phénomène de l'alternance, ce qui fait que la quantité d'olives produite n'est conséquente qu'une année sur deux.

Un autre facteur explique les faibles rendements ; il s'agit de la récolte tardive des olives ; la saison oléicole débute à la fin du mois d'octobre, mais la cueillette des olives n'est entamée que vers le mois de décembre. La conséquence est que l'olivier n'a pas le temps de bien reprendre son cycle de fructification.

Enfin, le manque d'entretien des vergers est pour beaucoup dans la chute des rendements. L'olivier a aussi besoin d'entretien, de taille, de labour et de traitement notamment contre la mouche de l'olivier qui sévit et fait des ravages aux grains d'olives (*CHIBANI, 2020*).



Chapitre II

Huile d'olive



II. Huile d'olive

II.1. Définition

L'huile d'olive est une huile provenant uniquement du fruit de l'olivier (*Olea europaea L.*) à l'exclusion des huiles obtenues par solvant ou par des procédés de ré-estérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature (COI, 2013).



Figure 4. Huile d'olive.

II.2. Classification

L'huile d'olive est commercialisée sous différentes dénominations ; il existe différentes catégories :

II.2.1. Huiles d'olive vierges

Elles sont obtenues à partir du fruit de l'olivier uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques, dans des conditions qui n'entraînent pas l'altération de l'huile, et qui n'ont subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration ; à l'exclusion des huiles obtenues par solvant, par adjuvant à action chimique ou biochimique, ou par des procédés de ré-estérification, et de tout mélange avec des huiles d'autre nature.

Ces huiles font l'objet du classement et des dénominations suivants : huile d'olive vierge propre à la consommation en l'état ; huile d'olive vierge extra. L'huile d'olive vierge extra a une acidité libre, exprimée en acide oléique, ne dépassant pas 0.8g pour 100g et dont les autres caractéristiques sont conformes à celles prévues pour cette catégorie. L'huile d'olive vierge a une acidité libre inférieure ou égale 2g pour 100g et dont les autres caractéristiques sont conformes à celles prévues pour cette catégorie.

L'huile d'olive vierge courante a une acidité libre ne dépassant pas 3,3 g pour 100g et dont les autres caractéristiques sont conformes à celles prévues pour cette catégorie.

L'huile d'olive vierge impropre à la consommation en l'état (appelée aussi huile d'olive vierge lampante) a une acidité libre supérieure à 3,3g pour 100g. Elle est destinée aux industries du raffinage ou à des usages techniques.

II.2.2. Huile d'olive raffinée

C'est une huile obtenue par le raffinage d'huiles d'olive vierges dont l'acidité libre ne peut être supérieure à 0.3 g pour 100 g et dont les autres caractéristiques sont conformes à celles prévues pour cette catégorie.

II.2.3. Huile d'olive coupée

Elle est obtenue par mélange d'huile d'olive raffinée et d'huile d'olive vierge propre à la consommation. Son acidité libre ne peut être supérieure à 1g pour 100g.

II.2.4. Huile de grignons d'olive

C'est une huile obtenue après traitement aux solvants des grignons d'olive à l'exclusion des huiles obtenues par des procédés de ré-estérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature.

Le *Tableau IV* ordonne les différentes catégories d'huile d'olive.

Tableau IV. Classification des huiles d'olive (COI, 2013).

Catégorie d'huile	Acidité libre (%)
Huile d'olive vierge extra	$\leq 0,8$
Huile d'olive vierge	≤ 2
Huile d'olive courante	$\leq 3,3$
Huile d'olive vierge lampante	$> 3,3$
Huile d'olive raffinée	$\leq 0,3$
Huile d'olive coupée (huile d'olive raffinée et vierge)	≤ 1
Huile de grignons d'olive	≤ 1
Huile de grignons d'olive raffinée	$\leq 0,3$

II.3. Composition chimique de l'huile d'olive

La composition de l'huile d'olive dépend essentiellement de la variété du fruit, de la région de culture et des conditions climatiques. L'huile d'olive a une basse teneur en acides gras saturés et une teneur élevée en acides gras mono insaturés. Elle contient aussi des polyphénols, de la vitamine E, de flavonoïdes, de la provitamine A et des et des minéraux (DJADOUN, 2011).

Comme toutes les huiles végétales, l'huile d'olive est composée d'une fraction saponifiable (triglycérides) et d'une fraction mineure dont les insaponifiables.

II.3.1. Fraction saponifiable

II.3.1.1. Triglycérides

Les triglycérides sont les constituants les plus abondants de l'huile d'olive et constituent la masse essentielle de corps gras. Ils résultent de l'estérification des trois fonctions alcools du glycérol par trois acides gras (*MICHEL, 2002*).

Tableau V. Composition en triglycérides de l'huile d'olive (*RYAN et al, 1998*).

Composés majeurs :	Triglycérides (98-99%)
Nature	Glycérides (%)
OOO	40 – 60
POO	10 – 20
OOL	10 – 20
POL	5 – 7
SOO	3 – 7

O : acide oléique ; P : acide palmitique ; L : acide linoléique ; S : acide stéarique

II.3.1.2. Acides gras

Les acides gras appartiennent à la famille des lipides ; ils ont un goût aigre et une odeur prononcée. Ils peuvent se présenter à l'état saturé, monoinsaturé ou polyinsaturé. Le principal acide gras de l'huile d'olive est l'acide oléique (55-83%), Les deux autres acides importants sont l'acide palmitique (7.5 à 20%) et l'acide linoléique (3.5 à 21%) (*HASLAM, 2005*).

Tableau VI. Composition en acides gras d'une huile d'olive (*Codex alimentarius, 2009*).

Acides Gras	Longueur de la chaîne et nombre d'insaturation	Limites (%)
Acide myristique	C14 :0	≤ 0,05
Acide palmitique	C16 :0	7,5 – 20,0
Acide palmitoléique	C16 :1	0,3 – 3,5
Acide heptadécanoïque	C17 :0	< 0,3
Acide heptadécénoïque	C17 :1	< 0,3

Acide stéarique	C18 :0	0,5 – 5,0
Acide oléique	C18 :1	55,00 – 83,0
Acide linoléique	C18 :2	3,5 – 21,0
Acide linoléique	C18 :3	< 1,0
Acide arachidique	C20 :0	< 0,6
Acide eicosénoïque	C20 :1	< 0,4
Acide béhénique	C22 :0	< 0,2
Acide lignocérique	C24 :0	< 0,2

II.3.2. Fraction insaponifiable

La fraction insaponifiable, représentant de 0,4 à 0,8% de l'huile d'olive, est constituée majoritairement d'hydrocarbures, mais contient aussi des stérols, des alcools triterpéniques, des tocophérols, des composés phénoliques et des substances colorantes et aromatiques (*LEROY, 2011*).

II.3.2.1. Stérols

Les stérols, ayant tous en commun le noyau stérol et se différenciant par leur chaîne latérale, sont rencontrés dans l'huile d'olive sous forme libre et estérifiée avec les acides gras. Le β -sitostérol est le principal stérol (70 à 90 mg/100g) de l'huile d'olive, seule huile végétale à en contenir un taux si élevé. Ce composé est connu pour s'opposer à l'absorption intestinale du cholestérol alimentaire. On peut également citer la présence d'autres composés : le Δ -5-avénastérol (5 à 20 mg/100g), le campestérol (1 à 5 mg/g), le stigmastérol (0,5 à 2 mg/100g), et en infimes quantités, le cholestérol, le campestanol, le Δ -7-camestérol, le cholestérol, le Δ -5-24-stigmastadiénol, le Δ -7-avénastérol (*LEROY, 2011*).

II.3.2.2. Composés aromatiques

On estime à plus de 70 composés contribuant au goût particulier de l'huile d'olive. Parmi ceux-ci figurent des produits de dégradation d'acides gras insaturés comme des aldéhydes (notamment hexanal, nonanal, 1-hexanol ou 2,4-décadiénal). De plus, des hydrocarbures aliphatiques et aromatiques, des alcools, des cétones, des éthers, ainsi que des furanes et des dérivés thioterpéniques contribuent de manière notable à l'odeur et la saveur de l'huile (*KIRITSAKIS et al., 1987*).

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 (VENKATESHWARLU, 2004).

II.3.2.3. Tocophérols

Les tocophérols se présentent sous quatre formes (α , β , γ et δ) ; l' α tocophérol (vitamine E), doté de la plus forte activité antioxydante, représente plus de 95% des tocophérols totaux (RYAN *et al.*, 1998).

Les teneurs en tocophérols, généralement rapportées pour une huile d'olive d'une bonne qualité, varient de 100 à 300 mg/kg. Ces teneurs varient en fonction de plusieurs facteurs dont la variété de l'olive et sa maturité ainsi que les conditions et la durée de la conservation de l'huile (ASSMAN *et WAHRBURG*, 1999).

II.3.2.4. Pigments colorants

Les pigments colorants donnent sa belle couleur jaune ou verte. Ce sont principalement la chlorophylle pour la couleur verte et le carotène pour la couleur jaune. Leur proportion dépend beaucoup de la maturité des olives (CHARLES *et GUY.*, 2008).

II.3.2.5. Hydrocarbures

L'une des plus grandes différences entre l'huile d'olive vierge et le reste des huiles alimentaires est la composition en hydrocarbures, ils sont majoritairement représentés par le squalène avec une teneur de 780mg/100g d'huile d'olive (LANZON *et al.*, 1994). Le squalène est caractérisé par une stabilité élevée sous des conditions d'auto oxydation et contribue ainsi à la stabilité de l'huile après exposition à la lumière (GRIGORIADO *et al.*, 2007).

II.3.2.6. Composés phénoliques

L'une des caractéristiques les plus importantes de l'huile d'olive est sa richesse en composés phénoliques. Elle renferme plus de 30 composés phénoliques (VISIOLI *et GALLI*, 1994).

Ce sont des substances naturelles qui confèrent à l'huile d'olive des propriétés organoleptiques et contribuent à la bonne stabilité de l'huile à l'auto-oxydation (PERRIN, 1992).

Les composés phénoliques majoritaires de l'huile d'olive sont l'oleuropéine, le tyrosol, l'hydroxytyrosol, l'acide homovanillique et le verbascoside. Comme les tocophérols, ils participent à la stabilité de l'huile, soit par piégeage des radicaux libres, soit par chélation de certains métaux ou encore par protection de molécules antioxydantes (BESANCON *et al.*, 2000). Les composés phénoliques contribuent fortement au goût piquant, à l'astringence et à l'amertume des huiles (BRENES, 2000).

II.4. Bienfaits de l'huile d'olive

L'huile d'olive est un produit ancestral largement reconnu pour ses effets bénéfiques sur la santé humaine. Sa consommation a été associée à une faible incidence de maladies cardiovasculaires, neurologiques et cancéreuses. Ces bienfaits ont été attribués aux éléments nutritifs et fonctionnels que l'on retrouve dans l'huile tels que l'acide linoléique, les vitamines, les antioxydants naturels (*MATO et al., 2007*).

II.4.1. Acide oléique

Cet AGMI réduit particulièrement le taux du cholestérol total et des LDL responsables de la formation de l'athérosclérose et augmente le HDL (*JIMENEZ et al., 2007*). Il normalise les paramètres membranaires détériorés en cas d'hypertension, en améliorant la fluidité membranaire et l'expression de protéines impliquées dans la régulation de la pression artérielle (*PERONA et al., 2010*).

II.4.2. Polyphénols

Ces composés mineurs exercent une activité bactéricide et fongicide (*YANGUI et al., 2009*), et normalise la pression sanguine et prévoient l'athérosclérose en agissant comme piègeur de radicaux libres et préservent les LDL de l'oxydation in vitro et leur adhérence aux parois artérielles (*AL-REWASHDEH, 2010*).

