

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

Université Mouloud MAMMERI de Tizi-Ouzou
Faculté des Sciences Biologiques et des Sciences Agronomiques
Département de Biologie

Mémoire

En vue d'obtention
Du diplôme de Master académique en science de la nature et de la vie

Option Oléiculture-Oléotechnie

Thème

*Influence de degré de maturité sur la qualité de
l'huile d'olive de la variété chemlal produite
dans la région d'Akbou (Béjaia).*

Présenté par :

- Hamama Djamila

- Smail Ryma

Promoteur :

Mr BENGANA .M

Membres de jury :

Président de jury : Mr DOUFENE.H

Maitre de conférences, U.M.M.T.O

Examineur 1 : Mr SADOUDI.R

Maitre de conférences B, U.M.M.T.O

Examineur 2 : Mr KOURABA.K

Maître de conférences B, U.M.M.T.O

Promotion 2014- 2015

Remerciements



Nous remercions Dieu le tout puissant de nous avoir donné la force et le courage pour accomplir ce travail.

Nous exprimons nos sincères remerciements à notre promoteur Mr BENGANA.M d'avoir accepté de nous cadrer et l'intérêt qu'il a apporté à notre travail.

Nous tenons également à exprimer nos sincères remerciements à Mr DOUFENE. H d'avoir accepté de présider le jury de soutenance, et Mr KOURABA et Mr SADOUDI.R d'avoir accepté d'examiner notre travail.

Nous remercions aussi M. Kemiche Rabah d'avoir mis à notre disposition les échantillons d'olives.

Nos remerciements vont à tous les enseignants du département des sciences biologiques et des sciences agronomiques qui ont contribué à notre formation en particulier Mr KELLOUCHE.A responsable du Master Oléiculture-Oléotechnie, pour ses efforts, sa patience et ses orientations.

Nos plus vifs remerciements s'adressent aussi à tous le personnel du laboratoire d'analyse commun de biologie.

Dédicaces

On dédie ce modeste travail à :

- *Nos familles*
- *Nos amis (e)s*
- *A tous ceux qui nous sont chers*

Djamila & Ryma

Sommaire

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

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

Partie bibliographique

Chapitre I : L'huile d'olive

I. l'olive et l'huile d'olive.....	2
1.1. Description.....	2
1.2. La composition chimique.....	2
2. L'huile d'olive	3
2.1. La technologie d'extraction d'huile d'olive.....	3
2.1.1. La récolte des olives	3
2.1.2. Transport et le stockage des olives	3
2.1.3. L'effeuillage et lavage	3
2.1.4. Le broyage.....	4
2.1.5. Le malaxage	4
2.1.6 .Extraction de l'huile	4
2.2. La composition chimique de l'huile d'olive	4
2.2.1. La fraction saponifiable	5
2.2.1.1. Composition en triglycérides.....	5
2.2.1.2. La composition en acides gras.....	5
2.2.2 .La fraction saponifiable	6
2.2.2.1. Les composés phénoliques.....	6
2.2.2.2. Les hydrocarbures.....	7
2.2.2.3. Les stérols.....	8
2.2.2.4. Les tocophérols	8
2.2.2.5. Les pigments.....	8
2.2.2.6. Autres composés	8

Sommaire

Chapitre 02 : les facteurs influençant la qualité d'huile d'olive.

2.1. La variété	10
2.2. Effet du climat.....	10
2.3. Altitude	11
2.4. Maturation	11
2.5. L'irrigation.....	12
2.6. Récolte et période de récolte	12
2.7. La fertilisation	13
2.8. L'entretien du sol.....	13
2.9. La taille	14
2.10. Contrôle et traitement phytosanitaire	14
2.11. La durée du stockage des olives	15
2.12. Le matériel d'extraction.....	15
2.13. Effet du système d'extraction	16
2.13.1. Effeillage.....	16
2.13.2. Lavage	16
2.13.3. Broyage.....	16
2.13.4. Malaxage.....	17
2.13.5. Séparation de l'huile et de grignon.....	17

Partie pratique

Matériels et méthodes

1. Echantillonnage.....	18
2. Analyses physico-chimique de l'huile d'olive vierge	18
2.1. Analyses de la qualité.....	18
2.1.1. La teneur en eau et en matières volatiles	18
2.1.2. Acidité	19

Sommaire

2.1.3. Indice de peroxyde	19
2.1.4. Absorbance en ultraviolet.....	20
2.2. Analyse de composition.....	21
2.2.1. Teneur en composés phénoliques	21
2.2.2. Teneur en chlorophylle et en caroténoïdes.....	21

Résultats et discussion

I. les indices de qualité de l'huile d'olive vierge	23
1.1. Teneur en eau et en matières volatiles	23
1.2. L'Acidité	24
1.3. Paramètres d'oxydation de l'huile	26
1.3.1. Indice de peroxyde	26
1.3.2. Absorbance spécifiques au rayonnement ultra violet	28
2. Les composés phénoliques et les pigments	30
2.2. Teneur en pigments.	31
2.2.1. Teneur en chlorophylles	32
2.2.2. Teneur en caroténoïdes	33
Conclusion	35

Références bibliographiques

Annexes

Résumé

Liste des abréviations

AFNOR : association française de normalisation

AGI : acide gras insaturé

AGMI : acide gras mono-insaturé

AGS : acide gras saturé

C° : degré Celsius

cm : centimètre

C.O.I. : conseil oléicole international

g : gramme

Ha : hectare

HDL : lipoprotéine de haute densité

Ip : indice de peroxyde

kg : kilo gramme

L : litre **M** : masse molaire

LDL : lipoprotéine de faible densité

m : masse

meq : milliéquivalent

mg : milligramme

ml : millilitre

N : normalité

nm : nanomètre

ppm : partie par million

TG : triglycéride

UV : ultraviolet

V : volume

Liste des figures

Figure 01 : composition physique de l'olive.....	2
Figure 02 : Origine de l'hydroxytyrosol	7
Figure 03: Les teneurs en eau et en matières volatiles en (%) des huiles d'olives vierges extraites des olives récoltées à différentes dates.....	24
Figure04: Les taux d'acidité des huiles d'olives vierges extraites des olives récoltées à différentes dates.....	25
Figure05: les valeurs moyennes de l'indice de peroxyde (meq g d'O ₂ /kg) des huiles d'olive vierge extraites des olives récoltées à différents dates.....	27
Figure n° 06: les valeurs moyennes de l'absorbance à 232 nm de l'huile d'olive vierge extraite des olives récoltées à différentes dates.....	28
Figure n° 07: les valeurs moyennes de l'absorbance à 270 nm des échantillons des huiles d'olive vierge extraite des olives récoltées à différentes dates.....	29
Figure n° 08: Les teneurs en composés phénoliques (mg/kg) de l'huile d'olive vierge extraite des olives récoltées à différentes dates.....	31
Figure n°09 : les teneurs en chlorophylle (mg/kg) de l'huile d'olive vierge obtenue des olives récoltées à différentes dates.....	32
Figure n°10: les teneurs en caroténoïdes (mg/kg) dans l'huile d'olive vierge extraite des olives récoltées à différentes dates.....	33

Liste des figures

Liste des tableaux

tableau N° I : présente la composition chimique du fruit.....	2
Tableau N° II : Composition de l’huile d’olive en triglycérides	5
Tableau N° III: Composition de l’huile d’olive en acides gras.....	6
Tableau N° IV: classification des échantillons d’huile analysés selon la norme du COI, 2011.....	30

Introduction

L'huile d'olive vierge est définie sur le plan commercial, nutritionnel et sensoriel **(Duran, 1990)**. L'huile d'olive, extraite à partir des olives saines par pression et à froid, recèle des caractéristiques organoleptiques et nutritionnelles qui la rend très appréciée par le consommateur. La composition chimique de l'huile d'olive est caractérisée par la présence de deux principaux composés : les composés majeurs ($\approx 98\%$), et des composés mineurs ($\approx 2\%$) **(Boskou, et al., 2003)**. Les composés majeurs sont constitués principalement par triglycérides et une faible concentration de diglycérides et une certaine proportion des acides gras libres. La valeur nutritionnelle de l'huile d'olive est attribuée à sa teneur élevée en acide oléique, acide gras mono insaturé, et les constituants mineurs tel que les composés phénoliques, tocophérols et caroténoïdes, alors que leurs propriétés sensoriels, principalement l'arôme, est le résultat d'un mélange complexe de composés volatiles **(Servili, et al, 2002 ; García-Gonzalez, et al, 2008, Farag et al., 2003)**.

Par ailleurs, différentes études ont montré que l'huile d'olive vierge est le facteur principal des bienfaits nutritionnels et diététique du régime alimentaire méditerranéen **(García-Gonzalez, et al, 2008)**. En effet, un pourcentage élevé des acides gras mono-insaturés au détriment des acides gras polyinsaturés réduit le risque l'athérosclérose **(Moreno et al, 2003)**. L'effet anti-athérosclerotique de l'huile d'olive vierge est dû principalement à la présence de l'oleuropeine et de l'hydroxytyrosol **(Cicerale, et al., 2009)**. D'autres parts, les phénols ont un rôle potentiel dans la prévention du cancer **(Fabiani et al., 2006 et Covas, M. I., et al., 2008 García-Gonzalez, et al, 2008)**, particulièrement la prévention du cancer du sein **(García-Gonzalez, et al, 2008)**.

Plusieurs facteurs peuvent influencer la qualité de l'huile d'olive produite. Le stade de maturité (**Conde et al, 2008, Gimeno, 2002**), le types de cultivar **(Nakbi et al, 2010, Issaoui, 2010, Gómez-Rico et al, 2008 ; D'Imperio, 2007)** et la région de la culture **(Youni et al, 2011 ; Dag et al, 2011, Ayhan Dagdelen et al 2013, Allalout et al 2013)** ce sont les principaux facteurs étudiées ayant une influence sur la composition de l'huile d'olive vierge, particulièrement la composition en acides gras et la composition en antioxydants qui sont représentés par les composés phénoliques, α -tocophérol et la β -carotène.

La variété chemlal est la plus dominante des variétés cultivées en Algérie, c'est une variété à l'huile, elle est plus répandue au nord centre du pays, particulièrement en Kabylie. Cette variété est caractérisée par sa bonne productivité, la finesse de sa qualité et la bonne conservation de son huile. A travers notre présent travail nous avons fixé comme objectif, la caractérisation chimique de l'huile d'olive vierge, et l'évolution de cette composition au cours de la maturation des olives. Nous avons choisi à cet effet, une localité très réputée par une bonne production de l'huile d'olive située dans la région d'Akbou, la wilaya de Béjaïa.

I. L'olive et l'huile d'olive :

1.1. Description :

L'olive est une drupe charnue, elle se compose de trois parties : le noyau (endocarpe), la pulpe (mésocarpe) et la cuticule (épicarpe) (figure 1). La grande partie de l'huile (96 à 98%) se trouve dans le mésocarpe, dans la cellule y existe sous deux formes :

- Une forme dite libre dans les vacuoles.
- Une forme liée à l'intérieur du cytoplasme, cette forme de l'huile est difficile à extraire et est entraînée avec les pertes (Roehly, 2000).

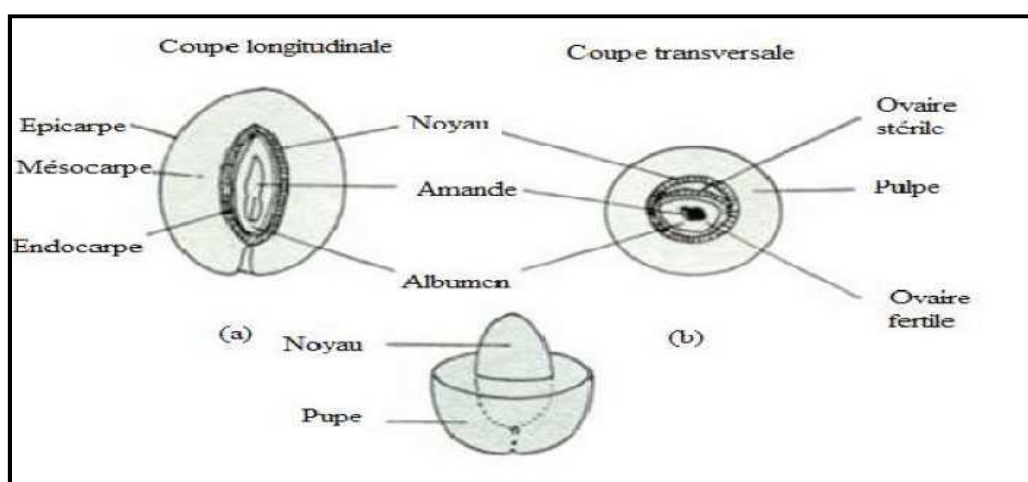


Figure 01 : composition physique de l'olive.

1.2. La composition chimique :

Les composés chimiques se répartissent différemment dans les trois parties de l'olive. Ce fruit renferme de nombreux constituants en particulier des lipides qui lui donnent son fort pouvoir énergétique.

Tableau N°I : présente la composition chimique du fruit.

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

2. L'huile d'olive :

2.1. La technologie d'extraction d'huile d'olive :

2.1.1. La Récolte des olives:

La récolte des olives est une opération qui demande une main d'œuvre considérable et un coût élevé (**DI Giovacchino, 1997**). Cette opération peut se faire par deux méthodes :

- **la récolte manuelle** : c'est la plus ancienne, qu'elle soit réalisée par chute naturelle du fruit, à la main ou encore avec simple instruments de gaulage (**Civantos et al, 1997**).
- **la récolte mécanique** : elle fait appel à des machines (vibreurs de troncs...etc.) auxquels il faut faire adapter les vergers (terrains et densité de plantation) (**Civantos, 1988**).

2.1.2. Transport et le stockage des olives :

Le transport des olives du verger à l'huilerie doit se faire dans les meilleures conditions pour éviter leur détérioration. Ainsi, il est conseillé d'éviter le transport en vrac qui présente des risques de compression et d'éclatement des fruits (**Lopez-Villata, 1997**). L'altération des olives se répercute sur l'altération de la qualité des olives vierge résultante (**Angerosa et al., 2004**). Il est souvent recommandé l'usage de caisses à parois perforées afin de faciliter l'aération des olives et d'éviter par conséquent les risques de fermentation (**Chimi, 2001**). Pour produire une huile d'olive vierge de qualité, les olives doivent être utilisées le plus vite possible après la récolte, idéalement dans les 24 heures. Les olives doivent être maintenues dans un endroit (place, local) bien ventilé, à une température inférieure à 25°C et une humidité relative au-dessous de 75%, jusqu'à l'extraction. Quand le stockage est rendu nécessaire avant l'extraction, les olives doivent être épandues en couche peu profonde et est maintenue dans un espace (endroit) bien ventilé, frais et sec (**Lopez-Villata, 1997**).