II.4.3. Tocophérols

Ces molécules manifestent une activité vitaminique. Ils exercent de effets bénéfiques à l'égard des maladies cardiovasculaires et contre le cancer du poumon, du col de l'utérus et de la prostate (*SHKLARET et al., 2000*).

II.4.4. Chlorophylle

La chlorophylle contenue dans l'huile d'olive stimule la multiplication des globules rouges et participe à l'accélération du processus de cicatrisation (*BEN TEKAYA et HASSOUNA, 2007*).

II.5. Critères de qualité

II.5.1. Acidité

La mesure de l'acidité rend compte de l'altération hydrolytique de l'huile ; elle concerne principalement la matière première, l'olive. Les triglycérides subissent une hydrolyse naturelle qui s'accroît avec le temps de maturation des olives. Ce phénomène peut être amplifié par des mauvaises conditions de récolte ou de stockage des olives. Ces phénomènes entraînent des lyses cellulaires dans la pulpe des olives et par conséquent provoquent la mise en contact de l'huile, initialement contenue

dans les vacuoles, avec les systèmes enzymatiques et l'eau du cytoplasme. Cela conduit alors à la présence anormalement élevée d'acides gras libres et donnant à terme des arômes désagréables à l'huile (pas "acide", mais une autre sensation organoleptique comme le moisi) (*LEROY, 2011*).

II.5.2. Indice de peroxyde

Cet indice renseigne sur l'état d'oxydation de l'huile d'olive. L'auto-oxydation résulte de la réaction des lipides et de l'oxygène atmosphérique, aboutissant à terme à une altération du goût et de l'odeur de l'huile. Cette réaction est très lente et les premières molécules de dégradation apparaissant sont des peroxydes. Ces molécules instables vont se décomposer par la suite en une série de produits, notamment des mélanges d'aldéhydes volatils (*LEROY, 2011*).

II.5.3. Absorbance spécifique dans l'Ultraviolet

L'absorbance dans l'UV ou l'examen spectrophotométriques dans l'ultraviolet peut fournir des indications sur la qualité d'une matière grasse, sur son état de conservation, et sur les modifications dues aux processus technologiques.

L'oxydation d'une huile aboutit à une dégradation en chaîne des acides gras insaturés par l'oxygène atmosphérique sous l'effet de différents facteurs exogènes et endogènes initiateurs, accélérateurs ou retardateurs, conduisant à des produits oxydés volatils ou non volatils, c'est le cas des hydro peroxydes linoléiques qui absorbent la lumière au voisinage de 232 nm. Si l'oxydation se poursuit, il se forme des produits secondaires d'oxydation, en particulier des dicétones et des cétones insaturées qui absorbent la lumière vers 270 nm (*TANOUTI et al, 2010*).



Chapitre III

Technologie oléicole



III. Technologie oléicole

III.1. Etapes d'élaboration de l'huile d'olive

La mise en œuvre des olives en vue d'en extraire l'huile par des procédés mécaniques, est effectuée en soumettant les olives à différentes opérations industrielles afin d'obtenir la libération maximale de l'huile y contenue (*DI GIOVACCHINO, 1991*). Les étapes d'élaboration de l'huile d'olive sont les suivantes :

III.1.1. Opérations préliminaires

III.1.1.1. Récolte des olives

Selon *PARANO et al., (2003)*, la qualité de l'huile est influencée par la date et la méthode de cueillette des olives. Les méthodes expérimentales ont montré que les fruits cueillis précocement donnent une quantité d'huile moindre avec un taux d'acidité bas, une couleur plus verte et saveur fruitée, alors qu'une récolte plus tardive permet un meilleur rendement en huile avec une acidité légèrement élevée, une couleur jaune et généralement des huiles fruitées (*BROUSSE et LOUSSERT, 1978*).

III.1.1.2. Transport des olives

Dans le souci de conserver les caractéristiques de qualité que les olives possèdent au moment de la récolte sur l'arbre, il s'avère nécessaire de les acheminer immédiatement vers les huileries.

Le moyen le plus approprié pour le transport des olives est représenté par des caisses à claire voire en matière plastique permettant la circulation de l'air et évitant le réchauffement préjudiciable causé par l'activité catabolique des fruits (*OUAOUICH et HAMMADI, 2007*).

III.1.1.3. Stockage des olives

Le décalage qui existe entre les apports d'olives et leur broyage nécessite un stockage plus ou moins long, variable selon les conditions locales de travail et du traitement (*BROUSSE et LOUSSERT, 1978*).

Le stockage des olives est effectué soit en utilisant des caisses en matière plastique de capacité de 20 à 25 kg garantissant la circulation de l'air, soit en les disposant en couche d'épaisseur réduite 20 à 30 cm dans un milieu couvert, aéré et frais.

Afin d'éviter l'altération des olives, il est préférable de réduire la durée de stockage au minimum possible (2 à 5 jours) (*OUAOUICHE et HAMMADI, 20*

III.1.1.4. Nettoyage des olives

Le nettoyage des olives vise principalement l'élimination de toutes impuretés pouvant avoir des incidences indésirables sur la qualité de l'huile. Ces impuretés peuvent être d'origine minérale (stable, métaux) ou organique (feuilles, brindilles). Cette étape comporte deux opérations : effeuillage et lavage. L'effeuillage est généralement pratiqué à l'aide d'un aspirateur, le lavage est réalisé à l'aide d'un courant d'eau recyclable (KHLIF *et al.*, 2003).

III.1.2. Préparation de la pâte

III.1.2.1. Broyage

C'est une opération qui a pour but de dilacérer les cellules pour faire sortir les gouttelettes d'huile de la vacuole. Au cours de cette opération les fruits d'olives sont transformés en pâte (FOURATI *et al.*, 2003). Les broyeurs les plus utilisés sont de deux types : broyeur à meules et broyeur métallique à marteaux (CHABOUR, 2003).

III.1.2.2. Malaxage

Après le broyage des olives, il est procédé à l'opération de malaxage afin de préparer la pâte obtenue en vue de la séparation des phases liquides de la phase solide à l'aide des différents systèmes d'extraction. Cette opération favorise la réunion des gouttelettes d'huile avec la formation des poches d'huile continues et la rupture de l'émulsion huile/ eau. (TANOUTI *et al.*, 2010).

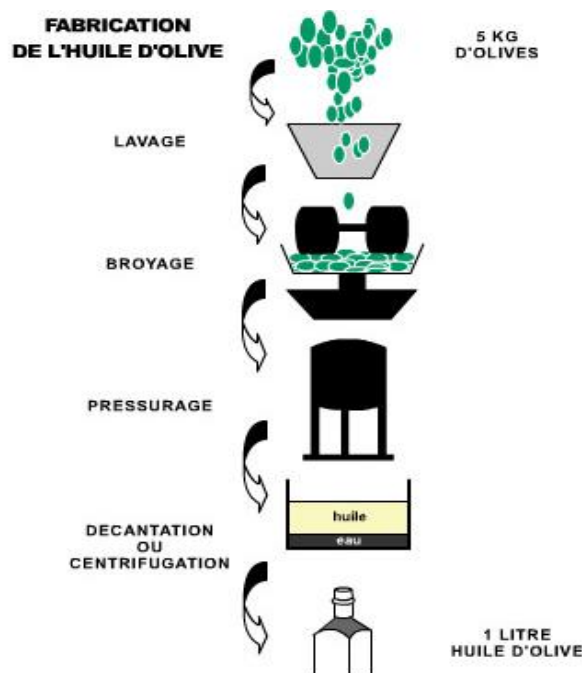


Figure 5. Technique traditionnelle d'extraction d'huile d'olive.

III.1.3. Systèmes d'extraction d'huile d'olive

Selon *LOUSSERT et BROUSSE (1978)*, la pâte d'olive est composée d'un extrait sec, d'huile et d'eau de végétation. Un système d'extraction efficace séparerait entièrement ces trois phases. La séparation est réalisée par divers systèmes faisant appel à des principes mécaniques de conceptions différentes.

III.1.3.1. Extraction par pression

La pâte bien malaxée est homogénéisée et répartie sur des scourtins. Ces derniers sont ensuite empilés sur le plateau d'une super presse hydraulique. Des pompes permettent alors la montée progressive de la pression jusqu'à 300 à 400 kg/cm². La phase liquide est séparée et recueillie, et la phase résiduelle est progressivement épuisée.

III.1.3.2. Extraction par centrifugation

L'extraction se fait par force centrifuge à l'intérieur des machines appelées décanteurs ou centrifugeuses horizontales. Ces dernières tournent à des vitesses élevées. Cette force accentue la différence entre le poids spécifique des liquides non miscibles et de la matière solide.

III.1.3.3. Extraction par percolation

L'extraction par ce procédé est basée sur le principe suivant : une lame d'acier est immergée dans la pâte d'olive. Elle est imprégnée de préférence par l'huile en raison de la tension superficielle différente des phases liquides présentes (*DIGIOVACCINO, 1996*). Ce système permet de tirer près de 70% d'huile (*SOLINAS, 1992*).

III.1.3.4. Extraction par percolation-centrifugation

Appelé aussi système couplé ; c'est un mécanisme de combinaison des deux procédés de percolation et de centrifugation cités précédemment. Il permet d'atteindre des rendements d'extraction d'huile de l'ordre de 90% (*SOLINAS, 1992*).

III.1.4. Séparation des phases liquides

Le liquide obtenu n'est jamais l'huile brute mais un mélange d'huile et d'eau de végétation. Afin d'obtenir une huile pure, il convient donc d'assurer la séparation de ces phases (*BROUSSE et LOUSSERT, 1978*).

Les procédés existant pour séparer les phases liquides se limitent à la décantation naturelle, à la centrifugation ou à des systèmes utilisant les deux à la fois.

III.1.4.1. Décantation

La séparation se fait par simple décantation naturelle dans des bassins. Le principe est basé sur la différence de densité existant entre l'huile et les margines (*BROUSSE et LOUSSERT, 1978*)

III.1.4.2. Centrifugation

Elle est réalisée dans des séparateurs centrifuges verticaux à décharge automatique, en donnant d'une part l'huile et d'autre part l'eau de végétation.

III.1.5. Sous-produits de la transformation des olives

III.1.5.1. Margine

Les margines sont constituées des eaux de végétation de l'olive souvent mélangées à de l'eau que l'on rajoute au cours de l'opération d'extraction. Elles sont d'un aspect trouble, de couleur brune rougeâtre avec une odeur qui rappelle celle de l'huile d'olive, et d'un goût amer.

III.1.5.2. Grignon d'olive

Il est constitué par un agrégat de pulpes, de pellicules de fruits, de coques, de noyaux fragmentés et de l'amandon. Il est riche en cellulose brute et pauvre en matières azotées (*NEFZAOU, 1983*).

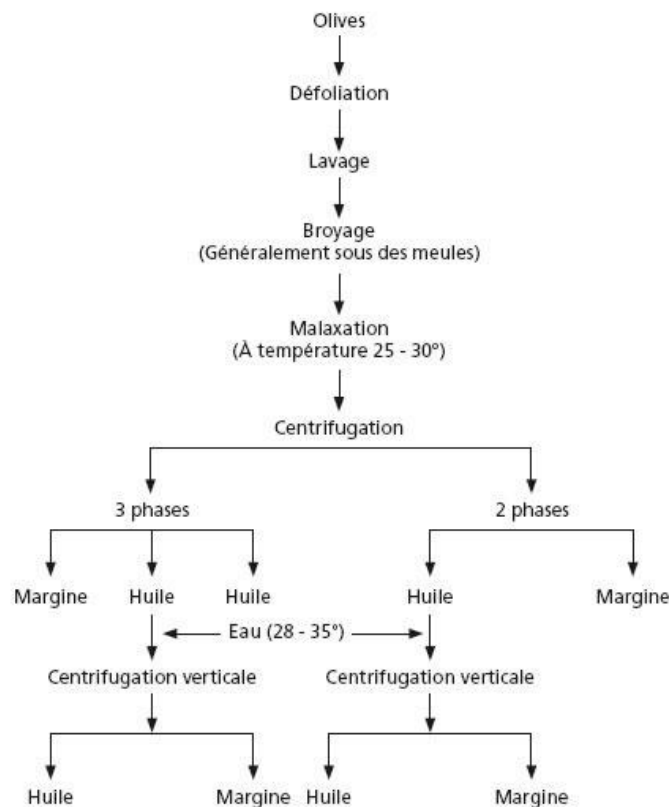


Figure 6. Technique moderne d'extraction de l'huile d'olive.