2.1.3. L'effeuillage et Lavage :

Cette opération est importante pour éliminer les matières étrangères provenant de la plante (feuilles, rameaux, etc.), du terrain (terreau,...etc.) (**Fedeli, 1997**). Dans les unités modernes, l'effeuillage est réalisé par aspiration à l'aide d'une soufflerie et le lavage est effectué dans une laveuse hydropneumatique (**Chimi., 2001**).

2.1.4. Le Broyage :

Les olives sont broyées entièrement avec leurs noyaux jusqu'à l'obtention d'une pâte homogène. Cette opération a pour but la rupture de cellules de la pulpe, le concassage du noyau et l'écrasement de l'amande, donc la libération de l'huile des vacuoles (**DI Giovacchino, 1991**).

2.1.5. Le Malaxage :

Le malaxage est une étape qui permet de réunir en une phase continue les gouttelettes d'huile dispersé dans la pâte (**Benyahia ET Zein, 2003**). Dans le cas d'extraction par centrifugation, et lors du malaxage, l'ajout de l'eau tiède est nécessaire pour faciliter cette opération (**Chimi, 2001**).

2.1.6. Extraction de l'huile :

L'extraction peut être effectuée par divers systèmes technologiques dont les plus répandus sont :

➤ **système d'extraction par pression :**

Le système est discontinu où l'huile est obtenue grâce à la pression hydraulique à froid. La pâte est répartie en couches sur des scourtins qui sont empilés les uns sur les autres pour être pressés. On obtient deux phases, une phase liquide (huile et l'eau de végétation) et une phase solide (les grignons) (**DI Giovacchino, 1997**).

➤ **Système d'extraction par centrifugation :**

L'utilisation de la centrifugation dans l'extraction de l'huile est une technique relativement récente qui repose sur la différence entre les poids spécifiques de l'huile, de l'eau et du grignon (**Fedeli et DI Giovacchino, 1997**). Cette technique permet de séparer la pâte d'olive en deux et en trois phases : l'huile d'olive vierge, les margines et le grignon.

2.2. La composition chimique de l'huile d'olive :

L'huile d'olive est composée d'une fraction saponifiable constituée de triglycérides et d'une fraction insaponifiable (composants mineurs). La fraction saponifiable représente 99% de l'huile, avec une faible teneur en acides gras saturé et une teneur élevée en acides gras monoinsaturé (**Jactot et Richard, 1997**).

2.2.1. La fraction saponifiable :

2.2.1.1. Composition en triglycérides :

Ce sont des esters d'acides gras et du glycérol. Les glycérides constituent le principal composant de l'huile d'olive, environ 98% (**Ollivier et al., 2004**). Le triglycéride majoritaire de l'huile d'olive est la trioléine (ooo) (**Ruiz et al, 1998**). La composition en triglycérides de l'huile d'olive vierge est donnée dans le tableau II.

Tableau II : Composition de l'huile d'olive en triglycérides (**Ryan et al., 1998**).

Nature	% triglycérides
OOO	40-60
POO	10-20
OOL	10-20
POL	5-7
SOO	3-7

O= acide oléique.

L= acide linoléique.

P= acide palmitique.

S= acide stéarique.

2.2.1.2. La composition en acide gras :

La composition en acides gras de l'huile dépend de la maturité de l'olive triturée (**Baccouri et al., 2008**). Le principal acide gras insaturé majoritaire 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%) (**Psomadou et al., 2000**). Cependant, l'huile d'olive

est relativement pauvre en acide gras saturés, mais avec une teneur importante en acides gras essentiels (linoléique, linolénique) qui font de l'huile d'olive un produit d'une grande valeur sur le plan nutritionnel, biologique et une excellente source de lipides alimentaires (**Nouhad et Tsimidou, 1998**).

Les limites des teneurs en acides gras fixées par le COI sont représentées dans le tableau N°III.

Tableau III: Composition de l'huile d'olive en acides gras (**Conde et al., 2008**).

Famille de constituants	Constituants	Teneur
Acides gras (99%)	Acide palmitique (C ₁₆ : 0)	7,5-20%
	Acide palmitoléique (C ₁₆ : 1)	0,3-3,5%
	Acide stéarique (C ₁₈ : 0)	0,5-5,0%
Acide gras mono-insaturés (76,6%)	Acide oléique (C ₁₈ : 1)	55-83%
	Acide arachidique (C ₂₀ : 0)	< 0, 7%
	Acide gondoïque (C ₂₀ : 1)	0,5 %
	Acide lignocérique (C ₂₄ : 0)	< 0,5%
Acide gras polyinsaturés (8,6%)	Acide linolénique (C ₁₈ : 3)	< 1,0%
	Acide linoléique (C ₁₈ : 2)	3,5- 21%

2.2.2. La fraction insaponifiable :

La fraction insaponifiable dans l'huile d'olive renferme un mélange complexe de composés. Cette fraction représente environ 1 à 2% du poids total de l'huile. Les composés mineurs, malgré leur faible teneur, jouent un rôle important sur le plan sensoriel, conservation de l'huile et sur le plan thérapeutique (**Llor, 2003**).

2.2.2.1. Les composés phénoliques :

Les composés phénoliques présents dans l'huile d'olive, extractibles par le mélange eau/méthanol, sont communément désignés comme bio-phénols (**Uccella, 2001**).

La fraction phénolique de l'huile d'olive est constituée d'un mélange hétérogène de composés. Chacun affecte les propriétés chimiques et a une influence particulière sur la qualité de l'huile (**Psomiadou et al., 2003**).

Les monomères phénoliques de l'huile d'olive, qui regroupent les acides et les alcools phénoliques sont (en ordre alphabétique) : 4-acétoxy-éthyle-1, 2- di hydroxy benzène, 1-

acétoxypinoresinol, apigénine, l'acide caféique, l'acide cinnamique (pas un phénol), acides o – et p-coumarique, acide férulique, l'acide gallique, l'acide homovanillique, acide p hydroxy benzoïque, hydroxy tyrosol, lutéoline, l'oleuropéine, pinorésinol, acide protocatéchique, l'acide sinapique, l'acide syringique, tyrosol, l'acide vanillique et la vanilline. La présence d'acide élénolique (pas un phénol) dans la même fraction a également été vérifiée à plusieurs reprises (**Mateos *et al.*, 2001 ; Boskou et IN. Gunstone ., 2002**).

Le tyrosol, l'hydroxytyrosol et leurs dérivés sont les principaux représentants de la fraction monomérique. La partie la plus polaire de l'extrait méthanol/eau contient les phénols libres et les acides phénoliques. La partie la moins polaire contient l'oleuropéine aglycones (l'hydroxytyrosol estérifié à l'acide élénolique) et le ligstroside (tyrosol estérifié à l'acide élénolique), la lutéoline et l'apigénine (flavones), et aussi l'acide cinnamique et l'acide élénolique.

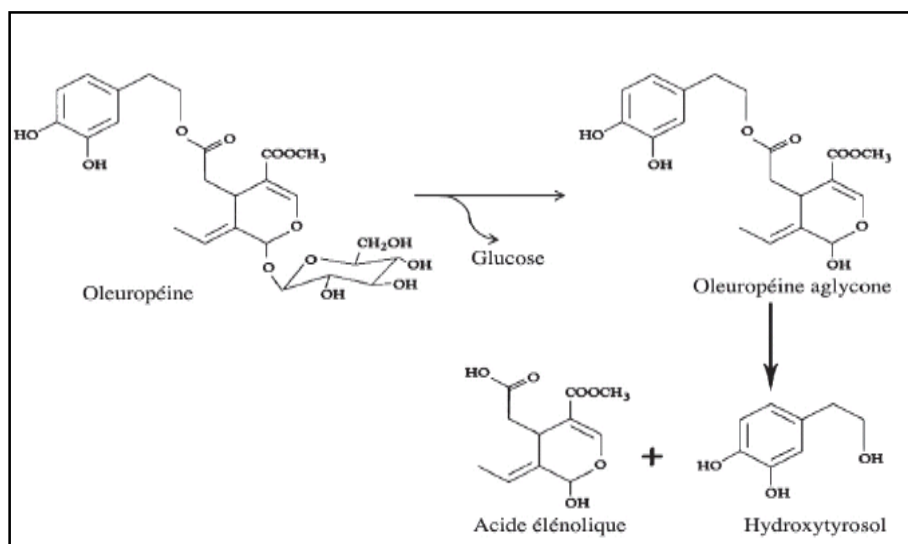


Figure 02 : Origine de l'hydroxytyrosol (Granados-Principal *et al.*, 2010).

L'hydroxytyrosol, présent dans les fruits d'olive, est dans sa forme glycosylée, mais principalement liée sous forme d'ester à la fraction aglycone de l'oleuropéine. Au cours de l'étape de malaxage, l'hydroxytyrosol est libéré sous l'action des glycosidases et des estérases. Ce processus hydrolytique, qui améliore également la quantité de composés carbonylés, favorise la formation de dérivés isochromane (**Granados-Principal *et al.*, 2010**).

2.2.2.2. Les hydrocarbures :

Le principal hydrocarbure de l'huile d'olive est le squalène, un triterpène qui apparaît dans la voie de la biosynthèse du cholestérol.

Une étude menée par(**Kiritsakis ,1993**) rapporte que l'huile d'olive possède la plus haute teneur en squalène comparée aux autres huiles : entre 136 à 708 mg/g. Ces données sont en accords avec celles d'(Owen *et al*), qui compare les concentrations de squalène dans l'huile d'olive vierge extra, vierge raffinée et d'autres. Ces résultats ont été confirmés par une étude menée par (**Perona *et al* en 2003**) qui a identifié un taux de squalène dans une huile d'olive vierge égal à 3709 ppm.

2.2.2.3. Les stérols :

Les stérols sont présents dans l'huile d'olive sous forme libre et estérifiée avec les acides gras. Ils sont présent dans l'huile d'olive à raison de 100 à 300 mg/100g, il s'agit entre autre de sitostérol (75 à 90 %), de 5avénastérol (3 à 14 %), du campe stérol (2 à 4 %) et de 7stigmastérol (0.8%). L'huile d'olive est la seule huile végétale qui contient un taux aussi élevé de sitostérol lequel s'oppose à l'absorption du cholestérol alimentaire (**Ryan *et al.*, 1998**).

2.2.2.4. Les tocophérols (vitamine E) :

La teneur totale en tocophérol dans l'huile d'olive est très variable puisqu'elle a été reportée dans une gamme allant de quelques mg à 450 mg/kg d'huile (**Boskou *et al.*, 2006**). L'alpha-tocophérol représente à lui seul 90% de la totalité de tocophérol (**Sherwin, 1976**), mais on trouve également un peu de beta et gamma tocophérol, alors que le delta tocophérol n'est présent qu'à l'état de traces (**Veillet, 2010**).

2.2.2.5. Pigments :

La couleur de l'huile d'olive est le résultat des teintes vertes et jaunes en raison de la présence de chlorophylles et de caroténoïdes, respectivement. Elle est influencée par le cultivar d'olive, l'indice de maturation, la zone de production, le système d'extraction et les conditions de stockage. Par conséquent, la couleur est considérée comme un indice de qualité malheureusement, des méthodes standardisées pour sa mesure n'existent pas à ce jour. Les chlorophylles perdent leurs ions magnésium et se transforment en phéophytines qui sont des

pigments verts olives- jaunâtres. Parmi ces derniers, la phéophytines est prédominante (**Lanzon et al., 1994**).

2.2.2.6. Autres composés :

L'huile d'olive contient de nombreux autres composants qui sont importants pour diverses raisons (**Ryan et al., 1998**).

L'arôme délicat de l'huile d'olive tire son origine d'un grand nombre de composants qui sont classés en hydrocarbures aliphatiques, alcools aliphatiques et triterpéniques, aldéhydes, cétones, esters, éthers et dérivés furaniques et thiophéniques.

La teneur en principaux composés aromatiques de l'huile d'olive est inférieure à 1mg/Kg (**Mordret, 1999**), cette teneur est influencée par le cultivar, les conditions climatiques, pédologiques et culturales (**Kritsakis, 1993**).

II. Les facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive:

La qualité est un concept très large qui exige une définition. Dans le cas de l'huile d'olive. Ce terme est utilisé pour faire référence à la présence d'une série de caractères qui la distinguent des autres huiles. Certaines définitions de qualité font référence à la conformité aux normes établies ou à l'aptitude à l'emploi telle qu'elle est jugée par le consommateur et non par le fournisseur du service **(Ryan et al, 1998)**.

La qualité de l'huile est la résultante d'une série d'interactions entre facteurs génétiques, environnementaux et technologiques qui marquent aussi bien la phase de développement et de maturation du fruit que sa transformation **(Inglese, 1994)**.

2.1. La variété:

La qualité de l'huile d'olive est tributaire d'un élément important: la variété. Lors d'un choix d'une variété à utiliser, l'agriculteur détermine la qualité future de sa production car la qualité des olives est sous forte influence de la variété. Cette dernière conditionne la teneur en huile des olives ainsi que les niveaux des divers composants de l'huile.

La composition en acides gras varie sensiblement d'une variété à une autre, à l'intérieur de leurs intervalles caractéristiques, les plus importants ayant été relevés concerne l'acide oléique, l'acide linoléique et le rapport AGI/AGS **(Cavusogu et Oktar, 1994)**.

Les caractères génétiques influent sur la résistance ou la susceptibilité aux maladies, ravageurs et aléas climatiques du cultivar et qui déterminent la qualité de l'huile, le calibre de fruit, le cycle de maturation, la résistance des fruits au détachement,...etc.**(Cavusoglu et Oktar, 1994)**.

2.2. Effets du climat:

Le climat exerce une grande influence sur la qualité du fruit, à noter que dans les milieux les plus froids, les olives risquent de geler et de donner ainsi une huile de qualité médiocre ; dont la saveur rappelle le bois **(Civantos, 1986 ; Fontanazza, 1988 ; Cavusoglu et al, 1990)** par contre, la température élevée diminue la synthèse des stérols, du squalène, de l'acide oléique et de certains triglycérides **(Aparicio et Luna, 2002)**.

La culture de l'olivier est une culture très sensible aux températures hivernales inférieures à 0°C et même pour des températures inférieures à 10°C qui contribuent à l'arrêt du

processus de fécondation pendant la période de floraison. Ceci a pour effet la non fécondation des fleurs et la chute précoce des fruits et un ralentissement du processus de grossissement de ces derniers à cause de l'effet excessif de l'évapotranspiration. Cela a des retombées négatives sur la qualité et la quantité d'huile extraite (**Ouaouich et Chimi ,2007**).

2.3. Altitude:

D'après une étude menée par (**Aparicio et Luna, 2002**), les huiles issues des variétés des vallées présentent des taux plus élevés en stérols, en polyphénols et en tocophérols, mais des taux faibles en chlorophylles et en acides par rapport à celles des variétés montagneuses.

2.4. Maturation:

Le degré de maturité des olives au moment de la trituration, affecte aussi bien la qualité que le rendement d'extraction des huiles qui en sont produites comme suit :

Au stade de maturité précoce (stade vert), les olives sont peu riches en huile et donnent un produit fini très susceptible à l'oxydation de par sa teneur exceptionnellement élevée en pigments chlorophylliens, favorisant l'oxydation en présence de lumière. L'huile issue d'olives vertes est également moins riche en composés phénoliques doués de propriétés anti oxydantes tels que l'hydroxytyrosol et l'acide caféique.

A maturité complète (stade noir), il y'a une influence négative sur le taux des composés mineurs responsables des attributs sensoriels de l'huile (composés aromatiques, polyphénols) et de sa stabilité à l'oxydation (polyphénols). Il favorise également la chute des olives, qu'elle soit naturelle ou provoquée (pluie, vent, attaques par les ravageurs de l'olivier). Les olives donnent des huiles moins aromatisées ; moins riches en composés phénoliques à activité antioxydante ; et ont tendance à être plus acides en fonction du temps de séjour sur le sol, et absorbent des odeurs étrangères. Si les fruits surmûrissent sur les arbres, ils épuisent leurs réserves nutritives et accentueront l'alternance durant l'année suivante.

Aussi pour assurer une production oléicole de qualité, il faut procéder à la récolte à un stade optimale de maturité. L'époque optimale de récolte doit être déterminée pour chaque variété et par région oléicole, en prenant en considération les objectifs suivants:

- Une teneur maximale en huile dans les fruits.
- Une huile de meilleure qualité.

- Un cout aussi faible que possible de la récolte (**Ouaouich et Chimi ,2007**).

Les paramètres qui mesurent l'état d'oxydation des huiles (acidité, indice de peroxyde, résistance à l'oxydation) indiquent une détérioration progressive de la qualité de l'huile au fur et à mesure de l'avancement de la maturation (**Koutsaftakis et al, 2000**).

En général, les huiles obtenues à partir des olives à maturation précoce montrent une augmentation dans la composition en acides gras insaturés par contre, la prolongation de la présence du fruit sur l'arbre après la maturité contribue à la réduction des substances aromatiques et au changement de la couleur de l'huile (**Psyllakis et al,1980**).

2.5. L'irrigation:

L'irrigation réduit considérablement le phénomène de la chute physiologique et favorise le déroulement normal du processus de maturation des fruits (**Çavusoglu et Oktar ,1994**). En effet, c'est au printemps qu'il faut éviter les déficits hydriques, parce que c'est la période de production des fleurs et le déficit en eau conduit à une augmentation de l'avortement ovarien (**Ouaouich et Chimi, 2007**).

Les études ont montré que les composés chimiques les plus influencés par l'irrigation sont les composés phénoliques, le taux de polyphénols dans l'huile d'olive issue des variétés irriguées est plus élevé que dans celle issue des variétés non irriguées. En plus, l'irrigation provoque une légère augmentation de l'acide palmitique et une teneur en acide oléique et linoléique plus élevée dans les huiles des oliviers irrigués (**Angrosa et al, 2004 ; Ouaouich et al,2007**).

2.6. Récolte et période de récolte:

La récolte est un moment important qui nécessite une particulière attention étant donnée ses répercussions sur la qualité de l'huile d'olive (**Argenson ,1999**).

La cueillette peut s'effectuer à la main. C'est l'opération qui convient le mieux pour obtenir la meilleure qualité de l'huile vierge car les olives sont cueillies sélectivement selon leur degré de maturité, c'est une méthode couteuse en main d'œuvre.

Elle peut faire appel à l'usage des gaules pour faire tomber les fruits. Le fait de frapper les branches fructifères provoque la chute des brindilles qui doivent porter la fructification de l'année suivante. Par ailleurs, les olives qui tombent par terre, subissent des lésions à travers

lesquelles pénètrent les parasites du sol. La productivité de l'olivier s'en trouve compromise et la qualité de l'huile altérée. L'acidité augmente, le profil du goût et de l'arôme changent.

Une fois la maturité atteinte les fruits peuvent tomber par terre et l'oléiculteur se contente de les ramasser, si cette méthode permet d'obtenir un volume d'huile élevé, la qualité s'en trouve altérée, le taux d'acidité est élevé et l'odeur de l'huile modifiée.

Des équipements sont utilisés actuellement en récolte mécanique et parmi eux on peut citer les crochets vibrants ; les peignes oscillantes et les vibreurs.

Si ces machines gagnent du terrain dans les pays industrialisés à cause de la cherté de la main d'œuvre, dans les pays du sud de la Méditerranée ; elles sont d'un usage peu courant. Considérées sous l'aspect économique, des machines bien rentables présentent des inconvénients de laisser 20 à 30% de fruits sur l'arbre. Les vibreurs n'étant pas sélectifs, les fruits récoltés présentent des maturations hétérogènes surtout au point de vue degré maturité, ce qui ne manque pas d'affecter négativement la qualité de l'huile qui en est extraite (**Ouaouich et Chimi , 2007**).

La période de récolte joue un rôle déterminant dans la production de l'huile, plusieurs paramètres peuvent être étudiés afin de déterminer la date optimale de la récolte tels que: indice de maturité, rendement en huile, dosage des polyphénols, les poids et dimensions du fruit, etc. (**Ait yacine et al, 2001**).

2.7. La fertilisation:

La composition de l'huile est fortement influencée par les niveaux d'azote et de phosphore appliqués, tandis que l'effet de l'apport en potassium est négligeable. Les teneurs en acide oléique, en composés phénoliques et l'indice de peroxyde diminuent, tandis que la teneur en acide α -linoléique augmente lors d'apports en azote et en phosphore (**Ouaouich et Chimi, 2007**).

2.8. L'entretien du sol :

L'olivier pousse mal sur les sols argileux (<40%) à cause de l'asphyxie que subissent les racines durant les saisons pluvieuses, sans oublier qu'en été, ce type de sol se caractérise par des fissures qui engendrent un dessèchement des racines et les oliviers souffrent par la suite d'un manque d'eau. Les conséquences néfastes d'un tel sol se résument en une chute importante des fruits et en un calibre réduit des olives, ce qui affecte la qualité et le rendement

de l'huile extraite. Au contraire les sols exposés aux pluies, ils seront épuisés par l'arbre pendant le printemps pour alimenter sa végétation ce qui améliore la qualité et le rendement en huile (**Ouaouich et Chimi ,2007**).

2.9. La taille :

La taille permet de maintenir un équilibre qui assure à l'olivier une production soutenue, elle réduit la phase juvénile improductive et s'oppose à la sénescence de l'arbre, une maturité régulière et un meilleur calibre aux olives. En outre, elle facilite la lutte contre les parasites et les maladies de l'olivier, permet un meilleur fonctionnement de l'appareil photosynthétique constitué par les feuilles et facilite les opérations de cueillette. Elle limite aussi les surfaces évaporantes et réduit ainsi les besoins en eau de l'arbre (**Ouaouich et Chimi ,2007**).

2.10. Contrôle et traitement phytosanitaire:

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

L'action nuisible des insectes ravageurs tels que :*Batrocera oleae* ainsi que les maladies parasitaires affectent la quantité et la qualité des deux principaux produits de l'olivier: l'huile d'olive et les olives de table (**Cavusoglu et Oktar ,1994**). Trois types de dégâts sont causés aux olives à huile: chute prématurée des fruits attaqués, disparition d'une partie de la pulpe et diminution de la qualité de l'huile (**Michelakis, 1990**).

Vus les effets néfastes des ravageurs et des maladies, le traitement phytosanitaire s'impose comme moyen pour améliorer la productivité de l'olivier et la qualité de cette production. Deux traitements sont possibles: la lutte chimique contre les parasites est réalisée par des pesticides (insecticides) de synthèse. Quant à la lutte biologique, qui ne pose pas de problèmes de résidus, elle consiste, par exemple, en l'élevage et la stérilisation des mâles du *bactrocera olea* qui, une fois lâchés, s'accouplent avec les femelles. Ces dernières pondent des œufs stériles et la population diminue progressivement (**Ouaouich et Chimi, 2007**).

2.11. La durée de stockage des olives :

Les olives sont souvent entassées et stockées incorrectement dans des sacs en jute, généralement à ciel ouvert et à température ambiante ou elles effectuent des séjours allant de trois jours à une semaine et au delà d'un mois surtout les années de productions exceptionnelles, avec des hauteurs variables de 40cm à plus de 2 m ce qui se répercute sur la qualité des huiles qui vont être extraites (**Khlif et al, 1991**). A l'intérieur des tas d'olive la température et l'hygrométrie s'élèvent, ce qui constitue des conditions idéales pour la pullulation et l'activité des micro-organismes et des enzymes. Il s'ensuit alors l'accélération de la fermentation des olives, l'augmentation de l'acidité et par conséquent l'altération de l'huile.

2.12. Le matériel d'extraction :

Les innovations technologiques que connaissent ces dernières années le matériel et les installations d'oléifaction ont porté préjudice à la qualité de l'huile, puisque certaines d'entre elles ont entraîné la réduction des teneurs en polyphénols (**DI Giovacchino , 1991,1996 ; Khlif ,1994**) et du rendement de 1 à 4% par rapport au système à pression (**SOLINAS ,1992 ;Khlif ,1994**). C'est ainsi que la centrifugation de la pâte donne des huiles plates, décolorées, pauvres en constituants phénoliques et aromatiques (**Montedoro ,1989**).

L'acidité libre: sur le plan de l'acidité, le système de centrifugation de la pâte donne dans certains cas des huiles d'acidité inférieure à celles obtenues par pression.

Les polyphénols: il semble que l'eau ajoutée au décanteur au cours de la centrifugation de la pâte provoque le lessivage d'une partie des poly phénols qui sont des composés hydrosolubles, de ce fait, les huiles en sont moins riches et par conséquent moins stables. Ces résultats confirment ceux avancés par (**DI Giovacchino ,1991**).

Enfin, il est à noter que les disques métalliques utilisés en grand nombre, dans les super-presses risquent de communiquer à l'huile un goût de fer prononcé puisque le disque perd en moyenne plus de 500g de son poids au cours d'une campagne (**Khlif ,1983**).

2.13. Effet du système d'extraction :

2.13.1. Effeillage:

Cette opération est nécessaire pour éviter une coloration trop verdâtre de l'huile, se traduisant par un excès d'amertume et par une moindre aptitude à la conservation de l'huile. Le poids des feuilles à tolérer ne doit pas dépasser 1% du poids du lot d'olives à triturer. L'opération est effectuée par des machines effeuilleuse-laveuse en même temps (**Ouaouich et Chimi, 2007**).

2.13.2. Lavage:

Il s'agit d'une opération fondamentale pour éviter les problèmes suivants:

- Une interférence des terres avec la couleur et les autres propriétés organoleptiques (odeur, goût) d'huile.
- Une baisse du rendement d'extraction, sachant que les terres accompagnant les olives absorbent près du quart (25%) de leur poids en huile.
- Une durée de conservation réduite de l'huile dépend aussi de certaines traces métalliques dans les terres qui sont des catalyseurs de l'oxydation de l'huile.
- Une augmentation de la proportion des <fonds de pile> qui entravent une bonne séparation des phases liquides (**Ouaouih et Chimi ,2007**).

2.13.3. Broyage:

Il est réalisé à l'aide d'un broyeur à marteau. Le broyage des olives ne doit pas être trop grossier, ni trop fin, il doit être adapté à la condition physique des olives et à leur degré de maturité.

Selon la norme du Conseil Oléicole International(COI), la durée de broyage ne doit pas dépasser 20 à 30 minutes. Si le broyage est plus prolongé les poly phénols inhibiteurs naturels de l'oxydation ainsi que l'huile produite s'oxydent en présence de l'air, cette dernière perd de sa qualité (**Ouaouich et Chimi ,2007**).

2.13.4. Malaxage:

Dans le cas des huileries disposant d'équipements de centrifugation, c'est le cas de l'unité en chaîne continue à deux phases (systèmes écologiques), l'opération de malaxage s'avère nécessaire, elle doit être réalisée pendant 60 minutes au minimum et à des températures supérieures à la température ambiante mais ne dépassant pas 25°C (**Ouaouich et Chimi, 2007**).

2.13.5. Séparation de l'huile et de grignon :

Pour l'unité équipée de chaîne continue avec centrifugation (système à deux phases), le rendement est meilleur et le temps de séparation est réduit à moins d'une heure. L'huile élaborée est de meilleure qualité et riche en polyphénols naturels, particulièrement les diphenols, qui sont de bons inhibiteurs d'oxydation.

La centrifugeuse, tournant à une vitesse de 3.000 à 4.000 tours par minute, permet de séparer huile et le grignon riche en eau de végétation des olives.

Cette unité disposant de centrifugeuse horizontale, n'est pas polluante car l'effluent ou l'eau de végétation n'est pas produit par contre le grignon se trouve humidifié. Pour le valoriser, il faut abaisser son humidité jusqu'à 50% d'eau. Ce sous-produit doit être éloigné de l'unité pour ne pas contaminer l'huile produite qui risque d'absorber les mauvaises odeurs par la fermentation du grignon (**Ouaouich et Chimi, 2007**).

La dilution des pâtes d'olives avec de l'eau chaude au cours du système de centrifugation se traduit par une réduction de la teneur en antioxydant naturels (phénols totaux, o-diphenols) des huiles produites (**DI-Giovacchino, 1996 ; Angerosa et al, 2004**).