III.1.6. Restes végétaux et terreux

Ils sont issus du lavage des olives venant d'être récoltées. Généralement, ces restes sont utilisés comme engrais organiques, et réincorporés dans la terre avec ou sans compostage préalable.

III.1.7. Stockage

Le stockage de l'huile se fait dans des conditions qui assurent sa meilleure conservation, de préférence dans des réservoirs en acier inoxydables ou dans des réservoirs métalliques dont l'intérieur est revêtu de matériel céramique, ou de tout matériel inerte de qualité alimentaire. Ces réservoirs doivent être hermétiquement fermés et avoir une température de stockage douce et constante, jamais supérieur à 22°C (*ANONYME, 2006*).



Chapitre IV

Oxydation des lipides



IV. Oxydation des lipides

IV.1. Introduction

Du fait de leur importance nutritionnelle, les acides gras insaturés sont des composants importants dans des nombreuses formulations alimentaires. Toutefois, ces acides gras sont sensibles à l'oxydation.

La dégradation conduisant au rancissement hydrolytique est la lipolyse enzymatique et l'hydrolyse des lipides. Elles sont caractérisées par une forte augmentation de l'acidité des produits altérés.

Le rancissement oxydatif ou hydrolytique des lipides limite leur durée de conservation et les rend inaptes à la consommation alimentaire (RAHMANI, 2007).

IV.2. Différents types d'altération des lipides

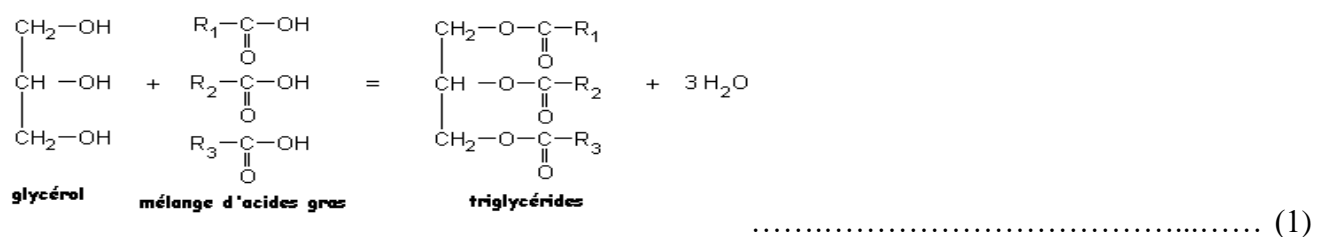
L'huile d'olive est une matière précieuse et des conditions défavorables peuvent altérer ses qualités. Comme pour la plupart des produits alimentaires, pour ceux ne contenant pas de conservateurs. Les différentes voies d'altération des lipides sont : l'hydrolyse, polymérisation et l'oxydation.

L'hydrolyse et l'oxydation sont les principales voies d'altération des lipides au cours de la production, du stockage, et de transformation des huiles.

IV.2.1. Hydrolyse

L'acidification est le résultat d'une hydrolyse partielle ou totale des triglycérides qui donne des acides gras libres en présence des enzymes : lipases ou les estérases qui hydrolysent les liaisons esters des glycérides, et libèrent à partir des triglycérides des acides gras libres, des diglycérides et des monoglycérides (*Réaction 1*).

Les acides gras libres formés peuvent ensuite servir de substrats pour les réactions d'oxydation car les acides gras s'oxydent facilement lorsqu'ils sont à l'état libre (BOUHADJRA, 2011). Ce qui entraîne la diminution du pH des corps gras.



Il existe deux types de réaction d'hydrolyse : l'hydrolyse enzymatique n'affecte que les huiles brutes car le raffinage élimine les lipases; l'hydrolyse spontanée se produit au cours du stockage et du traitement thermique, auto-catalysée par les acides gras libres (*DJADOUN, 2011*).

IV.2.2. Polymérisation

Le chauffage des lipides à des températures supérieures à 100 voire 150°C, conduit à la formation de polymères, de composés cycliques ou isomérisés (*BOUHADJRA, 2011*).

IV.2.3. Oxydation des lipides

L'huile d'olive est sensible à l'oxydation ou rancissement des acides gras insaturés à l'état libre ou estérifiés en triglycérides, d'autres composés de nature lipidique sont par ailleurs oxydables : vitamines liposolubles, stérols... ; l'oxydation se fait au niveau des doubles liaisons (C=C). Cette dernière est accélérée par différents facteurs, il s'agit de : facteurs internes, tels que la composition en acides gras libres (nombre et position des insaturations), la présence de pro oxydants (hème, ions métalliques, enzymes) ; facteurs externes tels que la température, la lumière, la pression partielle en oxygène, l'activité de l'eau, les conditions de stockage et de transformation (*BENRACHOU, 2012 et 2013*).

Ces différents facteurs favorisent le développement des réactions d'oxydation, qui induisent la dégradation des propriétés biochimiques, organoleptiques (formation de composés volatils d'odeur désagréable, c'est le rancissement) et nutritionnelles (par interaction des produits d'oxydation avec les acides aminés de l'aliment) (*EYMARD, 2003*).

L'oxydation des lipides conduit également à la formation des peroxydes qui sont des molécules cancérigènes.

Les substrats de ces réactions, sont principalement les acides gras insaturés. Ils s'oxydent en général plus vite lorsqu'ils sont libres et insaturés. Les acides gras saturés ne s'oxydent qu'à une température supérieure à 60°C, tandis que les acides polyinsaturés s'oxydent même lors de l'entreposage des aliments à l'état congelé.

IV.3. Mécanismes généraux de l'oxydation des lipides

Initialement, l'oxydation des lipides se fait de manière lente. Ensuite, elle augmente soudainement ; la durée de la première étape est appelée « période d'introduction » ou « temps d'introduction » (*BOUHADJRA, 2011*). L'oxydation des lipides peut se dérouler selon diverses voies réactionnelles en fonction du milieu et des agents initiateurs.

IV.3.1. Oxydation enzymatique

L'enzyme principalement impliquée est la lipoxygénase. Cette dernière catalyse l'insertion d'une molécule d'oxygène sur un acide gras insaturé selon une réaction stéréospécifique qui aboutit à la formation d'hydro peroxydes. Elle agit spécifiquement sur les acides gras non estérifiés. Son activité est donc souvent couplée avec celle des lipases et phospholipases (BOUHADJRA, 2011).

IV.3.2. Auto-oxydation

L'auto-oxydation de la matière grasse au contact de l'oxygène constitue un ensemble complexe de réactions non encore complètement élucidées. Elles conduisent à la rupture des chaînes carbonées avec le développement de produits pour la plupart volatils, à structure carbonylée (Figure 7), les propriétés organoleptiques de la matière grasse sont altérées (BOUHADJRA, 2011).

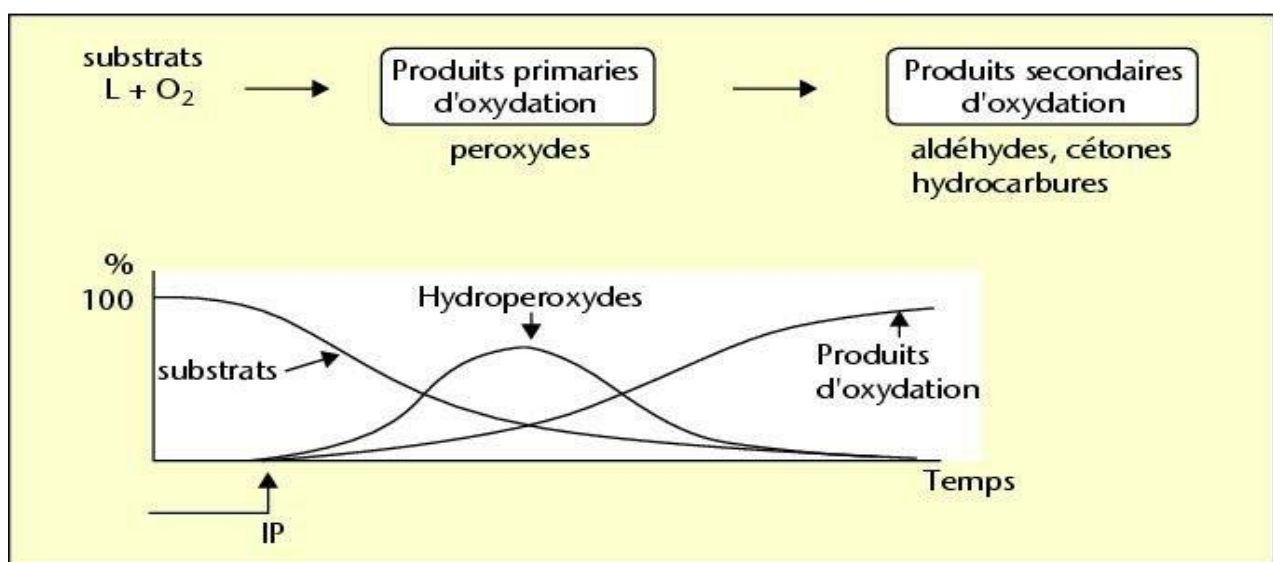


Figure 7. Schéma simplifié de l'auto-oxydation des lipides (BOUHADJRA, 2011).

IV.3.3. Oxydation par l'oxygène singulet

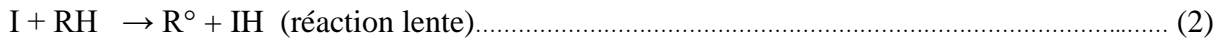
L'oxygène singulet réagit directement par simple addition sur chaque carbone de la double liaison du lipide pour donner un hydroxyde (BOUHADJRA, 2011).

IV.4. Mécanismes réactionnels

L'oxydation des lipides est une réaction autocatalytique. Il s'agit d'un enchaînement de réactions radicalaires se déroulant schématiquement en trois étapes : Initiation, propagation et terminaison. Une première réaction produit un radical libre par élimination d'un hydrogène de l'acide gras (initiation). Puis les réactions s'enchaînent pour produire plusieurs radicaux libres (propagation) qui se combinent pour former des composés non radicalaires (terminaison).

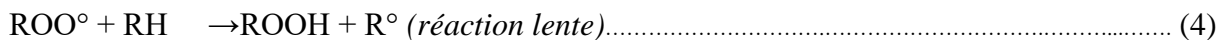
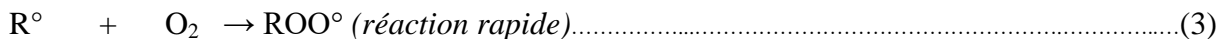
IV.4.1. Initiation

En présence d'un initiateur (I), les acides gras insaturés (RH) perdent un proton (H°) pour former un radical libre de lipide (R° radical alkyle, réaction 2). L'arrachement du proton est facilité tant par la chaleur (agitation moléculaire) que par les rayonnements ou les catalyseurs (métaux tels que Cu, Fe, Co, Mn, Ni...) (DJADOUN, 2011).