Les huiles produites par les systèmes de pression et de percolation sont plus riches en antioxydants naturels, en outre, les huiles obtenues par le système de pression présentant des caractéristiques sensorielles indésirables (odeur de ferment, moisi...etc.) par rapport à celles obtenues par le système de centrifugation à trois phases.

Objectif

Notre travail a pour but l'évaluation de la qualité de l'huile d'olive vierge produite à partir des olives récoltées à différentes dates, correspondant à différents stades de maturité. Dans cette étude nous avons réalisé des analyses de qualité et de composition. Les indices de qualité permettent de classer les échantillons en différentes catégories d'huile en se référant aux normes du COI, 2011. Les teneurs en composés mineurs (composés phénoliques et les pigments) renseignent sur la stabilité oxydative et les caractéristiques sensorielles de l'huile.

1. Echantillonnage :

Les olives ont été récoltées dans la région d'Akbou (Béjaia). Au total douze échantillons d'olives ont été récoltés pendant trois mois et à raison de quatre échantillons par mois, le : 13/12/2014 ; 15/01/2015 et 15/02/2015. L'huile d'olive vierge a été extraite dans une huilerie moderne à trois phases. Les échantillons d'huile destinés à l'analyse sont conditionnés dans des bouteilles en vers couvertes par du papier aluminium pour les protéger de la lumière.

2. analyse physico-chimique de l'huile d'olive vierge

2.1. Analyse de la qualité

2.1.1. Teneur en eau et en matière volatiles

Ce dosage consiste en une dessiccation du produit à température de 105°C pendant une heure dans une étuve ventilée à la pression atmosphérique (AOAC, 1995).

Principe :

La prise d'essai contenue dans une capsule est chauffée à $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$ jusqu'à l'élimination totale d'eau et de matières volatiles. On détermine alors la perte de masse de la prise d'essai (Annexe 01).

La teneur en eau et en matière volatiles (H) exprimée en pourcentage en masse est calculée selon la formule suivante :

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

Avec :

P : prise d'essai en g.

m_1 : masse de creuset et l'échantillon avant étuvage en g.

m_2 : masse de creuset et échantillon après étuvage en g.

2.1.2. Acidité

L'acidité est le pourcentage d'acides gras libres exprimé conventionnellement en acide oléique de poids moléculaire 282,5 g/mole pour l'huile d'olive. Sa détermination est basée sur la neutralisation des acides gras libre par une solution de KOH à chaud en présence de phénolphthaléine (ISO, 660).

On met en solution une prise d'essai dans un mélange de solvant (éthanol) puis on titre les acides gras présents à l'aide d'une solution hydroxyde de potassium en présence de phénolphthaléine comme indicateur coloré.

Expression des résultats :

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

Où :

N : normalité de la solution de potasse KOH (0,1 N).

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

M : poids moléculaire de l'acide oléique (282,5g/mole).

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

2.1.3. Indice de peroxyde

Il est exprimé en méq g d'oxygène actif pouvant être libéré d'un échantillon de lipide. Il est déterminé suivant la norme ISO, 3960 dont le principe consiste à traiter le corps gras en solution dans l'acide acétique et du chloroforme par une solution d'iodure de potassium, et à réaliser le titrage de l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon utilisé comme indicateur coloré.

Expression des résultats :

$$IP = (v - v_0) / p \times N \times 1000.$$

Avec :

V : volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisé (ml).

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

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

P : masse de la prise d'essai.

2.1.4. Absorbance en ultraviolet :

La détermination de l'absorbance spécifique au rayonnement ultraviolet a été effectuée conformément à la norme AFNOR NF T60-223 de juillet 1978. Le principe de la méthode consiste en la mesure de l'absorbance à 232nm et à 270nm d'un échantillon de corps gras en solution dans l'hexane. La quantité de l'huile dans le solvant (%) 0.1g d'huile dans 10 ml et la précision est de 0.0001.

Principe :

Le principe de cette méthode consiste en la mesure de l'absorbance à 232 nm et 270 nm d'un échantillon de l'huile en solution dans l'hexane (Annexe 02).

Expression des résultats :

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

Avec :

E_{1cm}(λ) : extinction spécifique à la longueur d'onde λ.

A_λ : densité optique à la longueur d'onde λ.

D : épaisseur de la cuve en cm.

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

2.2. Analyse de composition :

2.2.1. Teneur en composés phénoliques :

La concentration en composés phénoliques est déterminée en utilisant le réactif de folin-ciocalteu. Ce dernier est constitué d'acide phosphomolybdique et d'acide phosphotungstique qui seront réduits par les composés phénoliques pour donner une coloration bleue, et ceci en milieu alcalin. L'intensité de cette coloration est directement proportionnelle à la concentration des polyphénols dans la solution.

La courbe d'étalonnage, ainsi que les valeurs d'absorbance à 725nm obtenus par spectrophotomètre (UV-visible) des solutions analysées, nous permettent de déterminer leur teneur en composés phénoliques (**Annexe 07**).

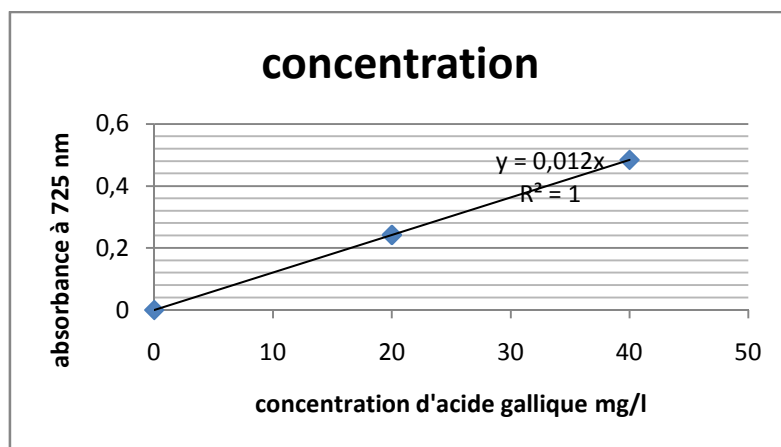


Figure : courbe d'étalonnage pour dosage des polyphénols

2.2.2. Teneur en chlorophylle et en caroténoïdes :

La détermination de la teneur en chlorophylle et en caroténoïdes a été effectuée conformément à la méthode décrite par Minguez et al., (1991).

La mesure l'absorbance de l'huile à 670 nm pour les chlorophylles et à 470 nm pour les caroténoïdes est donnée en (Annexe 08).

Expression des résultats :

Les teneurs en chlorophylle et en caroténoïdes sont exprimées en mg/kg ; elles sont données par les formules suivantes :

Matériel et méthodes

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

$$\text{Caroténoïdes (ppm)} = \frac{A_{470} \cdot 10^6}{2000 \cdot 100 \cdot d}$$

Où :

A : absorbance à la longueur d'onde indiquée.

d : épaisseur de la cuve en cm.

1. Les indices de qualité de l'huile d'olive vierge :

Les huiles d'olive sont classées par les différents organismes internationaux selon leur qualité établie sur la base de certains paramètres. Ces paramètres vérifient les processus hydrolytique et oxydative qui prend place dans les fruits et durant les processus technologiques d'extraction, et aussi durant la conservation de l'huile.

Commun à toutes les organisations internationales ces paramètres sont : le taux d'acides gras libres, l'indice de peroxyde, Abs dans l'UV et les caractéristiques organoleptiques.

D'après (**Kristakis ,1998**), le cultivar et la région de la culture n'ont pas d'influence significative sur les paramètres de qualité lesquels sont cependant principalement affectés par l'attaque par la mouche de l'olive, les méthodes inadéquates de récolte, de transport et de stockage des olives.

1.1. Teneur en eau et en matières volatile

L'huile peut renfermer de l'eau ayant pour origine les procédés d'extraction, ainsi que les tissus végétaux. Cette eau constitue un facteur limitant de la conservation de l'huile d'olive, c'est pour cette raison qu'elle doit se présenter à un seuil minimal ou complètement absente dans l'huile. En effet, la présence des traces d'eau dans l'huile peut favoriser l'hydrolyse enzymatique des triglycérides pour libérer des acides gras libres (**Vierling ,2003**).

Les teneurs en eau et en matières volatiles des échantillons analysées sont illustrés dans la figure 03.

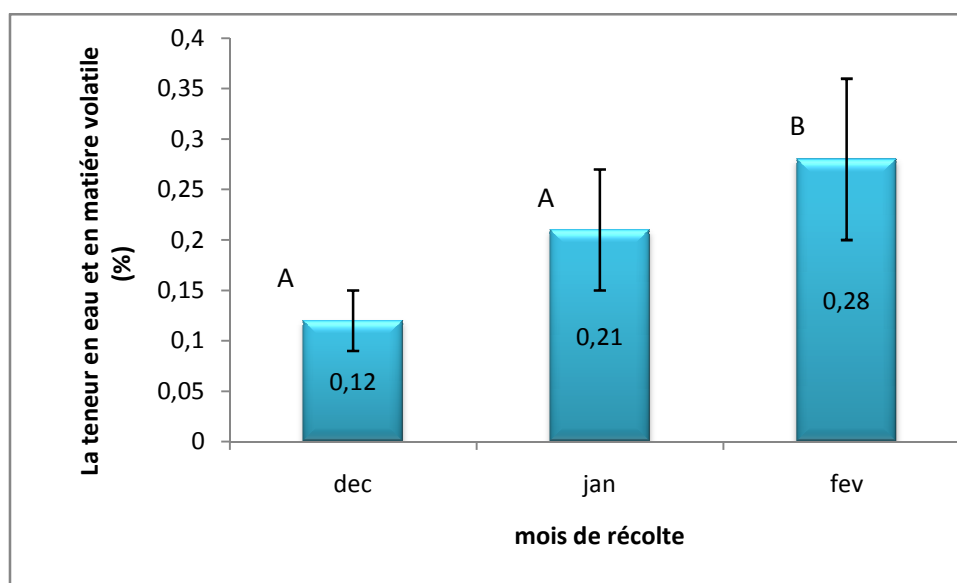


Figure 03: Les teneurs en eau et en matières volatiles en (%) des huiles d’olives vierges extraites des olives récoltées à différentes dates.

L’analyse de la variance a révélé une différence significative ($p = 0.02$) de la teneur en eau de l’huile d’olive vierge issue des olives récoltées à différentes dates. Les valeurs moyennes enregistrées augmentent avec le retardement de la date de récolte, en effet, la valeur la plus faible été obtenue au mois de décembre (0.12%) et la plus élevée a été enregistrée au mois de février (0.28). Le conseil oléicole international fixe une valeur maximale de 0.2% pour l’huile d’olive vierge. Cette norme est dépassée par les échantillons du mois de janvier et du mois de février. La présence des traces d’eau dans l’huile après l’étape de centrifugation peut s’expliquer par le manque de l’efficacité de la centrifugeuse verticale (**Chimi ,2006**). Dans certaines huileries modernes, après centrifugation l’huile passe à travers des filtres pour éliminer l’eau résiduelle pour améliorer ainsi la qualité de l’huile et prolonger sa durée de conservation.

Autres les systèmes d’extraction, plusieurs auteurs ont rapporté que les valeurs relatives à l’humidité sont tributaires des conditions environnementales dominantes, dont la pluviosité (**Alves M et al ; 1995**), et le degré de maturité à la récolte (**Lavee, 1997**).

1.2. L’acidité:

La mesure de l’acidité d’un corps gras nous renseigne sur la teneur en acides gras libres résultant de l’hydrolyse enzymatique et chimique des glycérides (mono-et di glycérides) (**Karleskind ,1992**). L’acidité de l’huile se développe dans les fruits au cours de la maturation, au moment de la récolte (fruits endommagés) et au cours de stockage des olives et

Résultats et discussion

de l'huile (**Mordret et al ; 1997**). L'acidité, critère de qualité important, permet de classer l'huile en différentes catégories en fonction de leurs teneurs en acides gras libres (**Manai et al, 2006**).

Les résultats des taux d'acidité enregistrés dans notre étude sont illustrés dans la figure 04.

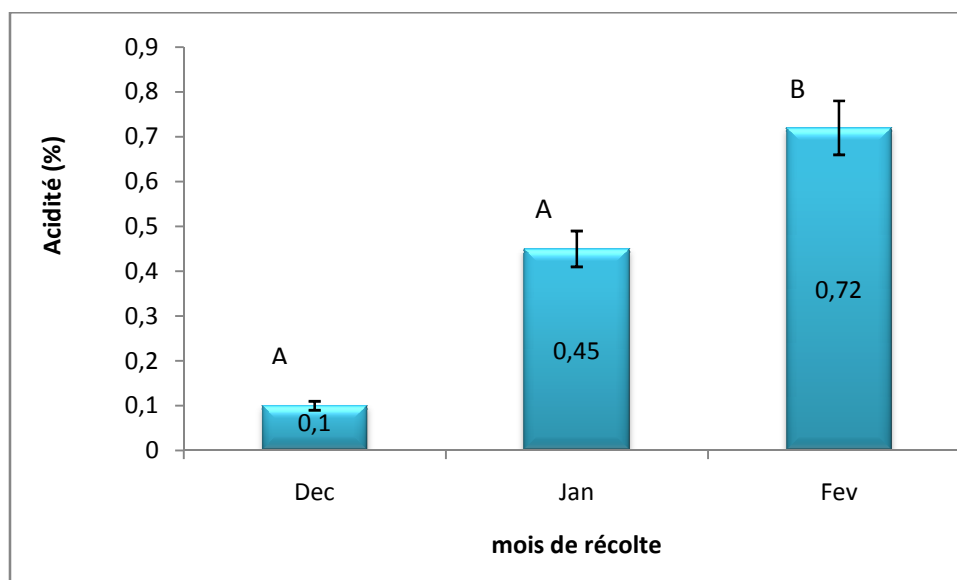


Figure 04: Les taux d'acidité des huiles d'olives vierges extraites des olives récoltées à différentes dates.

Les taux d'acides gras libre de l'huile d'olive vierge des échantillons analysés augment avec le prolongement de la date de récolte. En effet, la valeur la plus faible (0.1%) a été enregistrée en moins de décembre, et la valeur moyenne la plus élevée a été obtenue en moins de février (0.72%) ; en mois de janvier le taux d'acidité et de 0.45%. Selon (**Dugo et al, 2004**), le taux d'acidité de l'huile augmente au cours de la maturation des olives, ainsi, les taux d'acidité sont plus élevés dans les olives récoltées tardivement. Par ailleurs, les taux d'acidité des échantillons sont classés dans la catégorie de l'huile d'olive vierge extra et vierge dont le taux d'acidité est inférieur ou égale à 0.8% fixé par la norme du **COI, 2011**.

1.3. Paramètres d'oxydation de l'huile :

L'oxydation constitue le facteur majeur de la détérioration de la qualité de l'huile d'olive. L'oxydation affecte la valeur nutritionnelle et sensorielle de l'huile d'olive vierge (**Morales et al., 1997**).

L'évaluation de degré d'oxydation de l'huile est basée sur la détermination des produits d'oxydation primaires et secondaires (**Martinez Suarez, 1973**). Au premier stade d'oxydation il y a formation des hydro peroxydes à partir des acides gras polyinsaturés, suite à un mécanisme radicalaires. Les hydro peroxydes n'ont ni odeur, ni goût. Les hydroperoxydes, par la suite, sont décomposés, par un processus d'auto-oxydation, en produits secondaires d'oxydation responsables des odorats et des goûts désagréable de l'huile d'olive vierge (**Angerosa et al., 1993 ; Angerosa, et Cucurachi, 1985**). Ces produits secondaires sont évalués par la mesure de l'absorbance dans l'UV à des longueurs d'ondes correspondant au maximum d'absorption des diènes et des triènes, respectivement aux environ de 232 et 270 nm.

1.3.1. Indice de peroxyde:

L'indice de peroxyde est un moyen pour prévoir une détérioration ultérieure des qualités organoleptiques de l'huile, cependant, et en aucun cas, l'indice de peroxyde ne peut rendre compte du passé oxydatif de l'huile. Un corps gras peut être rance, ou présent une qualité organoleptique médiocre sans pour cela avoir un indice de peroxyde élevé (**Perrin, 1992**).

L'indice de peroxyde 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 libres insaturés pour former des peroxydes et des hydroperoxydes (**Cimato, 1990**).

L'indice de peroxyde est lié à la récolte, à la conservation et au mode d'extraction (**Salvador, Aranda, & Fregpane, 2001; Baccouri et al., 2008; Cynthia Palmieri-Thiers et al, 2009**).

Les résultats de l'indice de peroxyde des huiles d'olives étudiées sont représentés dans la figure 05:

Résultats et discussion

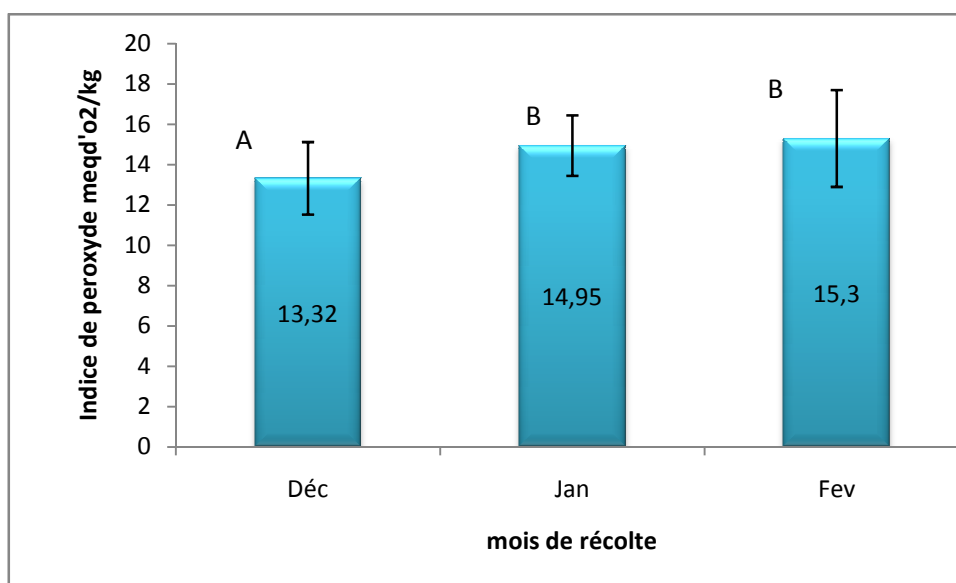


Figure 05: les valeurs moyennes de l'indice de peroxyde (meq g d'O₂/kg) des huiles d'olive vierge extraites des olives récoltées à différents dates.

Les valeurs de l'indice de peroxyde augmentent légèrement avec le prolongement des dates de récoltes des olives. En effet, en mois de décembre cette valeur est de 13.3 meqd'o₂/kg, passe à 14.9 meq d'o₂/kg en mois de janvier pour atteindre 15.3 meq d'o₂/kg en mois de février. Toutefois, l'analyse de la variance n'a pas révélé de différence significative. Toutes les valeurs enregistrées sont inférieures à 20 meq d'o₂/kg qui est la limite maximale fixée par le COI pour l'huile d'olive vierge extra.

La même tendance d'évolution a été observé par (**Bouchbkif, 1991**) pour la variété chemlal cultivé en Kabylie, et par (**Panaro et al, 2003**) en étudiant les huiles de quelques variétés italiennes, ainsi que d'autres auteurs ont observé l'élévation de l'indice de peroxyde au cours de la maturation des olives (**Koutsaftakis et al, 2000**) et (**Afidol, 2003**).

Le degré de maturation est en relation direct avec l'élévation de l'indice de peroxyde de l'huile (**Cammas et al, 2003**). Ce paramètre est significativement influencé par l'état sanitaire des olives (olives piquées) (**Matos et al., 2007**) ; (**Mendoza et al., 2013**). Selon **Salvador et al (2001)** les faibles valeurs d'indice de peroxyde sont liées à une forte teneur en antioxydants.

Nos résultats sont supérieurs de ceux trouvés par **Benmejkoune H et Benmejkoune (2013)** dans l'huile d'olive vierge de la variété chemlal récoltées à différents stades de maturité et dont les valeurs varient de 2 à 7,5 méq g O₂/Kg

1.3.2. Absorbance spécifique au rayonnement ultra violet (UV) :

a) Absorbance à 232 nm :

K_{232} est considéré comme étant un indicateur de l'oxydation primaire de l'huile d'olive **D'Imperio et al, (2010)**. Les produits primaires d'oxydation (hydroperoxydes) ne modifient pas les qualités sensorielles de l'huile mais sont susceptible à une décomposition ultérieure **Salvador et al, (2008)**.

La figure 06 illustre les résultats de l'abs à 232 nm des échantillons d'huile analysés.

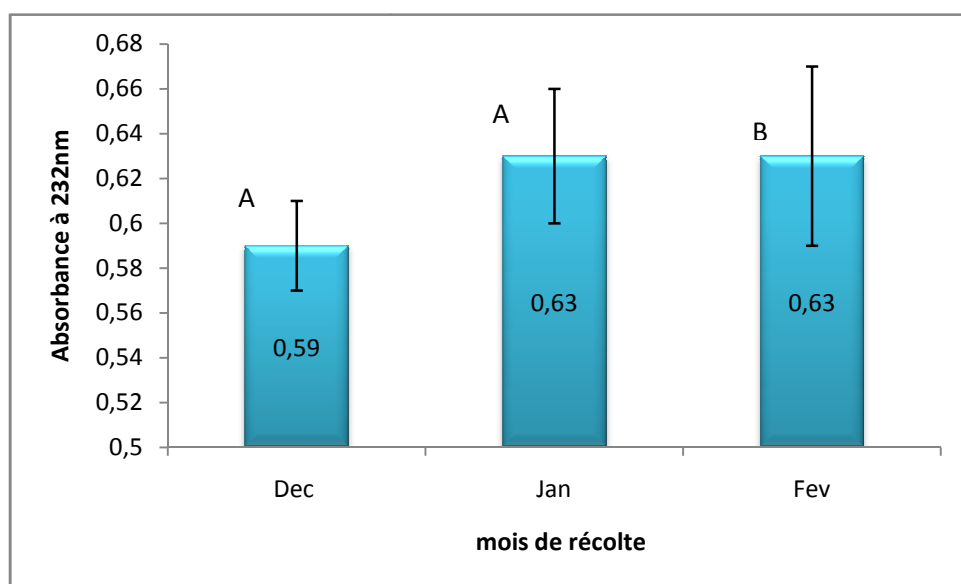


Figure n° 06 : les valeurs moyennes de l'absorbance à 232 nm de l'huile d'olive vierge extraite des olives récoltées à différentes dates.

La valeur de l'abs à 232 nm la plus faible (0.59) a été enregistrée en mois de décembre, puis elle augmente significativement ($p < 0,01$) pour atteindre des valeurs stables dans l'huile extraite des olives récoltées en mois de janvier et février (0.63). Cette augmentation peut s'expliquer par l'action des lipoxygénases qui deviennent plus actives aux stades de maturité avancés **Baccouri et al (2008)** et **Ben Youssef et al, (2010)**, de plus l'attaque par des insectes ravageurs tel que la mouche de l'olive peut aussi influencé le degré d'oxydation de l'huile (**Garcia et al., 1996**). Par ailleurs, toutes les valeurs enregistrés sont conformes aux normes du COI, 2011 dont la valeur limite est de 2.5 pour l'huile d'olive extra vierge.

b) Absorbance à 270 nm :

Abs à 270 nm mesure les produits secondaires d'oxydation. En effet, les hydroperoxydes, par des mécanismes d'auto-oxydation sont décomposés en produits secondaires d'oxydation responsable de l'altération des caractéristiques sensorielles de l'huile **Salvador et al, (2008)**.

La figure 07 montre l'évolution de l'abs à 270 nm dans l'huile d'olive vierge extraite des olives récoltées à différentes dates.

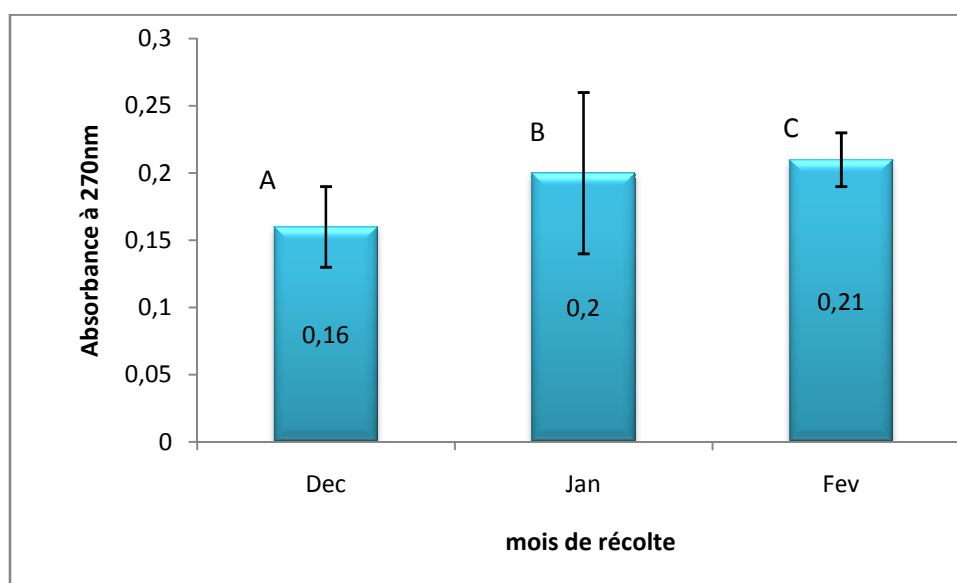


Figure n°07: les valeurs moyennes de l'absorbance à 270 nm des échantillons des huiles d'olive vierge extraite des olives récoltées à différentes dates.

Les valeurs de l'abs à 270 nm augmentent légèrement au cours de la maturation des olives. En effet, les valeurs enregistrées sont 0.16 (déc), 0.20 (jan), 0.21 (fév). Toutefois l'analyse statistique n'a pas révélé de différence significative. Cette légère augmentation peut s'expliquer par le déclenchement du processus d'oxydation secondaires aux stades tardif de maturité comme il a été révélé par plusieurs auteurs **Baccouri et al (2008)** et **Ben Youssef et al, (2010)**. Par ailleurs, tous les échantillons sont conforme aux normes du COI, 2011 pour catégorie de l'huile d'olive extra vierge dont la valeur maximale est de 0.21.

Résultats et discussion

1.4. Classification de tous les échantillons en se référant à la norme du COI.

En tenant compte des indices de qualité mesurés (teneur en eau, acidité, indice de peroxyde, abs dans l'UV) les échantillons d'huile sont classés en différentes catégories conformément à la norme du COI, 2011.

Tableau IV: classification des échantillons d'huile analysés selon la norme du COI, 2011.

	déc	jan	fév	total
HOVE	3	2	2	07 (58,3%)
HOV	1	2	2	05 (41,6 %)
HOVC	0	0	0	0 %
HOVL	0	0	0	0 %

La totalité des échantillons analysés appartiennent aux catégories de l'huile d'olive vierge extra (58.3%) et de l'huile d'olive vierge (41.6%).

2. Les composés phénoliques et les pigments

2.1. Teneur en composés phénoliques :

L'huile d'olive vierge contient des substances phénoliques responsable de leur stabilité contre l'oxydation des propriétés bénéfiques en relation avec la santé humaine, les notes sensorielles amer, piquent et astringent (**Gutierrez-Rosales et al., 2003**) .

Les teneurs en composés phénoliques des échantillons analysés sont consignées dans l'histogramme suivant :

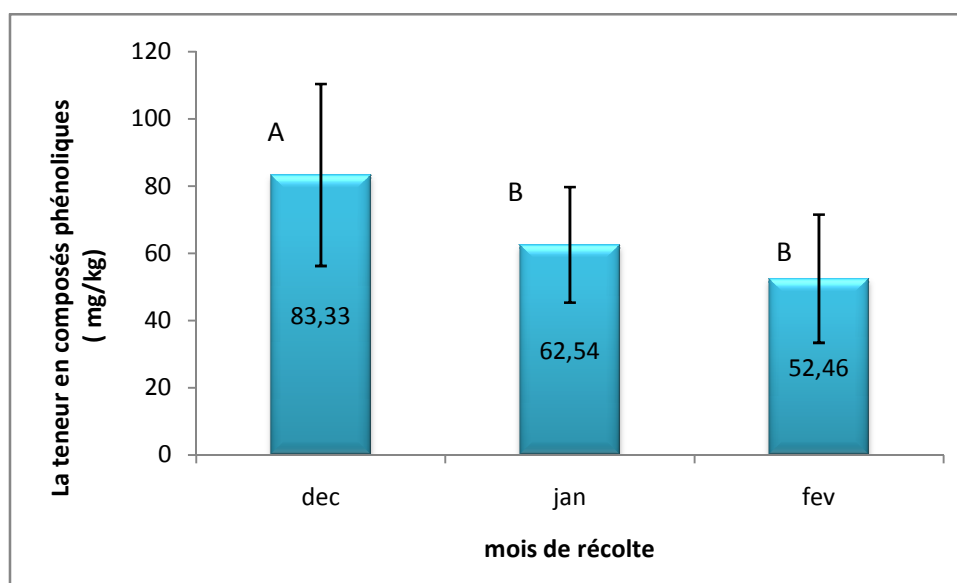


Figure n° 08: Les teneurs en composés phénoliques (mg/kg) de l’huile d’olive vierge extraite des olives récoltées à différentes dates.