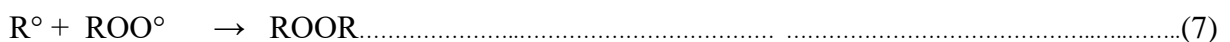
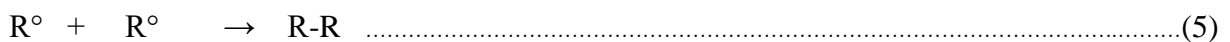
IV.4.2. Propagation

Les radicaux libres formés (radical alkyle), très réactif (R°) fixent l'oxygène moléculaire et forment des radicaux libres peroxydes instables (ROO°) (Réaction 3) qui peuvent réagir avec une nouvelle molécule d'acide gras (RH) pour former des hydroxy peroxydes (ROOH) non radicalaire plus stable (produits secondaires) (Réaction 4), mais générant une nouvelle espèce radicalaire sur le deuxième acide gras.



IV.4.3. Terminaison

Les radicaux formés réagissent entre eux pour conduire à un produit qui n'est pas un radical libre (espèce non radicalaire), mettant ainsi fin aux cycles réactionnels.



Les hydro peroxydes, les premiers produits de l'oxydation des lipides sont instables. Ils vont donc rentrer dans une série de réactions complexes, qui vont aboutir à une myriade de composés ayant des poids moléculaires variables. A ce stade, le goût et la qualité de la matière grasse est altéré ; ce qui réduit sa qualité marchande et réduit directement sa durée de vie (RAHMANI, 2007).

IV.5. Facteurs influençant l'oxydation des lipides

Les principaux facteurs impliqués dans l'oxydation des lipides au cours des procédés de transformation et de conservation des aliments sont : la température, la lumière, la pression partielle

en oxygène, et les traces métalliques. Le contrôle ou l'inhibition de l'oxydation des lipides est basé sur la maîtrise de ces facteurs (*DJADOUN, 2011*).

IV.5.1. Influence de la température

Une élévation de la température favorise l'oxydation des lipides. Ainsi, les opérations de cuisson sont bien connues pour avoir un effet pro-oxydant marqué. Au contraire, la congélation est un bon moyen pour augmenter la durée de conservation des aliments, car la vitesse d'oxydation des lipides est notablement réduite à faible température.

IV.5.2. Influence de l'oxygène

L'incidence de l'oxygène est à la fois sur la durée de conservation du produit et sur la nature des odeurs perçues quand le produit est oxydé. Plus l'huile est aérée c'est-à-dire la surface de contact est accrue, plus la réaction d'oxydation est avancée.

IV.5.3. Influence des traces métalliques

La décomposition des lipides peut être accélérée de manière significative par la présence des métaux lourds tels que le cuivre, le fer et le cobalt.

IV.5.4. Influence de la lumière

L'énergie lumineuse accélère le processus d'oxydation des lipides. Elle favorise la formation de radicaux libres. Les radiations visibles et ultraviolettes sont les plus actives, elles ont une action catalytique très intense sur la détérioration des acides gras polyinsaturés.



Deuxième partie

Etude
expérimentale



Matériel et méthodes



Matériel et méthodes

I. Objectif d'étude

L'objectif de cette étude est de déterminer l'effet du traitement thermique à 180°C, chauffage dans une friteuse électrique sur les caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive extraite selon la technologie moderne à trois phases dans la région des *Ouadhias*.

II. Préparation des échantillons

Cette huile d'olive provient d'une huilerie moderne qui se situe dans la commune de « *AtLoqayed* » de la daïra des *Ouadhias*, de la campagne oléicole 2020/2021.

II.1. Procédé du chauffage

Dans la présente, on a procédé au chauffage de cette huile dans une friteuse électrique sans incorporation d'aliments. La friteuse est de marque «Brandt» (*Figure 8*), model : THAF40DH, 230V 50/60 HZ ,3000W. Elle est d'une contenance de 5 litres ; elle comporte un couvercle amovible, un thermostat et est dotée d'une minuterie.

Un volume de 3 litres d'huile a été transvasé dans cette friteuse aussitôt fermée ; la température a, ensuite, été réglée à 180°C, soit la température de friture. Après un temps d'attente de 15 minutes, le chronomètre a été enclenché ; ce temps d'attente permet à l'huile d'atteindre la température souhaitée.

Ce traitement thermique a été réalisé en continue pendant une durée de 8 heures durant laquelle la friteuse a été maintenue fermée. Au cours de ce long processus thermique, des échantillons d'huiles ont été prélevés à des temps réguliers (30min, 2h, 4h, 6h, 8h) pour les analyser.



Figure 8. Friteuse électrique de marque *Brandt*

II.2. Echantillonnage

Après trente minutes (30min) de traitement thermique, un volume de 200ml d'huile a été prélevé après homogénéisation du bain ; puis après chaque 2 heures, on fait un prélèvement. Ces échantillons ont été transvasés dans des flacons en verre (*Figure 9*), puis recouverts de papier aluminium ; après refroidissement à la température ambiante, ils ont été conservés au réfrigérateur, réglé à +4°C.

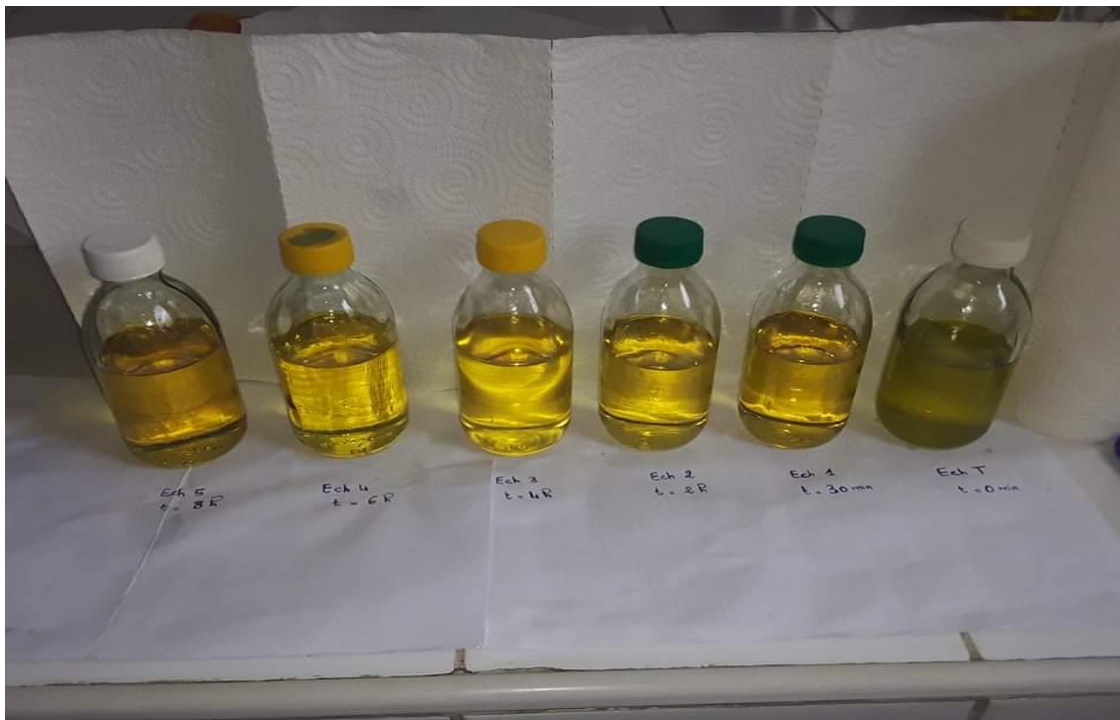


Figure 9. Les échantillons prélevés à différents temps de traitement thermique.

(Les temps de chauffage des échantillons de la figure 9 sont de droite à gauche : 0 min, 30 min, 2 h, 4 h, 6 h, 8 h).

Les échantillons, ainsi, obtenus ont fait l'objet de plusieurs analyses physico-chimiques pour suivre l'évolution des caractéristiques physico-chimiques déterminant leurs qualités durant le traitement thermique.

III. Analyses physico-chimiques

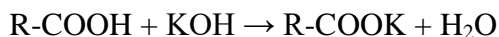
Pour évaluer le changement des caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive au cours du chauffage, divers critères physico-chimiques ont été analysés, tels que : acidité, indice de peroxyde, indice d'iode, densité, humidité et la viscosité. Ces analyses ont été effectuées sur l'huile de départ (état frais ou échantillon témoin) et sur les échantillons d'huile prélevés à différents temps de chauffage.

III.1. Analyses chimiques

III.1.1. Acidité (A%)

L'acidité est la teneur de l'huile d'olive en acides gras libres résultant de l'hydrolyse des triglycérides. Elle est exprimée conventionnellement en acide oléique (g/100g d'huile). L'indice d'acide correspond au nombre de milligrammes de potasse (KOH) nécessaires pour neutraliser les acides gras libres dans un gramme d'huile. La méthode utilisée pour déterminer l'acidité de l'huile d'olive est celle décrite par la norme /AFNOR-NF T60-204,(1988).

Le principe de la détermination de l'acidité d'une huile d'olive est celui d'un dosage acido-basique consiste à neutraliser les acides gras libres à l'aide d'une solution de KOH en présence de phénolphthaléine comme indicateur coloré (*Annexe I*) selon la réaction suivante :



Acide gras base savon eau

L'acidité est calculée selon la formule suivante :

$$\text{Acidité}(\%) = \frac{V \cdot N \cdot 282,5}{1000 \cdot m} \cdot 100$$

Soit :

V (ml) : volume de titrage de la solution KOH;

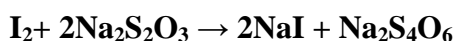
N (mol/l): normalité de la solution KOH à 0.1 N ;

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

III.1.2. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde d'un corps gras représente le nombre de microgramme d'oxygène actif par gramme de matière grasse. Il est déterminé suivant la méthode décrite par la norme *AFNOR NF T60-220, (1988)*.

Le principe de cette méthode consiste à un traitement d'une quantité d'huile en solution dans l'acide acétique et le chloroforme, par une solution d'iodure de potassium (KI). Le titrage d'iode libéré se fait par une solution de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) à 0.01N en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré (*Annexe 2*) selon la réaction suivante :



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

$$I_p(\text{meqO}_2/\text{Kg}) = \frac{N \times (V - V_0)}{m} \times 10^3$$

m (g): masse de la prise d'essai ;

V (ml) : Volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai ;

V₀ (ml) : Volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc ;

N : Normalité de la solution de thiosulfate de sodium

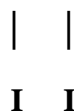
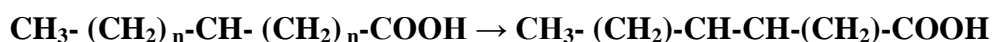
III.1.3. Indice d'iode

L'indice d'iode (I_i) d'un lipide est la quantité de l'iode en gramme capable de se fixer sur les insaturations des acides gras de 100g de matière grasse. La méthode utilisée est celle décrite par la norme *AFNOR-NFT60-203, (1988)*.

Le principe de cette méthode consiste d'ajouter une solution de mono chlorure d'iode dans un mélange d'acide acétique et de tétrachlorure de carbone.

Après un temps de réaction donné (30min), on détermine l'excès d'halogène par addition d'une solution d'iodure de potassium et d'eau distillée, puis par titrage de l'iode libéré par une solution titrée de thiosulfate de sodium.

Les réactions qui se passent sont les suivantes :



L'indice d'iode de l'huile est calculé selon cette équation :

$$I_i(\text{gI}_2|100\text{g}) = N(V_0 - V) \times 12.69/P$$

Soit :

I_i : indice d'iode ;

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

V (ml) : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour titrer l'excès d'iode ;

N : normalité de thiosulfate de sodium ;

III.2. Analyses physiques

III.2.1. Teneur en eau et matières volatiles

La teneur en eau et en matière volatile 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 pour éviter l'oxydation, mais suffisamment long pour permettre l'élimination totale de l'eau (AFNOR NF T606-201, 1984).

Le principe consiste à chauffer une prise d'essai à $103 \pm 2^\circ\text{C}$ dans une étuve pendant 1 heure de temps (l'élimination complète de l'eau).

La teneur en eau est donnée par la formule suivante :

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

m₀ : masse en gramme de 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.