Le figure 08 montre clairement la diminution de la teneur en composés phénoliques totaux dans l’huile d’olive vierge extraite des olives récoltées à différentes dates. En effet, les teneur les plus élevées (83.3 mg/kg) a été enregistré en mois de décembre et la plus faible (52.4 mg/kg) en mois de février. L’analyse statistique révèle une différence très hautement significative ($p = 0.001$). Plusieurs auteurs ont confirmé la baisse de la teneur en composés phénolique au cours de la maturation des olives (**Dugo et al, (2004) ; EL antari (2003) et Inglese,1994**). La teneur la plus élevée est généralement obtenue au stade tournant (passage de l’olive de la couleur verte vert la couleur noir) **Baccouri et al., (2008)** et les teneur les plus faibles sont enregistrées aux stades tardif de maturité (olives noirs) (**Salvador et al., (2001) ; Beltran et al, (2005) ;Gómez-Rico et al., (2008) ; Ben youcef et al (2010), Jose-RamoÄ et MorelloÄ (2004), Dag et al., (2011)., Dag̃delen et al (2013)**).

Les teneurs faibles en composés phénoliques, enregistrées au stade tardif de maturité correspondant la récolte du mois de février, peut influencer négativement la qualité sensorielle de l’huile ainsi que sa stabilité à l’oxydation au cours de stockage.

2.2. Teneur en pigments

La couleur vert-jaunâtre de l’huile d’olive vierge est associée aux divers pigments présents, et qui sont les chlorophylles, les pheophytines et les caroténoïdes. Cette couleur est

un attribut de base pour déterminer les caractéristiques de l'huile d'olive, et elle est associée par la plupart des consommateurs à la notion de qualité (**Beltran et al., 2005**).

2.2.1. Teneur en chlorophylles :

Parmi toutes les huiles végétales comestibles, l'huile d'olive vierge a la plus haute teneur en pigments chlorophylliens (**Rahmani et Saari, 2000**). Les chlorophylles se dégradent facilement en phéophytines de couleur marron avec la perte du cation magnésium. Ce sont les chlorophylles et les phéophytines qui sont essentiellement responsables de la couleur de l'huile (**Rayan et al , 1998 ;Romain et al . 2006**). Parailleurs,les chlorophylles ont pouvoir antioxydant à l'obscurité et oxydant (photosensibilisateur) à la lumière (**Rahmani ,1998**).

Les résultats de la teneur de l'huile vierge en chlorophylles sont illustrés dans la figure 09.

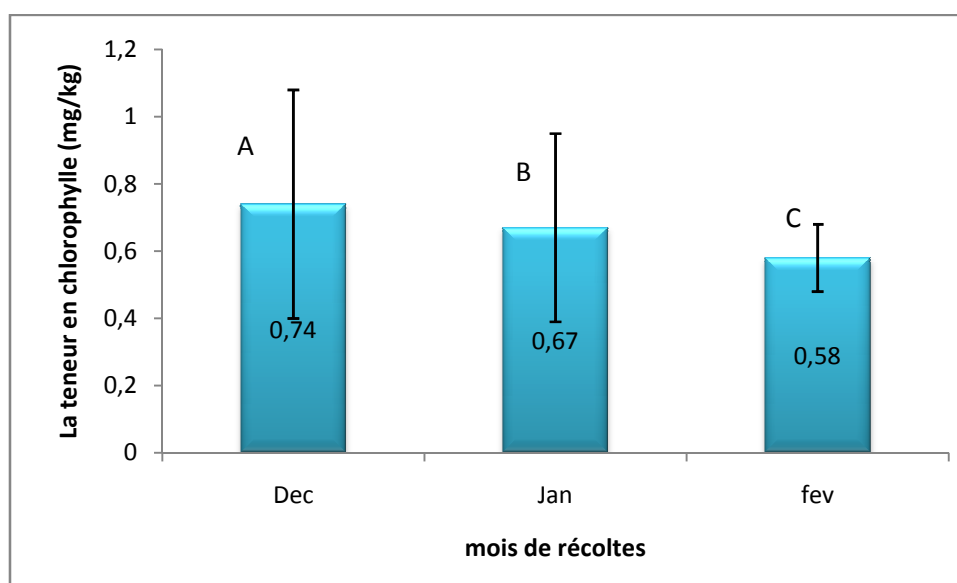


Figure 09 : les teneurs en chlorophylle (mg/kg) de l'huile d'olive vierge obtenue des olives récoltées à différentes dates.

La figure 09 montre une baisse de la teneur en chlorophylle parallèlement à l'avancement de la date de récolte des olives. L'analyse statistique révèle une différence significative ($p = 0,40$). La teneur la plus élevée (0.74 mg/kg) a été enregistrée dans l'huile d'olive vierge de la récolte de décembre et la valeur la plus faible (0.58 mg/kg) est obtenue à la récolte du mois de février. La teneur enregistré en mois de janvier est de(0.67mg/kg). Nos

Résultats et discussion

résultats corroborent ceux de plusieurs auteurs **Psomiadou et Tsimidou (2001)**, **Beltran et al, (2005)**, **Moyano et al, (2008)**, **Mraicha, (2010)**, **Arslana et Schreinerb (2012)**. Cette baisse peut s'expliquer par la baisse de la capacité photosynthétique des olives aux stades avancés de maturité, par la transformation d'une partie de la chlorophylle en phéolphytines et par la dégradation des chlorophylles par l'action des chlorophyllases (**Garcia et al ; 2007**).

2.2..2. Teneur en caroténoïdes :

Les caroténoïdes sont des inhibiteurs très efficaces de la photo-oxydation induite par les pigments chlorophylliens. Ils sont aussi responsables de la couleur jaune de l'huile, et possèdent des propriétés antioxydants et suscitent beaucoup d'intérêts pour la santé humaine (**Morello et al., 2004**).

La teneur en caroténoïdes de l'huile d'olive vierge est illustrée dans la figure 10.

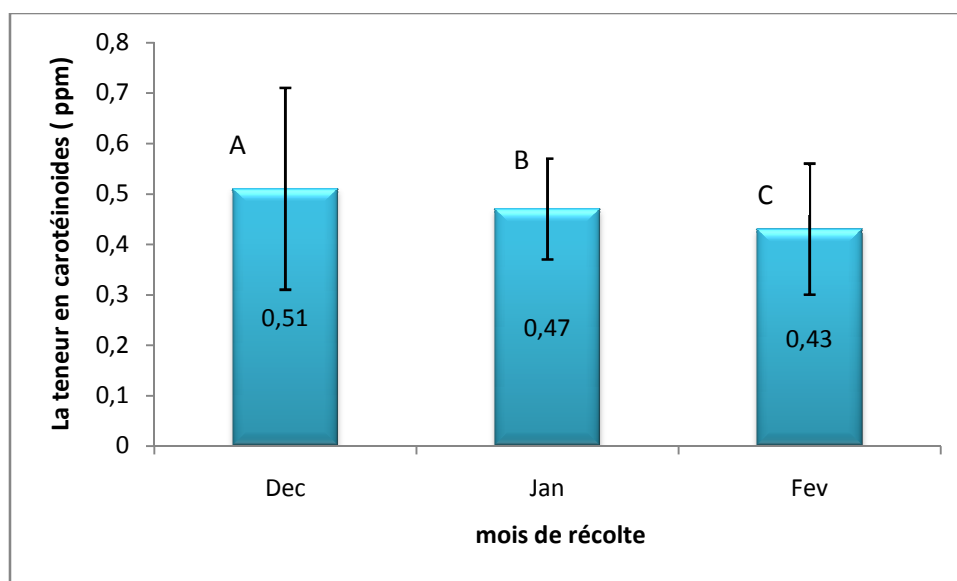


Figure n° 10 : les teneurs en caroténoïdes (mg/kg) dans l'huile d'olive vierge extraite des olives récoltées à différentes dates.

Les teneurs en caroténoïdes diminuent légèrement au cours de la maturation des olives. La valeur la plus élevée a été enregistré dans l'huile de mois de décembre (0.51 mg/kg) et la valeur la plus faible est obtenue en mois de février. Toutefois l'analyse statistique n'a pas révélé de différence significative ($p = 0.69$). Cette baisse a été aussi enregistrée par plusieurs auteurs **Amara et al, (2008)** et **Mraicha, (2010)**. Une baisse de la teneur en

Résultats et discussion

caroténoïdes aux stades avancés de maturité pourrait affecter négativement la stabilité oxydative de l'huile au cours de la conservation.

Ainsi, dans le cas des composés mineurs, nous pouvons conclure qu'une récolte précoce des olives (mois de décembre) nous permet d'obtenir des huiles avec des teneurs plus élevées en composés phénoliques, en chlorophylle et en caroténoïdes. Et puisque les chlorophylles jouent le rôle de photosensibilisateurs, il est donc recommandé de stocker l'huile à l'abri de la lumière. Dans les conditions d'obscurité, le pouvoir antioxydant de chacun des constituants peut être amélioré par l'effet synergique.

Conclusion

La maturation des olives est un facteur influençant fortement la qualité de l'huile d'olive vierge produite. Les résultats de notre étude révèlent l'évolution des paramètres de qualité et de la teneur en composés mineurs (polyphénols pigments) au cours de la maturation des olives de la variété Chemlal de la région d'Akbou. Nous citons ci-dessous les principaux résultats obtenus :

- Les valeurs des indices de qualité de l'huile d'olive vierge les plus basses sont enregistrées dans les olives récoltées en mois de décembre. Le retardement de la récolte jusqu'au mois de février donne des huiles avec des niveaux d'oxydation et des taux d'acidité élevés responsable de la diminution de la qualité de l'huile.
- Dans le cas des polyphénols et des pigments, leurs concentrations diminuent au fur et à mesure de l'avancement de la date de récolte des olives. ainsi, les teneurs les plus élevés et les plus faibles de ces constituants sont obtenues respectivement en mois de décembre et en mois de février. Les teneurs faibles en ces composés sont responsables de la baisse de la qualité sensorielle de l'huile et de la stabilité à l'oxydation au cours de la maturation.
- De ce qui précède nous recommandons une récolte précoce et une trituration des olives juste après la récolte pour obtenir une huile de meilleure qualité nutritionnelle et sensorielles.

Références bibliographiques

A

AFIDOL ; 2003. Association Française Interprofessionnelle de l'Olive Comité Economique Agricole de l'Olivier, Les Bonnes Pratiques d'Hygiène pour la fabrication d'Huile d'Olive Vierge, Version indice 7.

AIT YACINE Z ; HILALIS S et SERHROUCHNI ;(2001). Etude de quelques paramètres déterminants de la date de récolte des olives dans le périmètres de Tadla. *Olivae*, 88.PP : 39-45.

ALVES M. C.PINHEIRO, FERNANDA QUINTANS ,NORBERTO A.R.C.MORAIS (1995), Rapport entre l'indice de maturation et les processus chimiques déterminants des rendements et de la qualité de l'huile d'olive chez les variétés « Conserva de Elvas » et « Bial de Castelo Branco ». *olivae* 57,juin 1995.

Angerosa, F., Basti, C., & Vito, R. (1999). Virgin olive oil volatile compounds from lipoxigenase pathway and characterization of some Italian cultivars. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 47, 836–839.

ANGEROSA,FRANCA, SERVILI,MAURIZIO ,SELVAGGINIetROBERTO ;2004.volatile compounds in virgin olive oil : occurrence and their relationship with the quality ,J, Chroma,vol 1054,P :17-31.

Angerosa F, Servili M, Selvaggini R et al., 2004. Volatile compounds in virgin olive oil: occurrence and their relationship with quality. *Journal of chromatography A*.**1054**: 17-41.

ANONYME 2007: <http://www.cipn.es>. La production mondiale d'huile d'olive.

AOAC,1995.*Official Methods of Analysis of AOAC International*,16th ed.AOAC International,Arlington,VA.

ARGENSON C ; regis s ; JOURDAIN J .M et VAYSSE P ; (1999).Elaboration de l'huile d'olive .In oliviers.Edition : Ctifl.ISBN 2-87911-86-6.PP : 163-189.

Arslana D., Schreiner M., 2012. Chemical characteristics and antioxidant activity of olive oils from Turkish varieties grown in Hatay province.

AZIBA A. L et MERRAD K , 2004 :contribution e l'etude de la consommation des huiles alimentaires en particulier l'huile d'olive dans la wilaya de tizi-ouzou.production et consommation d'huile d'olive en Algérie P16-17.

B

BACCOURI O , GUERFEL M , BACCOURI B , CERRETANI L, BENDINI A , LERCKER G, ZARROUK M ET DAOUD BEN MILED D.,(2008).Chemical

Références bibliographiques

composition and oxidative stability of Tunisian monovarietal virgin olive oils with regard to fruit ripening. *Food chemistry*. 109:743_754.

Beltran G. , Maria Paz Aguilera a, Carmen Del Rio b, Sebasti_an Sanchez c, Leopoldo Martinez (2005). Influence of fruit ripening process on the natural antioxidant content of Hojiblanca virgin olive oils. *Food Chemistry* 89 (2005) 207–215.

Benyahia N.et Zein K.2003. Analyse des problèmes de l'industrie de l'huile et solutions récemment développées. Contribution spéciale de sustainable busnesse Associates (Suisse) :1-8.