Figure 10. Etuve utilisé dans l'étude.

III.2.2. Densité

La densité relative à 20°C (D_{20}) d'une huile ou d'une graisse est le quotient de la masse dans l'atmosphère d'un certain volume de ce corps gras à une température (°C) par la masse de même volume d'eau distillée à 20°C (AFNOR-NF-T606-21,1984). La densité est déterminée en pesant dans une éprouvette de 5 ml le même volume d'eau et d'huile prises à la même température.

La densité est exprimée par la relation suivante :

$$D = \frac{m_1 - m}{m_0 - m}$$

Soit :

m : poids de l'éprouvette vide ;

m_1 : poids de l'éprouvette pleine d'eau ;

m_0 : poids de l'éprouvette pleine d'huile.



Figure 11. Balance analytique (de précision).

III.2.3. Viscosité

La viscosité est définie comme étant le coefficient de frottement intramoléculaire. C'est la mesure du temps que nécessite une balle en métal pour s'écouler dans un capillaire d'un viscosimètre rempli d'huile.

La viscosité est exprimée par la formule suivante :

$$\mu(C. \rho_0) = K(\rho_f - \rho)t$$

Soit :

μ : La viscosité en Centipoise ;

ρ_f : La densité de la balle de métal qui est égale à 8,02 g/ml ;

ρ : Densité de l'huile ;

t : Le temps de descente en minute ;

K : Constante du viscosimètre qui est égale à 35.

IV. Analyses statistiques

Le traitement statistique des résultats d'analyses physico-chimiques obtenues dans notre étude (densité, acidité, indice de peroxyde, etc.) est réalisé grâce au logiciel **Stat box**. C'est une analyse de la variance à un seul facteur (le temps de chauffage).



Résultats et discussion



Résultats et discussion

I. Analyses physico-chimiques

I.1. Analyses chimiques

I.1.1. Acidité

Lorsque les triglycérides sont dégradés, les acides gras qui les constituaient sont détachés et se retrouvent, alors, à l'état libre dans l'huile, ils sont alors dits acides gras libres. Leur pourcentage dans l'huile indique ce que l'on appelle « acidité » (ANONYME, 2008).

L'acidité des huiles d'olive est un facteur déterminant leurs qualités. Elle permet à la fois la classification des huiles, et renseigne aussi sur leurs états d'altération ; triglycérides sont présents à 98- 99% dans l'huile fraîche (ADJAMAI, 2013).

L'acidité de l'huile d'olive vierge utilisée de notre étude est de 2,71% (Tableau VII) ; cette valeur est plus faible que celle enregistrée par MOUHOUB et LEHARA (2021) sur l'huile d'olive extraite selon le système traditionnel qui est de 4,90%. Cette différence pourrait être expliquée par l'influence de la région géographique, la technique d'extraction et le délai d'attente entre la récolte et l'extraction.

Tableau VII. Evolution de l'acidité de l'huile d'olive au cours du chauffage.

Echantillons	Fraîche	30 min	2 heures	4 heures	6 heures	8 heures
Acidité (%)	2,71±0,16	2,99 ±0,24	3,50 ±0,16	3,73 ±0,16	3,23 ±0,253	3,23±0,226

Ces résultats sont une moyenne de deux répétitions

L'acidité de l'huile d'olive fraîche utilisée dans notre étude est de 2,71%. En se référant à la norme du conseil oléicole international (COI, 2015), on conclut cette huile issue de la région des *Ouadhias* fait partie des huiles d'olives vierges courantes, dont l'acidité libre est inférieure à 3,3%.

La *Figure 12*, illustre l'évolution de l'acidité de l'huile d'olive chauffée en fonction du stockage. L'acidité augmente de manière légère significativement après 4 heures de chauffage ; la valeur de cet indice diminue significativement à la 4^{ème} heure ou 8^{ème} heure de chauffage. Le pourcentage de diminution après 4 heures de chauffage est de 13,40%.

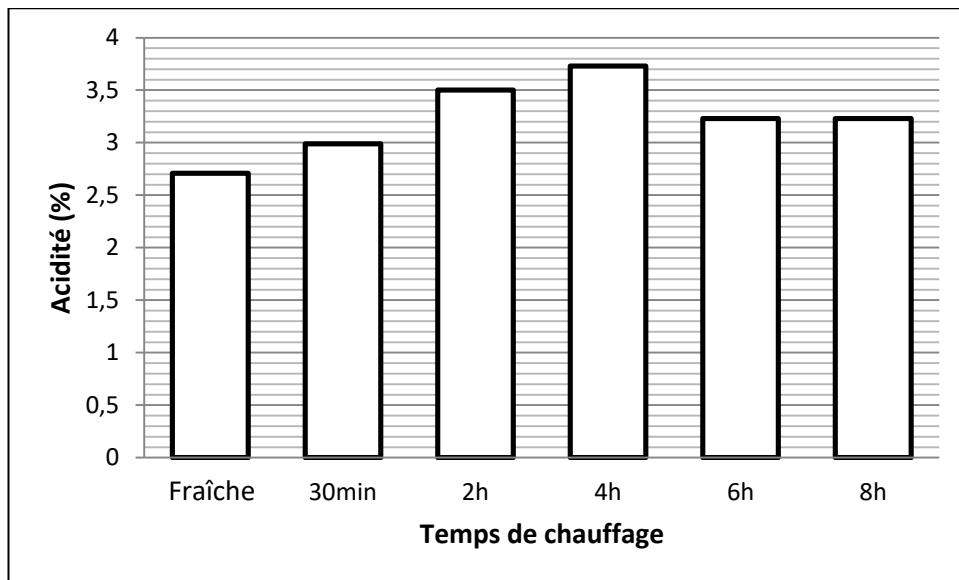


Figure 12. Evolution de l'acidité de l'huile d'olive au cours de chauffage.

L'acidification d'une huile est probablement due à l'hydrolyse des triglycérides en acides gras libres sous l'action de la lipase présente dans le fruit.

La valeur d'acidité enregistrée pour l'échantillon sain de la variété *Rougette de Métidja* est de 0,33% est similaire à celle trouvée par *BADJOUB et al, (2015)* pour la variété Marocaine (*Picholine marocaine*) avec une valeur d'acidité de 0,37%, ces valeurs sont inférieures à celle trouvée dans notre analyse.

Nous résultats sont soumis à une analyse de la variance à un seul facteur (temps de chauffage). Il ressort de ce traitement que le facteur temps de chauffage agit d'une façon hautement significative ($p=0,02381$) ; cela est vérifié par le test de *NEWMAN-KEULS* au seuil de 5% regroupant les échantillons de l'huile chauffée dans deux groupes homogènes (A et B) (*Annexe 5*).

I.1.2. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde indique le déroulement de la réaction d'auto-oxydation d'une huile; il renseigne sur le niveau d'oxydation primaire d'une huile insaturée en contact de l'air et de la lumière. C'est un critère très utile et d'une sensibilité satisfaisante pour révéler les premières étapes d'altération (*PERRIN, 1992*).

La valeur de l'indice de peroxyde de l'huile utilisée dans notre étude est de 20 meq.O₂/kg (*Tableau VIII*). Cette valeur est conforme à la norme commerciale de *COI* qui fixe cet indice à 20 meq.O₂/kg d'huile d'olive.

L'indice de peroxyde de l'huile de la variété Bouricha étudiée par *BENRACHOU(2013)* est en concordance avec l'indice de peroxyde de la variété turque *Ayvalik* étudiée par *DIRAMAN et DIBEKLIQG-LU (2009)*, qui est de l'ordre 9,91 meq.O₂/kg est inférieur à la valeur trouvée dans notre étude.

Cet indice augmente significativement après 30 min de chauffage ; le degré de peroxydation diminue ensuite significativement jusqu'à la fin du traitement, soit 8 heures de chauffage.

Tableau VIII. Evolution de l'indice de peroxyde de l'huile d'olive pendant le chauffage.

Enchantions	Fraîche	30 min	2 heures	4 heures	6 heures	8 heures
IP (meq. O ₂ /kg)	20	65	115	60	50	45

Ces valeurs comparativement à vue seule répétition

La *Figure 13* illustre l'évolution de l'indice de peroxydes de l'huile d'olive chauffée en fonction du stockage. La peroxydation augmente significativement jusqu'à la 2^{ème} de chauffage puis diminue significativement vers la fin du traitement thermique.

La valeur du résultat obtenu est supérieure à celle enregistrée par *MANSOUR et al, (2015)*, qui ont montré des différences significatives de l'indice de peroxyde de la variété tunisienne *Chemlal* planté dans deux régions différentes : Kairouan (centre de Tunisie) avec une valeur de 6,29 meq. O₂/Kg et Gabes (Sud de Tunisie) avec une valeur de 15,67 meq. O₂/ Kg. Le pourcentage de diminution après 4 heures de chauffage est de 25%

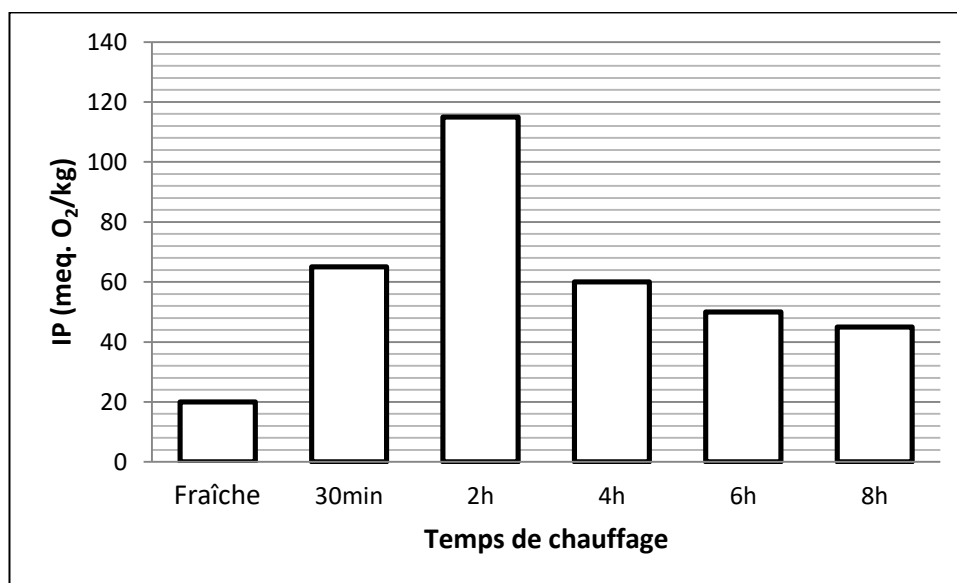


Figure 13. Evolution de l'indice de peroxyde de l'huile d'olive au cours de chauffage.

L'augmentation de l'indice de peroxyde est corrélée avec le prolongement de la durée de chauffage, car la température est un des facteurs principaux de l'apparition de secondaire d'oxydation, ce qui explique la diminution d'indice de peroxyde.

MAILER et AYTON (2004), indiquent que la valeur de peroxyde peut être liée à la température et à l'exposition à l'oxygène durant l'extraction et le stockage alors que la méthode d'extraction (traditionnel et moderne) ne semble pas avoir d'effet direct.

En revanche, *CIMATO (1990)*, suggère que l'indice de peroxyde est lié à la récolte, à la conservation et au mode d'extraction. Il reflète le degré d'oxydation des huiles qui est accéléré par la présence d'oxygène, la température et certains catalyseurs. Ces facteurs agissent sur les doubles liaisons des acides gras insaturés pour former des peroxydes et des hydro-peroxydes.

Les résultats de la détermination d'indice de peroxyde pourraient être liés à la présence des substances antioxydantes naturelles qui assurent à l'huile sa stabilité, mais aussi à la qualité de la matière première et à l'efficacité de l'encadrement techniques des oléiculteurs et les bonnes pratiques oléicoles (*TANOUDI, 2011*).