Ben Youssef N,^a Wissem Zarrouk,^a Alegría Carrasco-Pancorbo,^b Youssef Ouni,^a Antonio Segura-Carretero,^b Alberto Fernández-Gutiérrez,^b Douja Daouda and Mokhtar Zarrouk, (2010). Effect of olive ripeness on chemical properties and phenolic composition of chétoui virgin olive oil. *J Sci Food Agric* 2010; **90**: 199–204.

BOSKOU D, et IN. GUNSTONE F., (2002).Vegetable Oils in Food Technology.

BOSKOU D, BLEKAS G et TSIMIDOU M.(2006). Olive et composition.Dans D.Boskou, olive oil, chemistry and technology (2nd edition). Champaign ILLinois: American oil chemists society. USA. Pp41-72.

BOUCHEBKIF M ;1991.évolution quantitative et qualitative au cours de la maturation et du stockage,thèse d'ingénieur en sciences agronomiques, spécialité technologie alimentaires :INA d'ALGER.

C

ÇAVUSOGLU A. et OKTAR A., 1994 . les effets des facteurs agronomiques et les conditions de stockage avant la mouture sur la qualité de l'huile d'olive. *Olivae*, N°52, p.18-24.

Chimi H .2001. Qualité des huiles d'olives au Maroc. *Transfert de Technologie en Agriculture*,**79** 14.

CHIMI H, 2006.Technologie d'extraction de l'huile et gestion de sa qualité.IN : transfert de technologie en agriculture.N°141.Juin 2006.

Civantos L, Lopez-Villata L.C .et al. ,1997 . Technique de production. Encyclopédie mondiale de l'olivier .Ed .Plaza Janés, Barcelone, 145-190.

Civantos L. 1988. La situation et les tendances de techniques .In : l'économie de l'olivier. ed. Allaya M, paris, 35-40.

Références bibliographiques

CIVAVANTOS ; 1986. Agronomic factors influencing olive oil quality. Séminaire international sur la technologie de l'huile d'olive et la valorisation des sous produits. Izmir, Turquie, 1986.

COI (2011). COI/T.15/NC n° 3/Rév. 6 Novembre 2011.

CONDE C., DELROT S et GERO'S H., (2008) Physiological, biochemical and molecular changes occurring during olive development and ripening. *J plant physiol* 165 (15): 1545- 62. Epub 2008 Jun 20. Review.

COVAS MI., (2007). olive oil and the cardiovascular system. (Review) *pharmacol res* 55:175-86.

Cynthia Palmieri-Thiers a, Stéphane Canaan b, Virginie Brunini a, Vannina Lorenzi a, Félix Tomi c, Jean-Luc Desseyn d, Ulrike Garscha e, Ernst H. Oliw e, Liliane Berti a, Jacques Maury a, (2009). A lipoxygenase with dual positional specificity is expressed in olives (*Olea europaea* L.) during ripening *Biochimica et Biophysica Acta* 1791 (2009) 339–346.

D

Dag A, Zohar Keremb, Nir Yogevb, Issac Ziporia, Shimon Laveec, Eric Ben-Davida,b (2011). Influence of time of harvest and maturity index on olive oil yield and quality. *Scientia Horticulturae* 127 (2011) 358–366.

Dagdelen A, Gulendam Tumen, Mehmet Musa Ozcan, Ekrem Dundar (2013). Phenolics profiles of olive fruits (*Olea europaea* L.) and oils from Ayvalık, Domat and Gemlik varieties at different ripening stages. *Food Chemistry* 136 (2013) 41–45.

Di Giovacchino L .1991. L'extraction de l'huile des olives par les systèmes de pression, de la centrifugation et de la percolation : incidence des techniques d'extraction sur les rendements en huile. *Olivae*.36 :15-40.

DI GIOVACCHINO L ; 1996. l'influence du système d'extraction sur la qualité de l'huile d'olive ,*olivae*, octobre,N°63 ,PP,52-63.

Di Giovacchino L. 1997. Technologie /production/ qualité. *Oléagineux, corps gras, lipides* .4 : 35962.

D'IMPERIO M., MARCO GOBBINO, ANTONIO PICANZA, SIMONA COSTANZO, ANNA DELLA CORTE, AND LUISA MANNINA (2010). Influence of Harvest Method and Period on Olive Oil Composition: an NMR and Statistical Study. *J. Agric. Food Chem.* 2010, 58, 11043–11051.

Références bibliographiques

E

EL-ANTARI A ; EL MOUDIN A.et AJANA H.(2003).Evolution comparative de la qualité et de la composition acide de l'huile d'olive chez quelques variétés méditerranéennes cultivées au Maroc.*olivae* ,février 2003 ,N° 95 , P.26-31.

F

FEDELI E.1997 Lipids in olives. Prog chem. Fats other lipids .V15,P57-74.

FEDELI E. 1997. Technologie de production et de conservation de l'huile. Encyclopédie mondiale de l'olivier. Ed. Plaza Janés, Barcelone, 251-291.

G

GANDULA-ROJAS B et MI'NGUEZ-MOSQUERA M.I., 1996. Chlorophyll and carotenoid composition in virgin olive oil from various spanish olive varieties, J, Sci Food Agric, Vol : 72, P31-39.

Garcia, J.M., Sella, S., Perez-Camino, M.C., 1996. Influence of fruit ripening on olive oil quality. *J. Agric. Food Chem.* 44, 3516–3520.

GARCIA J-M,SELLER S et PEREZ-CAMINO M-C,(2007).Influence of fruit ripening on olive oil quality.*J.Agric Food Chem*,N°44,PP : 3516-3520.

GENTILCORE D., CHAIKOMIN R., JONES KL., et al., (2006): Effects of fat on gastric emptying of and the glycemic insulin, and incretin responses to a carbohydrate meal in type 2 diabetes. *J. Clin Endocrinol Metab* 91(6): 2062-7.

GILANI AH.,KHAN AU.,SHAH AJ., et al.(2005) : blood pressure lowering effect of olive is mediated through calcium channel blockade. *Int J.Food Sci Nutr* 56 (8): 613-20.

Gimeno, A.I. Castellote, R.M. Lamuela-Raventos, M.C. De la Torre, M.C. Lopez-Sabater (2002). The effects of harvest and extraction methods on the antioxidant content.

Go´mez-Rico, A.; Fregapane, G.; Desamparados Salvador, M (2008). Effect of cultivar and ripening on minor components in Spanish olive fruits and their corresponding virgin olive oils. *Food Res. Int.*, 41, 433-440.

Références bibliographiques

GRANADOS-PRINCIPAL SP , QUILES LJ, RAMIREZ- TORTOSA CL, SANCHEZ-ROVIRA P, AND RAMIREZ- TORTOSA MC (2010).Hydroxytyrosol : from laboratory investigations to future clinical trials . Nutrition Reviews. 68 (4):191_ 206.

Gutiérrez-Rosales, F., Ríos, J. J., & Gómez-Rey, M. L. (2003). Main polyphenols in the bitter taste of virgin olive oil. Structural confirmation by on-line high performance liquid chromatography electrospray ionization mass spectrometry. Journal of Agriculture and Food Chemistry, 51, 6021–6025.

I

INGLESE P ; (2003).l'influence de la variété sur les caractéristiques qualitative de l'huile d'olive.Olivae ,N° 54.PP : 42-47.

ISO,660. Corps gras d'origines animale et végétale – Détermination de l'indice d'acidité et de l'acidité.Deuxième édition 1996-05-15.

ISO,3960. Corps gras d'origine animale et végétale__ Détermination de l'indice de peroxyde__ Détermination avec point d'arrêt iodométrique. Quatrième édition 2007-07-15.

ISSAOUI M., GUIDO FLAMINI B,*, FATEN BRAHMI A, SAMIA DABBOU A, KAOUTHER BEN HASSINE A, AMANI TAAMALI D, HECHMI CHEHAB C, MYRIEM ELLOUZ A, MOKHTAR ZARROUK D, MOHAMED HAMMAMIA (2010). Effect of the growing area conditions on differentiation between Chemlali and Chétoui olive oils. Food Chemistry 119 (2010) 220–225.

J

JACTOT et RICHARD, 1997. Intérêt nutritionnel de la consommation de l'huile d'olive,Cah Nutr Diet, 23 :211-4.

JOSE-RAMOÑ N MORELLOÑ, MARIA-PAZ ROMERO, AND MARIA-JOSÉÑ MOTILVA (2004). Effect of the Maturation Process of the Olive Fruit on the Phenolic Fraction of Drupes and Oils from Arbequina, Farga, and Morrut Cultivars. *J. Agric. Food Chem.* **2004**, 52, 6002-6009.

K

KHLIF M , CHELLI Y ,CHAABODNI A , REKIK H et KRICHEN A ;1991.Etude comparative des moyens de stockage d'olives (Résultats Préliminaires) note technique n07, publication institut de l'olivier,1991.

Références bibliographiques

KHLIF M et al ;1994.Etude des systèmes d'extractions de l'huile d'olive ,résultats préliminaires (perte d'huiles et stabilité) in the roceeding of « journées Nationales sur les Acquis Récents de la Recherche Agronomique » Hammamet (Tunisie) 2-3-4 décembre 1994.

KRITSAKIS A.K, (1993).La chimie de l'arome de l'huile d'olive. *Olivae*, N°45, P.23-28.

KOUTSAFTAKIS A , KOTSIFAKI F, STEFNOUDAKI et CERT .2000.la caractérisation des huiles d'olive vierges extra crétoises obtenues à partir de la variété Koroneiki, Influence du site d'origine sur plusieurs paramètres chimiques, *olivae* :21pp.

L

LAVEE ,1997.Biologie et physiologie de l'olivier.Encyclopédie mondial de l'olivier.*Ed.Plaza janes*, Barcelone.PP.61-110.

LLOR X., 2003.The effects of fish oil, olive oil,olive , oleic acid and linolic acid on colorectal neoplastic processes; *Chimical Nutrition*, 22 (1), p 71- 79.

M

Martinez Suarez, J. M. (1973). Recientes estudios de la almazara experimental del instituto de la grasa. *Rivista Italiana delle Sostanze Grasse*, 50, 325–330.

MATEOS R, ESPARTERO J et TRUJILLO M (2001). Determination of phenols, Flavones and lignans in virgin Olive Oil by solid phase Extraction and HPLC With Diode Array Ultraviolet Detection. *J Agric.Food Chem.*49: 2185-2192.

Matos L. C., Pereira J. A., , Andrade P. B., Seabra R. M., Beatriz M., Oliveira P. P., (2007). Evaluation of a numerical method to predict the polyphenols content in monovarietal olive oils. *Food Chemistry* 102 (2007) 976–983.

Menguez M.I., REJANO J.L., GANDUL B., HIGINIO A., GARRIDO J., 1991. Colour pigments *chem.soc.*68 :669-674.

MINGUEZ – MOSQUERA I.et GALLARDO-GUERRERO L. Disappearance of chlorophylls and carotenoids during the Ripening of the olive . *J.SCI.Food. Agric.* 1995,P 1-6.

MONTEDORO G ;1989.Huile : variété et technologie influence la qualité, *olivae*,29,pp :28-30.

Mordret F, Coustille J. L, Lacoste F. et al. , 1997. Contrôle de qualité / Analyse méthodes physicochimiques d'analyse des huiles d'olives. *Oléagineux, Corps, lipides.* 4 : 364-92.

Références bibliographiques

MORDRET, FRANCANÇOIS; COUSTILLE, Jean-Louis et LACOSTE, FLOREENCE .1997 : contrôle de qualité/ Analyses : méthodes physico- chimiques d'analyse des huiles d'olive. OCL , Octobre, Vol 4 , N°5,P.9 – 364. COVAS MI., (2007): olive oil and the cardiovascular system. (Review) pharmacol res 55:175-86.

MORDRET F, (1999).Conférence Chevreuil : Evolution des critères de qualité des huiles d'olives vierges-perspectives OCI.V61, P. 69-76.

Morello, J.R., Motilva, M.J., Tovar, M.J., Romero, M.P., 2004. Changes in commercial virgin olive oil (cv. Arbequina) during storage, with special emphasis on the phenolic fraction. Food Chem. 85, 357–364.

Moyano , Antonio J. Meléndez-Martínez , J. Alba, Francisco J. Heredia (2008). A comprehensive study on the colour of virgin olive oils and its relationship with their chlorophylls and carotenoids indexes (I): CIEXYZ non-uniform colour space. *Food Research International* 41 (2008) 505–512.

Mraicha F., Mohieddine Ksantini a, Olfa Zouch b, Mohamed Ayadi a, Sami Sayadi c,Mohamed Bouaziz (2010). Effect of olive fruit fly infestation on the quality of olive oil from Chemlali cultivar during ripening. Food and Chemical Toxicology 48 (2010) 3235–3241.

N

Nakbi A., M. Issaoui, S. Dabbou, N. Koubaa, A. Echbili, M. Hammami*, N. Attia (2010). Evaluation of antioxidant activities of phenolic compounds from two extra virgin olive oils. Journal of Food Composition and Analysis 23 (2010) 711–715.

NEFZAOU, 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.

NOUHAD A et TSIMIDOU M., 1998.Huile d'olive aux aromates : idées préconçues des consommateurs, potentiels sue les attributs nutritionnels et sensoriels de ces produits.Olivae, N°71.

O

OUAOUICH A ; et CHIMI ; 2007.Guide de production de l'huile d'olive.Organisation des nations unis pour le de veloppement industriel (ONUDI).Vienne.

OWEN RW, GIACOSA A, HULL WE, HAUBNER R, WURTELE G, SPIEGELHALDER,et BARTSH H., (2000).Olive-oil consumption and health: the possible role of antioxidants, The Lancet Oncology.Octobre 2000.1:107-112.

Références bibliographiques

OWEN RW, GIACOSA A, HULL WE, HAUBNER R, SPIEGELHALDER B, BARTSCH H., (2000).The antioxidant/ anticancer potential of phenolic compounds isolated from olive oil.European Journal of cancer. 2000.36:1235-4.

P

PANARO M.L ,CLODOVEO A et LEANE M ;2003.Productivité de différentes méthode de récolte et influence sur la qualité de l'huile d'olive vierge extra, Olive ;98pp 29-35.

PERRIN J.L,(1992).Les composés mineurs et les antioxygénés naturels de l'olive et de son huile.Mise au point.Rev.Fr.Corps Gras .V39.PP.25.32.

PSOMADOU E., TSIMIDOU M et BOSKOU D., (2000).A lpha-tocopherol content of Greek virgin olive oils. J Agric.Food Chem. 48: 17770-5.