I.1.3. Indice d'iode

Ce paramètre est une détermination quantitative de l'insaturation globale, et aussi une mesure constante pour la matière grasse pure : plus celui-ci est élevé, plus l'huile est riche en AG insaturés.

L'indice d'iode d'huile d'olive testée dans cette étude est de 91,058g ; elle est incluse dans la norme commerciale établie par le *C.O.I. (2015)* (75- 94 g. I₂/kg).

Les valeurs d'indice d'iode des échantillons d'huile testées soumis au traitement thermique sont représentées dans tableau IX.

Tableau IX. Evolution de l'indice d'iode de l'huile d'olive chauffée pendant le stockage.

Echantillons	Fraîche	30min	2heures	4heures	6heures	8heures
Ii (g.I ₂ /kg)	91,05	86,29	83,75	62,81	60,07	60,42

Ces valeurs correspondent à vue seule répétition

Au cours du chauffage, on observe une diminution significative de l'indice d'iode en fonction de temps de chauffage ; le pourcentage de diminution est de respectivement après 30 minutes, 2 heures, 4 heures, 6 heures et 8 heures est de 29,98%.

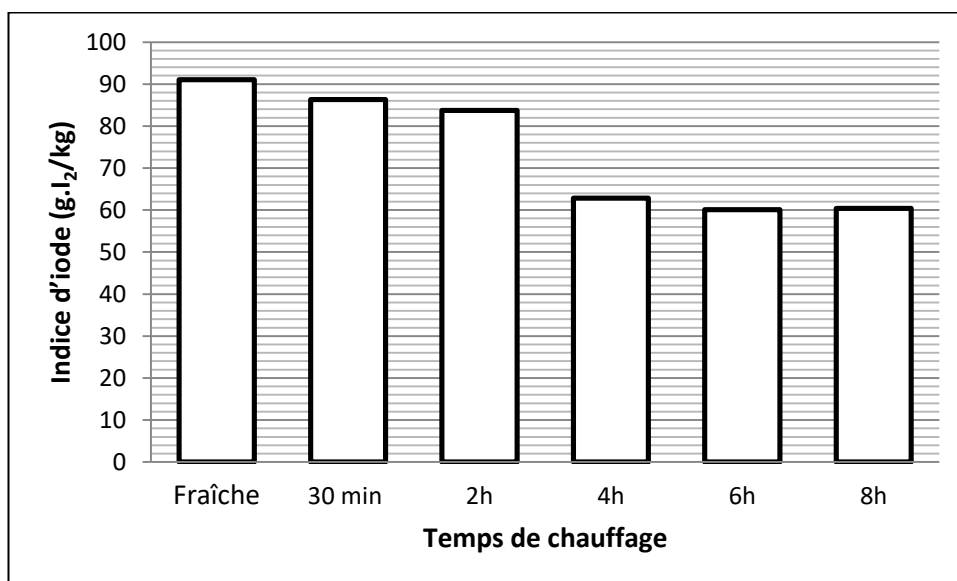


Figure 14. Evolution de l'indice d'iode de l'huile d'olive au cours du chauffage.

La diminution de l'indice d'iode est liée à la perte de liaisons éthyléniques des AGI suite à l'oxydation. Par ailleurs, *MILLER et WHITE (1988)* ont attribué cette diminution à des réactions de polymérisation se produisant au cours du chauffage de l'huile.

Les résultats enregistrés sont nettement inférieurs à ceux trouvés par *BENGANA et al, (2013)* sur l'huile extra vierge de la variété Chemlal et aussi les résultats trouvés par *HARANI et RAAB, (2012)* dont les valeurs varient de 83,82 à 85,31g d'iode/100g d'huile d'olive vierge de la région de Tizi-Rached.

I.2. Analyses physiques

I.2.1. Teneur en eau (Humidité)

L'eau et les substances volatiles sont déterminées par les pertes de poids de l'échantillon chauffé à 105°C pendant un temps suffisant pour permettre l'élimination totale de l'eau et des produits volatiles (*COI, 2011*).

La valeur d'humidité de l'huile d'olive analysée dans notre étude dépasse la norme établie par le Conseil oléicole International.

Tableau X. Evolution de l'humidité de l'huile d'olive pendant le chauffage.

Echantillons	Fraîche	30min	2heures	4heures	6heures	8heures
Humidité (%)	11,04	1,96	1,46	0,88	0,80	0,68

Les valeurs correspondent à vue seule répétition

D'après *MOIRENCE et NICOLAS (2006)*, la forte humidification de l'huile d'olive peut être liée aux problèmes techniques lors de l'extraction, plus exactement la qualité d'eau ajoutée au cours de malaxage, ou à un problème lors de la culture elle-même, ceci peut être également lié à la fréquence d'irrigation.

En outre, l'augmentation de la teneur en matière volatile dans une huile peut être expliquée par l'oxydation des acides gras constitutifs (*KLUA et al, 2007*). Toutefois, le cultivar, la région géographique, la maturation du fruit, les méthodes de transformation sont les paramètres qui influencent la composition volatile de l'huile d'olive (*BENIN CASA et al, 2003*).

L'humidité des huiles d'olive, indépendamment de l'origine géographique, est influencée par le mode d'extraction. Plusieurs auteurs ont rapporté que les valeurs relatives à l'humidité sont tributaires des conditions environnementales, la pluviosité, l'évaporation, l'irrigation et le contenu en huile (*INGLESE et al, 1996 ; GRATTAN et al, 2006 ; TOPLU et al, 2009*).

Le traitement thermique a induit une diminution significative du taux d'humidité de l'huile avec le prolongement de la durée de chauffage ; les pourcentages de diminution sont de 29,16% respectivement après 30 min, 2 heures, 4 heures, 6 heures et 8 heures de chauffage.

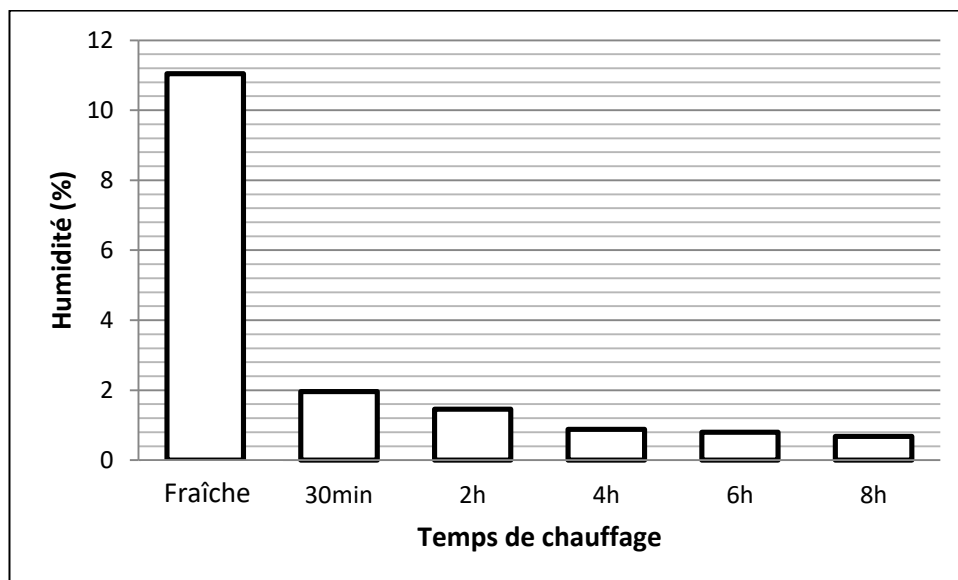


Figure 15. Evolution de l'humidité de l'huile d'olive au cours de chauffage.

La présence des quantités importantes d'humidité dans les huiles altère directement la qualité de celle-ci, qui pourrait catalyser la réaction d'hydrolyse en exposant par conséquent les acides gras insaturés de l'huile à l'oxydation.

I.2.2. Densité

La densité d'une huile est influencée par sa composition intrinsèque. La longueur de la chaîne hydrocarbonée ainsi que l'insaturation de ses AG constitutifs (*KARLESKIND, 1992*). (Elle est fonction non seulement de l'insaturation, mais aussi de son état d'oxydation ou de polymérisation. Elle dépend de sa composition chimique).

La densité des AG et des glycérides diminue au fur et à mesure que leur poids moléculaire diminue et le degré de l'insaturation augmente. (*WOLF, 1968*)

Selon le *Codex alimentarius* de (1989), la densité d'huile d'olive se situe entre 0,910 et 0,916. La densité de l'huile utilisée dans le présent est inférieure à cette norme, elle est de 0,887 (*Tableau XI*).

Tableau XI. Evolution de la densité de l'huile d'olive au cours du chauffage.

Echantillons	Fraîche	30min	2heures	4heures	6heures	8heures
Densité	0,887	0,8795	0,8795	0,884	0,8845	0,885

Ces résultats sont une moyenne de deux répétitions

Les valeurs obtenues dans notre étude sur l'huile extraite selon le processus moderne, sont inférieures à celle trouvée par *MOUHOUB et LEHARA, (2021)* qui est 0,91 sur une huile d'olive issue d'une huilerie traditionnelle ; ainsi, cette différence pourrait être liée à la technologie d'extraction, ou à la maturité et nature des olives utilisées.

D'après les résultats obtenus, la densité d'huile olive fraîches (Témoin) qu'on a utilisé dans notre expérimentation est 0,887, cette valeur inférieure à la norme peut être due à sa faible teneur en insaponifiable et aux conditions intrinsèques. Normalement, la densité doit être plus élevée que la norme car elle contient plus d'eau.

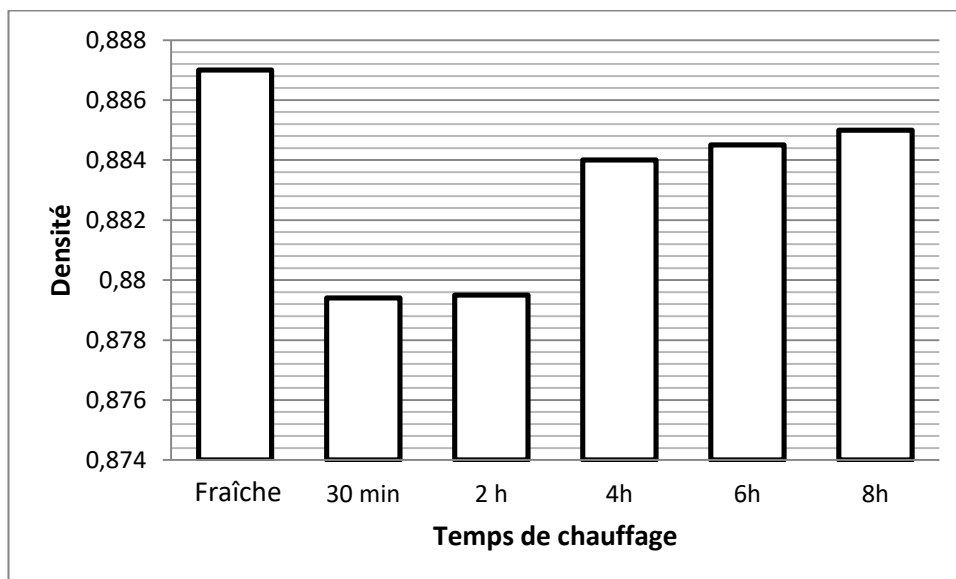


Figure 16. Evolution de la densité de l’huile d’olive au cours du chauffage.

D’après les résultats illustrés par la *Figure 16*, on remarque d’abord une diminution non significative de la densité après 30 minutes et 2 heures de chauffage, puis une augmentation jusqu’à la fin du traitement thermique.

La diminution de la densité pourrait être due à la libération des AGL de faible poids par hydrolyse des triglycérides de l’huile à teneur en eau élevée ; l’huile d’olive se « dilate » lorsque sa température augmente, et donc sa densité diminue.

L’augmentation de la densité pourrait être expliquée par le déroulement de la réaction de polymérisation des AG sous l’action de la chaleur appliquée (combinaison température et durée du chauffage) ; ce phénomène est favorisé surtout dans des bains profonds et à des températures élevées au cours de fritures répétées.

Nos résultats sont soumis à une analyse de la variance à un seul facteur (temps de chauffage) ; il ressort de ce traitement statistique que le facteur temps de chauffage agit d’une façon hautement significative ($p=0,02757$) ; cela est vérifié par le test de *NEWMAN-KEULS* au seuil de 5% regroupant les échantillons de l’huile chauffée dans deux groupes homogènes (A et B) (*Annexe 5*).

I.2.3. Viscosité

La viscosité pourrait être un bon test pour apprécier son état d'altération. Au cours des fritures, l'augmentation de la viscosité peut atteindre 20 à 70% de la valeur initiale selon le type d'huile examinée. (PERRIN, 1992).

La valeur de la viscosité de l'huile d'olive utilisée dans notre étude est estimée à 48,807 C.po (Tableau XII) ; elle est inférieure à la norme établie par COI. La viscosité de l'huile issue de l'extraction moderne est supérieure à celle de l'huile extraite selon le système traditionnel analysée par MOUHOUB et LEHARA, (2021), qui est de 41,06 C.po.

La viscosité pourrait être un bon test pour apprécier son état d'altération. Au cours des fritures, l'augmentation de la viscosité peut atteindre 20 à 70% de la valeur initiale selon le type d'huile examinée (PERRIN, 1992).

Nos résultats sont similaires à ceux obtenus par KEBAILI et NEDILI (2014), qui ont noté une augmentation de la viscosité d'huile d'olive moderne ; ils ont noté des valeurs de 46.412, 60.738 et 62.459 C.po respectivement pour la 1^{ère}, la 15^{ème} et la 20^{ème} friture. Cette différence peut être due, dans notre cas, augmentation de temps de chauffage et absence d'aliment.

Tableau XII. Evolution de la viscosité de l'huile d'olive pendant le chauffage.

Echantillons	Fraîche	30min	2heures	4heures	6heures	8heures
Viscosité (C.po)	48,807	66,807	53,732	53,459	55,692	58,060

Ces valeurs sont une moyenne de deux répétitions

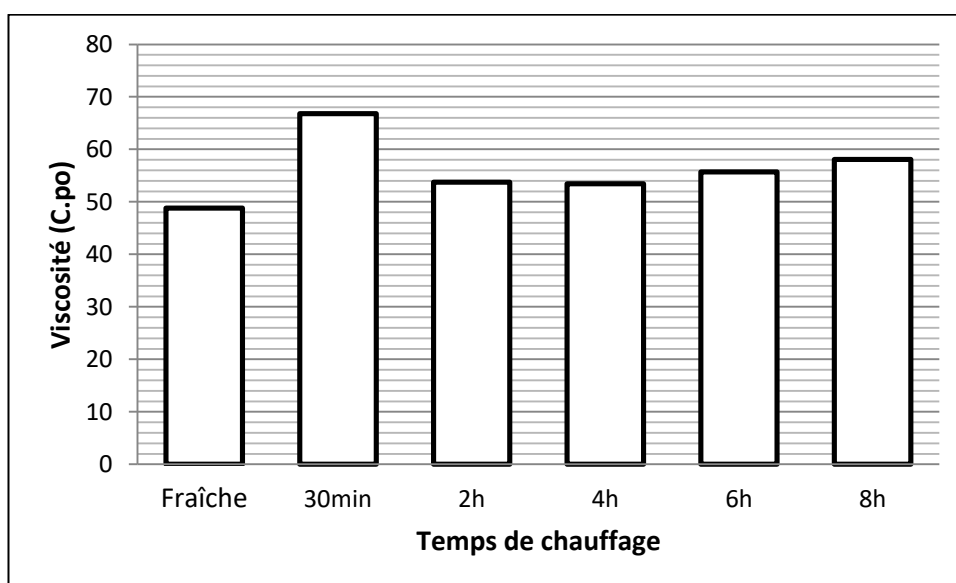


Figure 17. Evolution de la viscosité de l'huile d'olive au cours du chauffage.

Les résultats de l'évolution de la viscosité de l'huile pendant le chauffage est illustrée par la (*Figure 17*). L'augmentation de la viscosité au cours de ce traitement thermique est due à la polymérisation des molécules de triacyglycérolde l'huile et aussi à la formation des composés de haut poids moléculaires.

Les résultats obtenus sont soumis à une analyse de la variance à un seul facteur (temps de chauffage); il en ressort que le facteur temps de chauffage agit d'une façon très hautement significative ($p=0,00001$); cela est vérifié par le test de *NEWMAN-KEULS* au seuil de 5% regroupant les échantillons de l'huile chauffée dans cinq groupes homogènes (A, B, C, D et E) (*Annexe 7*).



Conclusion générale



Conclusion générale

L'objectif de ce travail est d'étudier l'effet du traitement thermique sur les caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive extraite selon la technologie moderne dans la région des *Ouadhias* durant la campagne oléicole 2020.

L'huile d'olive est chauffée dans une friteuse fermée à une température de 180°C ; des échantillons ont été prélevés après 30min, 2h, 4h, 6h et 8h de chauffage en continue. Les propriétés physico-chimiques ont été déterminées sur tous les échantillons.

Il ressort de cette étude que l'huile analysée est de la catégorie d'huile d'olive vierge courante dont l'acidité est $\leq 3,3$. L'acidité élevée de l'huile pourrait être due à sa teneur élevée en eau et/ou au stade de maturité avancée des olives.

Pendant le chauffage, l'acidité de l'huile d'olive chauffée en fonction du stockage ; augmente de manière significative après 4 heures de chauffage ; la valeur de cet indice diminue significativement à la 4^{ème} heure et 8^{ème} heure de chauffage. L'indice de peroxyde augmente significativement lors des premières heures du traitement thermique, puis diminue après 4 heures de chauffage, confirmant ainsi l'instabilité des hydro-peroxydés (premiers produits d'oxydation) aux températures élevées de leur transformation en produits secondaires.

La diminution de l'indice d'iode est fonction du temps de chauffage confirme le résultat de l'indice de peroxydes.

Il est judicieux de continuer cette étude en déterminant la teneur de cette huile en composés phénoliques dotés d'activité antioxydante et suivre l'évolution du taux de ces composés mineurs durant le traitement thermique.



Annexes



Annexe 1. Détermination de l'acidité

Matériels

- Une burette de 10ml ;
- Une éprouvette de 25ml ;
- Un erlenmeyer (fiolle conique) de 250ml ;
- Une balance de précision.

Réactif

- Ethanol à 96% ;
- Solution d'hydroxyde de potassium(0,1) ;
- Phénolphtaléine (10g dans litre d'éthanol 96) ;

Mode opératoire

- On dissout une prise d'essai (2,5g) dans 25ml d'éthanol, on chauffe la solution jusqu'à ébullition on ajoute 3 gouttes de phénolphtaléine ;
- On titre en agitant avec la solution d'hydroxyde de potassium jusqu'au virage de l'indicateur (coloration rose de la phénolphtaléine persistant durant au moins 10 secondes) ;
- On détermine le volume (V) de la solution titrée d'hydroxyde de potassium.

Annexe 2. Détermination de l'indice de peroxyde

Réactifs

- Mélange de 10ml de chloroforme et de 15ml d'acide acétique ;
- Iodure de potassium : solution aqueuse saturée récemment préparée ;
- Thiosulfate de sodium : solution aqueuse 0,01N ;
- Empois d'amidon : solution aqueuse à 1% récemment préparée à partir d'amidon natif.

Mode opératoire

- On pèse, à 0,001 g près, dans un ballon 2g de Corps gras auquel on ajoute 25ml du mélange chloroforme / acide acétique tout en agitant afin de faire dissoudre l'échantillon ;
- On ajoute alors 1ml de la solution de KI au mélange et on bouche aussitôt le flacon ;
- Après agitation du contenu du ballon pendant 1min, on le laisse pendant 5 min à l'abri de la lumière, puis on lui ajoute 75ml d'eau distillée afin d'arrêter la réaction ;
- On additionne alors au mélange l'indicateur d'iode. Si une couleur violacée apparaît après agitation énergique, il y'a présence de peroxydes ;

- On titre immédiatement, en agitant vigoureusement, avec la solution de thiosulfate de sodium jusqu'à disparition de la couleur violette ;
- On effectue un essai à blanc dans les mêmes conditions.

Annexe 3. Détermination de l'Indice d'Iode

Réactifs

- Alcool éthylique à 96° ;
- Iode, solution 0,2 N dans l'alcool éthylique ;
- Thiosulfate de sodium 0,1N ;
- Amidon soluble à 1 %.

Mode opératoire

- On pèse, au mg près, une prise d'essai d'environ 0,2 g de corps gras dans un ballon à fond plat, puis on ajoute à cette dernière 10 ml d'alcool éthylique tout en agitant afin de dissoudre le corps gras ;
- On additionne, après au ballon 10 ml d'iode 0,2N alcoolique et on mélange la solution, on rajoute, ensuite 30 ml d'eau et on ferme étanchement le ballon par le bouchon ;
- On agite la solution contenue dans le ballon énergiquement pendant 5 min ;
- On titre la solution par le thiosulfate de sodium jusqu'à l'apparition de la coloration jaune ;
- On ajoute à la solution 1 ml de la solution d'amidon ; la coloration devient bleu foncé ;
- On continue à titrer la solution par le thiosulfate de sodium jusqu'à la disparition de la coloration bleue. Soit V le volume de la solution de thiosulfate de sodium employée ;
- On réalise parallèlement l'essai à blanc dans les mêmes conditions et avec même conditions et avec les mêmes réactifs à l'exception du corps gras.

Annexe 4. Détermination de la teneur en eau et en matière volatiles

Matériels

- Une balance électronique ;
- Etuve de séchage et un dessiccateur ;
- Cristalliseur.

Mode opératoire

- Peser, à 0,001 g près, environ 5g de l'échantillon pour essai dans une boîte de pétri préalablement séchée et tarée ;

- On maintient la boîte de pétri la prise d'essai durant 2h dans l'étuve réglée à $103 \pm 2^\circ\text{C}$. On retire après ce délai la boîte de pétri de l'étuve et la laisse refroidir dans le dessiccateur jusqu'à la température ambiante, puis on pèse à 0,001g près.

Annexe 5. Analyse de la variance d'acidité

Tableau XIII. Analyse de la variance de l'acidité de l'huile étudiée.

	S.C. E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	1,544	11	0,14				
VAR.FACTEUR 1	1,295	5	0,259	6,23	0,02381		
VAR.RESIDUELLE 1	0,249	6	0,042			0,204	6,31%

Annexe 6. Analyse de la variance de densité

Tableau XIV. Analyse de la variance de la densité de l'huile étudiée.

	S.C. E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0	11	0				
VAR.FACTEUR 1	0	5	0	5,831	0,02757		
VAR.RESIDUELLE 1	0	6	0			0,002	0,20%

Annexe 7. Analyse de la variance de la viscosité

Tableau XV. Analyse de la variance de viscosité d'huile étudiée.