PSOMIADOU, E., & TSIMIDOU, M. (2001). Pigments in Greek virgin olive oils: Occurrence and levels. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 81, 640–647.

PSOMIADOU E, KARAKOSTAS K et BLEKAS G , (2003).Proposed parameters for Monitoring Quality of Virgin Olive Oil (Koroneiki cv).Eur.J.Lipid Sci. Technol. 105: 403-408.

PUYGREMIER M.,BESANCON P.,(2001): Mediterranean diet and health: current News and prospects; John Libby Eurodext, Montrouge.

R

RAHMANI M et SAAD L., 1998. Photo oxydation des huiles d'olives : influence de la composition chimique, revue française des corps gras, 36,9/10 ,355-360.

RAHMANI M et SAARI CSALLANY A.,2000. Etude de stabilité des huiles d'olive vierge marocaines, Olivae, N°82,37-40p.

RAYAN D.; ROBARDAS K.1998. Phenolic compounds in olives. The analyst. 123: p.31R – 44R.

RAYAN,DANIELLE,ROBARDS K et LAVEE S.,1998. Evaluation de la qualité de l'huile d'olive, Olivae, juin,N°72,P,23-38.

Roehly y.2000. La fabrication de l'huile d'olive : étude bibliographique .

ROMAIN J, THOMAS C, PIERRE S et GERARD B.,2006. Science des aliments : autres constituants des aliments ,Ed, Tec et Doc _ Lavoisier, 45p.

Rotondi A. et Magli M. 2004 .Ripening of olives var correggiolo: modification of oxidative stability of oils during fruit ripening and oil storage. *Journal of food, Agricultural and Environment*.344: 193-199.

Références bibliographiques

RYAN D , ROBARDS K et LAVEE S., 1998. Assessment of quality in olive oil, *Olivae* 72, pp :2341.

S

Salvador, F. Aranda, G. Fregpane, (2001). Influence of fruit ripening on “Cornicabra” virgin olive oil quality A study of four successive crop seasons. *Food chemistry* 73 (2001) 45-53.

Scientia Horticulturae 144 (2012) 141–152. APRICIO R et LUNA G ;(2002).
Caracterisation of monovarietal virgin oils : *J.Lipid Sci.Technol.PP* : 1-12.

SHERWIN., 1976. Les principes d'extraction de l'huile d'olive. *Olivae*, 42.pp : 31-35.

SOLINAS M ;1992.Aspetti qualitative e quantitativi delle produzone olive con sistemi continui, Note I,in the proceeding of « symposium on olive oil quality » Ferenze (Italie) 1-3 dec,pp 315-316.**T/**

Salvador, M.D., Aranda, F., Gomez-Alonso, S., Fregapane, G., 2000. Quality characteristics of Cornicabra virgin olive oil. *Res. Adv. Oil Chem.* 1, 32–39.

U

UCCELLA N, (2001). The olive biophenols: hedonic-sensory descriptors of evoo and wotos in the Mediterranean aliment culture. In *Food flavours and Chemistry: Advances of the New Millennium*.A.H.Spanier,F.Shahidi, T.H.parliment, C.J.Mussinane, C.T.HO, E. TratrasContis Eds.The Royal Society of Chemistry publishers, Cambridge, UK. 253-265.

UZZAN A, (1992). Olive et huile d'olive. In A .Karleskind coord. *Manuel des corp gras*.

Ed. Tec et Doc. Lavoisier.Paris, 1992, p.221-228.

V

VISIOLI F., GALLI C., (2001): Antiatherogenic compoments of olive oil. *Cur Atheroscl. Rep.*3:64-7.

VEILLET.S, (2010). L'olivier et l'huile d'olive. *Maison de France-sfax/ Tunisie*.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

Références bibliographiques

Références bibliographiques

Annexes

Annexe 01 : Détermination de la teneur en eau et matière volatiles :

Matériels :

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

Mode opératoire :

- Régler l'étuve à $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$;
- Peser un bécher à vide après l'avoir lavé ; séché ; soit m_0 ce poids ;
- Peser 5 à 10g d'huile d'olive dans ce bécher, soit m_1 le poids du bécher et huile ;
- Introduire le bécher contenant l'huile dans l'étuve pendant 1 heure ;
- Refroidir l'ensemble (bécher + huile) dans un dessiccateur ;
- Peser l'ensemble (bécher+ huile), soit m_2 le poids de cet ensemble.

Annexe 02 : Détermination de l'absorbance en ultraviolet (AFNOR NF T60- 232 de juillet 1978).

Matériels :

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

Réactif :

- ✓ Hexane pur.

Mode opératoire :

- Dissoudre 0,1 g à 0.0001 près d'huile dans 10 ml d'hexane pur ;
- Réglage de spectrophotomètre à 232 nm et à 270 nm ;
- Introduire les cuves à spectrophotomètre remplies, le blanc (hexane pur) puis les échantillons préparés un par un.

Annexes

Annexe03 : Détermination de l'acidité :

Matériels :

- ✓ Balance analytique.
- ✓ Erlen- meyer.
- ✓ Burette de 25 ml.

Réactifs :

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

Mode opératoire :

- Dans un Erlen Meyer 1, mettre 25 ml d'éthanol + 0,5 ml de phénophtaléine, porté à ébullition.
- A température encore élevée, neutraliser avec précaution tout en agitant l'Erlen Meyer avec la solution à 0,1 mol/l de KOH jusqu'à apparition d'une coloration rose persistant pendant au moins 10 secondes.
- Dans un Erlen Meyer 2, peser 2,5 g d'huile.
- Ajouter l'éthanol neutralisé (contenu de l'Erlen Meyer1). Mélanger soigneusement.
- Porter le contenu à ébullition et titrer avec la solution de KOH, en agitant vigoureusement le contenu pendant le titrage.
- Arrêter le titrage quand la coloration rose persiste pendant au moins 10 secondes.
- Noter la chute de burette (volume de KOH).

Annexe 04 : détermination de l'indice de peroxyde :

Réactifs :

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

Mode opératoire :

- Peser 2g d'huile dans un ballon ;
- Ajouter 10ml de chloroforme ; puis 15ml d'acide acétique ;
- Additionner 1ml d'iodure de potassium KI (solution aqueuse saturée préparée juste avant son emploi (0,5g→ 1ml).
- Boucher aussitôt le ballon ;

Annexes

- Agiter le mélange pendant 1mn, le laisser à l'abri de la lumière pendant 5mn.
- Ajouter 75 ml d'eau distillée et quelques gouttes d'empois d'amidon à 1%, la coloration bleu noirâtre apparaît ;
- Titre l'iode libéré jusqu'à la décoloration complète avec la solution de thiosulfate de sodium à 0,01N, soit ce volume ;
- Faire en parallèle un essai à blanc sans matière grasse.

Annexe 05 : détermination de la teneur en composés phénoliques : (BLEKAS et al, 2002).

Réactifs :

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

Préparation de la gamme étalon de l'acide gallique :

- Préparer une solution mère d'acide gallique à une concentration de 400 ppm
(0,01g d'acide gallique dans 100g de la solution méthanol/ eau (60/ 40) v/v.
- Préparer à partir de la solution mère, des solutions diluées de 5 ml aux concentrations suivantes : 100ppm, 80 ppm, 60 ppm, 40 ppm, 20ppm.
- Ajouter à chaque solution 0,5 ml du folin ciocalteu.
- Ajouter 5ml d'eau distillée et 1 ml de la solution de bicarbonate de sodium à 35%.
- Laisser à l'obscurité pendant 2 heures, ensuite mesurer l'absorbance à 725 nm.
- Réaliser en parallèle un essai à blanc.

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

Le dosage des phénols totaux se faisant en milieu aqueux, ceux-ci doivent tout d'abord être extraits des huiles d'olives avant d'être dosés par le réactif de folin – ciocalteu (Box, 1983).

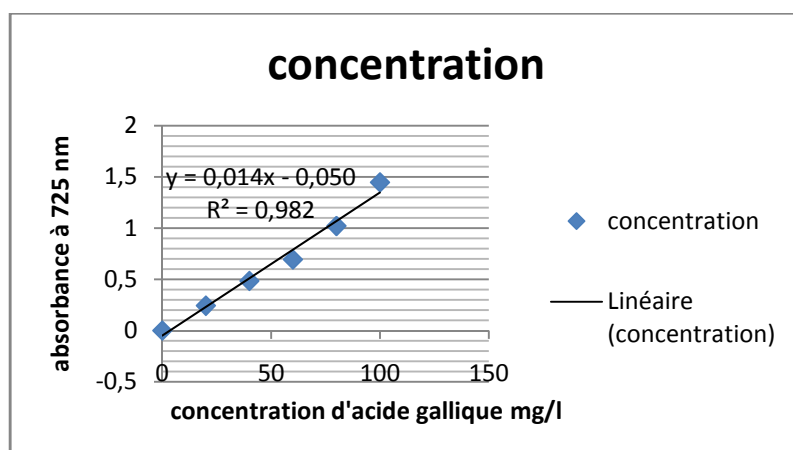
- Peser 2,5g d'huile d'olive, ajouter 5ml d'hexane et 5ml de la solution méthanol/ eau (60 /40).
- Agiter vigoureusement pendant 2mn et laisser reposer jusqu'à séparation de deux phases (environ 5minutes).

Annexes

- Récupérer 5 ml de la phase aqueuse, à l'aide d'une pipette, dans laquelle se trouvent les composés phénoliques.
- Ajouter 0,5ml du réactif de folin ciocalteu, 5ml d'eau distillée et 1ml de la solution de bicarbonate de sodium.
- Laisser reposer pendant 2 heures à l'abri de la lumière.
- Mesurer l'absorbance à 725 nm.
- Les résultats sont exprimés en mg d'acide gallique par kg de l'huile en se référant à une courbe étalon obtenue à partir de concentrations croissantes d'acide gallique allant de 0mg / kg à 100mg/kg.
-

Annexe 06 : courbe d'étalonnage pour le dosage des composés phénoliques.

ppm	0	20	40	60	80	100
concentration	0	0,242	0,484	0,693	1,02	1,445

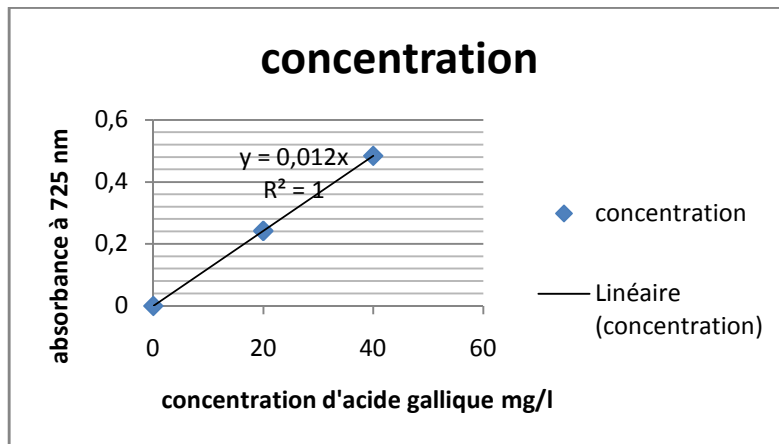


Remarque :

Avec ces valeurs on n'obtient pas une courbe droite, si pour ça on supprime quelques valeurs pour obtenir une courbe droite.

Annexe 07:

ppm	0	20	40
concentration	0	0,242	0,484



Après on utilise cette équation pour calculer les composés phénoliques :

$$Y = ax$$

Annexe08: détermination de la teneur en chlorophylle et en caroténoïdes :

Réactif :

✓ Cyclohexane.

Mode opératoire :

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

Annexes

Annexe 09 : les différentes classes de l'huile d'olive et leurs critères de qualité (COI, 2003).

Huile Paramètres	Huile d'olive vierge extra	Huile d'olive vierge	Huile d'olive vierge courante	Huile d'olive vierge lampante
Caractéristiques organoleptiques médiane- fruité -défaut	>0 Me =0	>0 0<Me<2.5	=0 2.5<Me<6.0	Me>6.0
Acidité libre (% d'acide oléique)	≤0.8	≤0.2	≤3.3	>3.3
Indice de peroxyde (meq O ₂ /kg)	≤20	≤20	≤20	Non limité
Extinction spécifique (UV)				
270nm	≤0.22	≤0.25 ≤2.60	≤0.30 -	- -
232nm	≤2.50			

Me :médiane

(-) : non limité

Annexes

Résumé :

Dans cette étude nous avons étudié l'effet de la date de récolte sur la qualité et la composition chimique de l'huile d'olive vierge de la variété chemlal cultivée dans la région d'Akbou, wilaya de Béjaia. 12 échantillons d'olives ont été récoltés à trois dates différentes, à raison de quatre échantillons par date : 13/12/2014 ; 15/01/2015 et 15/02/2015. Sur les échantillons d'huile obtenus nous avons effectué les analyses suivantes : la teneur en eau et en matières volatiles (%), acidité (%), l'indice de peroxyde (még g d'O₂/kg d'huile), absorbance dans l'UV, poly phénols (mg/kg), les pigments (mg/kg). Les résultats obtenus montrent l'évolution des paramètres analysés au cours de la maturation des olives : Les indices de qualité augmentent tandis que les composés phénoliques, les chlorophylles et les caroténoïdes diminuent. Tous les échantillons analysés sont classés dans la catégorie de l'huile d'olive vierge extra et de l'huile d'olive vierge selon la norme de COI.

Mots clés :

Chemlal, huile d'olive extra vierge, paramètres physico-chimiques, la période de récolte.

Summary:

In this research we have studied the effect of the harvest date on the quality and the chemical composition of the virgin olive oil of chemlal variety cultivated in Akbou area, wilaya of Béjaia. 12 olive samples were collected on three different dates, at a rate of four samples per date: 12/13/2014; 1/15/2015 and 2/15/2015. On the oil samples obtained we carried out the following analyzes: water content and of volatile matters (%), acidity (%), the peroxide index (még G of oil O₂/kg), absorptance in UV, polyphenols (mg/kg), the pigments (mg/kg). The results obtained show the evolution of the parameters analyzed during the maturation of olives: The indices of quality increase while the phenolic compounds, chlorophyls and the carotenoids decrease. All the analyzed samples are classified in the category of the extra virgin olive oil and the virgin olive oil according to the standard of COI.

Key words:

Chemlal, virgin extra olive oil, physicochemical parameters, the period of harvest.