	S.C. E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	140,529	11	12,775				
VAR.FACTEUR 1	140,218	5	28,044	539,727	0,00001		
VAR.RESIDUELLE 1	0,312	6	0,052			0,228	0,43%



Références bibliographiques



Références bibliographiques

- ❖ **AOUKLI R., (2019).** Etude et qualitative des huiles d'olive de la région de DJAAFRA. Mémoire de master. Université Mohamed El Bachir El Ibrahimi. B.B.A
- ❖ **BRETON C., MEDAI F., PINATEL C., BERVILLE A., (2006).** De l'olive à l'oléastre : origine et domestication de l'Olea europaea L. Dans le bassin méditerranéen. Cahier Agriculteur. Vol. 15 n°4, p : 329-336.
- ❖ **BESANCON P., DEBOSQUE S., et DELPEUCH F., (2000).** Alimentation méditerranéenne et santé : actualités et perspectives. Edition John LibbeyEurotext, 176p.
- ❖ **BRENES M., ARANZAZU GRACIA., M. CARMEN DOBARGANES, JOAQUIN VELASCO, (2002).** AND CONCEPTION ROMERO. Influence of Thermal Treatments Simulating Cooking Processes on the Polyphenol Content in Vergin Olive Oil. J. Agric. Food Chem. 50,5962-5967. Hepatologia 1961 ;7 : 391-401.
- ❖ **BEN TEKAYA I et HASSOUNA M., (2007).** Effets des chlorophylles, du beta 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.
- ❖ **BOSKOU D., (2006).** Olive Oil: Chemistry and Technology, Second Edition (AOCS Publishing).
- ❖ **BROUSSE G. et LOUSSERT R., (1978) ;** L'olivier. Edition Maisonneuse la rose, Paris.
- ❖ **BOUHADJRAK., (2011),** Etude de l'effet des antioxydants naturels et de synthèse sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge ; thèse de doctorat, université mouloud Mammeri Tizi-Ouzou.
- ❖ **BENRACHOU N., (2013).** Etude des caractéristiques physico-chimiques et de la composition biochimique d'huiles d'olive issues de trois cultivars de l'Est algérien, Thèse de Doctorat, Université Badji Mokhtar Annaba.
- ❖ **BIANCHI G., (1999).** Extraction systems and olive oil. OCL.6(1): 49-55.
- ❖ **BENIN CASA, (2003).** Assay of aroma active components of virgin olive oils from southern Italian regions by SPME-GC/ion trap mass spectrometry. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 51, 733-741.
- ❖ **BENGANA M., BAKHOUCHE A., JESUS LOZANO-SANCHEZ., AMIR Y., YOUYOUA., SEGURA-CARRETERO A., FERNANDEZ-GUTIERREZ A. (2013).** Influence of olive ripeness on chemical properties and phenolic composition of Chemical.
- ❖ **CORTESI N., ROVELLINI P., FEDELI E., (2000).** Cultivars, technologie et qualité des huiles d'olives. Olivae, 81 :26-35.

- ❖ **COI., (2013).** Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. COI/T. 15 n° 3/Rév. 7.
- ❖ **CHEVALIER A., (1948).** L'origine de l'olivier cultivé et ses variations. Revue internationale de Botanique appliquée et d'agriculture Tropicale. N 303-304. Janvier-Février 1948.
- ❖ **CHARLES GUY., (2008).** Asthme lergies chez l'enfant et l'adolescent. Masson, Paris, 213.
- ❖ **C.O.I., (2011).** L'huile d'olive et ses propriétés antioxydantes. Conseil Oléicole International.
- ❖ **CIMATO, A., (1990).** Effect of agronomic factors on virgin olive oil quality. *Olivae.*, 31 : 20-31.
- ❖ **CAVUSGLO and OKTAR., (1994).** Les effets des facteurs agronomiques et des conditions de stockage avant la mouture sur la qualité de l'huile d'olive. *Olivae*, 52 :18-24.
- ❖ **CHIBANI, (2020)** Novembre, la production oléicole en forte baisse. El Watan.
- ❖ **DJADOUN.S., (2011).** Influence de l'hexane acidifié sur l'extraction de l'huile de grignon d'olive assistée par micro-ondes. Mémoire de magister. Faculté des sciences, département de chimie. UMMTO.
- ❖ **DOGO et al., (2004).** Caractérisation d'huiles d'olive vierges siciliennes. Variation qualitative des huiles de fruits des cultivars « Biancolilla, Nocellara Del Belice, Cerasuola, TondaIblea et Crastu » en fonction des techniques et de l'époque de récolte des olives. *Oivae*, 101 : 44-52
- ❖ **DI GIOVACCHINO., (1991).** L'extraction de l'huile d'olive par les systèmes, de la pression, de la centrifugation et de la percolation : incidences des techniques d'extraction sur le rendement en huile. *Science et technique* (21) : 15-37.
- ❖ **EYMARD S., (2003),** Mise en évidence et suivi de l'oxydation des lipides au cours de la conservation et de la transformation du chinchard (*Trachurustrachurus*) :choix des procédés ; Thèse de doctorat ; université de Nantes.
- ❖ **FOUIN J., SARFAIT C., (2002).** Le guide des huiles d'olive. Editions du Rouergue. 335p.
- ❖ **FEDELI E., (1997).** Technologie de production et de conservation de l'huile. In : Encyclopédie.
- ❖ **FOURATI et al., (2003).** Etude comparative des caractéristiques pomologiques et physico-chimique d'une trentaine de cultivars d'olivier. *Olivae* (42) : 22-35.
- ❖ **GHEDIRA K., (2008).** L'olivier. *Phytothérapie* 6, 83-89.
- ❖ **HASLAM E., (2005).** Natural polyphénols (Vegetable Tannins) as Drugs : Possible Mode of Action. *J. Nat. Prod.* 59 :205-15.
- ❖ **KIRITSAKIS, A. et MARKAKIS, P. (1987)** Olive oil: a review. *Adv. Food Res*, 31: 453-482.
- ❖ **KLUA et al, (2007).** *Olivae* oil volatile compounds, flavor development and quality. *Food chemistry*, 211:776-783.

- ❖ **KAILIS., S.G., (2017).** Olives. In Encyclopedia of Applied Plant Sciences. (Elsevier), pp. 23-245.
- ❖ **KARLESKINDE., (1992).** Tl. Principaux constituants chimiques des corps gras. Ed Lavoisier :95p,358p.
- ❖ **KHLIF et al., (2003).** La chaine continue de l'extraction d'huile d'olive en Tunisie : technique et utilisation. Oivae (96) : 38-39.
- ❖ **LEROY.I., (2011) :** L'huile d'olive dans tous ses états pp50 – 51 : Thèse Pour Le Diplôme D'état De Docteur En Pharmacie.
- ❖ **LANZON A., ALBI T., CERT A., et GRACIAN J, (1994)** The hydrocarbon fraction of virgin olive oil and changes resulting from refining. Journal of the American Oil Chemists' Society. 71,285-291.
- ❖ **MAILER, R. J., & AYTON, J., (2004).** Comparison of olive oil (Olea europaea) quality extracted by stonemill and hammermill.
- ❖ **MAILLARD., 1975.** L'olivier, Ed comité technique de l'olivier, Pris, page 75.
- ❖ **MICHEL O., (2002).** Analyse des corps gras. Technique de l'ingénieur, traité Analyse et caractérisation. P 3325.
- ❖ **MATOS L. C., CUNHA S. C., AMARAL J. S., PEREIRA J. A, ANDRADE P. B., SEABR R. M. & OLIVEIRA B.P.P., (2007).** Chemometric characterization of three varietal olive oils (Cvs. Cobrançosa, Madural and Verdeal Transmontana) extracted from olives with different maturation indices. Food Chemistry, 102:406-414.
- ❖ **MANSOUR, A.B., GARGOURI, B., FLAMINI, G., BOUAZIZ, M. (2015).** Effect of agricultural sites on differentiation between Chemlali and Neb Jmel olive oils. Journal of Olea Science, 64(4), 381-392.
- ❖ **NEFZAOUI, (1983).** Ensiling olive pulp with ammonia. Effects on voluntary intake and digestibility measured among sheep. 34 th Annual Meeting of the EAAP study commission. Madrid, October 1983: 18.
- ❖ **NEFZAOUI A., (1983) ;** L'utilisation des sous-produits de l'olivier en alimentation animale en Tunisie. Division de la production et de la santé animale. F.A.O., Rome.
- ❖ **OUHADJ., (2020).** Etude bibliographique de la qualité des huiles d'olive de quelques variétés Algériennes.
- ❖ **OUAOUICHE et CHIMI., (2007).** Guide du producteur de l'huile d'olive. Ed « ONUDI ». Vienne : 1-34.
- ❖ **PERRIN (1992) :** Analyse des corps gras, détermination de l'altération. In: Manuel des corps gras. KARLESKIND A. Tome II. Ed. Tec & Doc. Lavoisier.

- ❖ **Perez-Jimenez F., Ruano J., Perez-Martinez P., Lopez-Segura F. & Lopez-Miranda J., (2007).** The influence of olive oil on human health: not a question of fat alone. *Molecular Nutrition Food Research*, 51: 1199-1208.
- ❖ **PERONA J. S., ALONSO A. & MARTINEZ-GONZALEZ M., (2010).** Vergin olive oil and blood pressure in hypertensive elderly subjects. *Olives and olive Oil in Health and disease Prevention*, 85 :807-812.
- ❖ **PERRIN J.L., (1992) ;** Les composés mineurs et les antioxydants naturels de l'olive et de son huile. *Revue Française des corps gras* 39ème année, N° 12. PP : 25-32.
- ❖ **PARIS RR., MOYSE H. (1971)** Précis de matière médicale. Pharmacognosie spéciale des dicotylédones gamopétales. Tome III Edition Masson, 510p.
- ❖ **RYAN, D et KEVIN, K. (1998).**School of science and Technology. Charles strutUniversity (Australie), p : 28.
- ❖ **RAHMANI., M., (2007),** Méthode d'évaluation de la stabilité oxydative des lipides. Institut Agronomique et Vétérinaire Hassan II Département des sciences Alimentaires et nutritionnelles.
- ❖ **SHKLAR G. & OH S. K., (2000).** Experimental basis for cancer prevention by vitamin E. *Cancer Invest*, 18: 214-22.
- ❖ **STEFANOUDAKI and KOUTSAFTAKIS., (1995).** Les caractéristiques qualitatives de l'huile d'olive crétoise. *Olivae*.56 :51-53.
- ❖ **SOLINAS M., (1992) ;** Les principes d'extraction de l'huile d'olive. *Olivae*. N°42, pp :31-35.
- ❖ **TORRES and MAESTRI., (2006).** The effects of genotype and extraction methods on chemical composition of virgin olive oils from Traslasierra Valley (Cordoba, Argentina). *Food Chemistry*. 96 : 507-511.
- ❖ **TANOUTI, K et al., (2011).** Isly Huile d'olive vierge ; Analyse des Triglycérides et composition en Acides gras, *LES TECHNOLOGIES DE LABORATOIRE- 2011, N°23*, pp58-63.
- ❖ **VENKATESHWARLU G., LET M. B., MEYER A. S & JACOBSEN C (2004).** Modeling the sensory impact of defined combination of volatile lipid oxidation products on fishy and metallic off-flavors. *Journal of Agricultural and food Chemistry*. 52(6) pp 1635-1641.
- ❖ **VISIOLI F. and GALLI C., (1998).** Olive oil phenols and their potential effects on human health. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 46: 4292-4296.
- ❖ **ZOUGAB., (2016),** Effet de traitement thermique par micro-onde sur la qualité physico-chimique de quelques variétés d'huile d'olive d'Algérie. Mémoire de master. Université M'Hamed Bougara Boumerdes.

Webographie

- ❖ ANONYME, 2007_a. <http://www.wikipedia.com>
- ❖ ANONYME, 2007_b. <http://www.info-huiledolive.net/toutsavoir.htm>
- ❖ ANONYME, 2008. <http://www.Wikipedia.com>.
- ❖ ASSMAN G., et WAHRBURG U., (2008). Effets des composés mineurs de l'huile d'olive sur la santé. Institut de recherche sur l'athérosclérose, université de Munstre Allemagne, 1-8.
- ❖ AL- REWASHDEH A., (2010), Blood lipid profile oxidation and pressure of men and women consumed olive oil. Pakistan Journal of nutrition, 9(1): 15-26.
- ❖ BRETON., (2006). Reconstruction de l'histoire de l'olivier et de son processus de domestication. These de doctorat. 2006. In: www.wikipedia.com