République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et la Recherche Scientifique
Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou
Faculté des Sciences biologiques et sciences agronomique
Département des Sciences Agronomiques

Mémoire de fin de cycle

En vue d'obtention de diplôme

Master

Filière : sciences alimentaires

Spécialité : Agroalimentaire et contrôle de qualité

Thème

Suivi de la stabilité de l'huile d'olive conditionnée dans quatre types d'emballages.

Promoteur :

M^r. BENGANA M.

Présenté par :

M^elle HAMAIDI Rosa

M^elle IMAZATENE Kamelia

Devant le jury:

Président : M^r SADOUDI R Maître de conférences classe B à l'UMMTO.

Examinatrice : M^me BENTAYEB S Maître assiste à l'UMMTO.

Promotion : 2017-2018

Remerciements

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

Nos vifs remerciements à notre promoteur Mr BENGANA.M d'avoir accepté de nous encadré, et de nous avoir dirigé ce travail ainsi que pour ses conseils et son aide.

Nous tenons à présenter nos vifs remerciements aux membres de jury, qui nous ont fait l'honneur d'examiner ce travail.

Nos remerciements sont adressés aussi pour toute l'équipe pédagogique de laboratoire commun I et II de l'UMMTO.

Nous adressons aussi nos plus sincères remerciements au chef de département de chimie, d'avoir accepté de réaliser des analyses au sein de leur laboratoire.

Ainsi, nous remercions l'institut national d'agronomie pour leur accueil et d'avoir accepté de nous réaliser un paramètre (profil en acide gras) de la partie pratique de notre mémoire.

Enfin, nous tenons également à remercier nos enseignants pour nous avoir formées tout au long de notre cycle d'étude et toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Dédicaces

Je dédie cet humble travail :

- ♥ *À mes chers et respectueux parents, qui me donnent toujours l'espoir de vivre, pour leur encouragement, soutien et surtout leur amour et sacrifices pour nous.*
- ♥ *À mes très chers grands parents, qui sont toujours à mes côtés, que Dieu les bénisse.*
- ♥ *À mes adorables sœurs RACHIDA et DYHIA.*
- ♥ *À tout le reste de la famille, oncles et tantes, cousins et cousines.*
- ♥ *À mes chers amis notamment TINA, SADJIA, AMINA, ROSA, et KAMY.*
- ♥ *À tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin, et surtout toute personne qui m'aime et que j'aime.*

KAMELIA.

Dédicaces

Je dédie cet humble travail :

- ♥ *À mes chers et respectueux parents, qui me donnent toujours l'espoir de vivre, pour leur encouragement, soutien et surtout leur amour et sacrifices pour nous.*
- ♥ *À mes très chers grands parents, qui sont toujours à mes côtés, que Dieu les bénisse.*
- ♥ *À mes adorables sœurs OUARDIA et AMINA.*
- ♥ *À mes chers frères MOHAMED et SMAIL.*
- ♥ *À tout le reste de la famille, oncles et tantes, cousins et cousines.*
- ♥ *À mes chers amis notamment KARIMA, MERIEM, SAIDA et HOUDA.*
- ♥ *À tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin, et surtout toute personne qui m'aime et que j'aime.*

ROSA.

Liste d'abréviation

AG : Acide **G**ras

CE : Communauté **E**uropéenne.

COI : **C**onseil **O**leicol **I**nternational**.**

U.E : Union **E**européenne.

UV : Ultra**-V**iolet

ppm : partie **p**ar **m**illion

meq : milliéquivalent.

C : Concentration.

mg : Milligramme.

min : Minute.

ml : Millilitre.

N : Normalité.

V : **V**olume

nm : nanomètre

Pe : polyéthylène

Pet : Polyéthylènetitraphtalate

Pehd : Polyéphylène haute densité

Pebd : Polyéthylène basse densité

Pp : polypropylène

Pvc : Polychlorure de vinyle

PVdc: Polychlorure de vinylidène

Ps : polystyrène.

g : gramme

Kg : kilogramme

°C : degré celsius

La Liste Des Figures

Figure 1 : Production mondiale de l'huile d'olive 03

Figure 2 : La consommation mondiale de l'huile d'olive 04

Figure 3 : La composition biochimique de l'huile d'olive 06

Figure 4 : Acide oléique (C18 : 1 n-9) 07

Figure 5 : Structure chimique de quelques stérols présents dans l'huile d'olive 09

Figure 6 : Les principaux composés phénoliques de l'huile d'olive 10

Figure 7 : Structure générale de tocophérol 10

Figure 8 : Structure de squalène 11

Figure 9 : Structure chimique des composés volatiles majoritaires trouvés dans l'huile d'olive vierge 11

Figure 10 : Schéma des réactions d'oxydation des lipides 14

Figure 11 : Evolution schématique de l'auto-oxydation des acides gras insaturés au cours du temps 15

Figure 12 : Une étape de la réaction en chaine de l'auto-oxydation 16

Figure 13 : Schéma simplifié de l'auto-oxydation 17

Figure 14 : Schéma des deux voies d'un photo-sensibilisateur excité 18

Figure 15 : Les différents types de bouteilles commerciales en verre pour huile d'olive 24

Figure 16 : Evolution du taux d'acidité de l'huile d'olive vierge conditionnée dans quatre types d'emballage 39

Figure 17 : Evolution de l'indice de peroxyde (meq d'O/kg d'huile d'olive) de l'huile d'olive en fonction de la durée du stockage et le type d'emballage utilisé 40

Figure 18 : Evolution de la teneur en composés phénoliques en ppm dans l'huile d'olive en fonction de la durée du stockage et type d'emballage utilisé 42

Figure 19 : Les teneurs en chlorophylles en ppm des échantillons d'huile d'olive en fonction de la durée du stockage et type d'emballage utilisé 44

Figure 20 : Les teneurs en caroténoïdes en ppm des échantillons d'huile d'olive en fonction de la durée du stockage et type d'emballage utilisé 45

Figure 21 : évolution des extinctions spécifiques à 232 nm et à 270 nm de l'huile d'olive en fonction de la durée du stockage et type d'emballage utilisé 47

Figure 22 : représentations graphiques de la composition en acides gras saturés (%) 50

Figure 23 : représentations graphiques des acides gras monoinsaturés 51

Figure 24 : représentations graphiques des acides gras polyinsaturés 52

Figure 25 : Evolution de l'indice d'iode (g d'iode / 100g d'huile) de l'huile d'olive en fonction de type d'emballage et la durée de stockage 53

La Liste Des Tableaux

Tableau I : composition de l'huile d'olive en acides gras 07

Tableau II : principaux triglycéride de l'huile d'olive..... 08

Tableau III : autres facteurs pro et antioxydants des corps gras..... 20

Tableau IV : les facteurs les plus importants promouvant l'oxydation, et comment les contrôler..... 21

Tableau V : Les matières plastiques utilisées dans l'industrie alimentaire..... 28

Tableau VI : les conditions d'extraction d'huile d'olive 30

Tableau VII : la composition en acides gras (%) de l'huile d'olive en fonction de la durée de stockage et le type d'emballage..... 49

Sommaire

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Résumé

Introduction générale 1

Synthèse bibliographique

Chapitre I : huile d'olive

I.1 Définition 3

I.2 Production de l'huile d'olive 3

I.3 Consommation de l'huile d'olive 4

I.4 Catégories de l'huile d'olive 4

I.5 Composition chimique de l'huile d'olive 6

I.5.1 Fraction saponifiable 6

I.5.1.1 Acides gras 6

I.5.1.2 Les triglycérides 8

I.5.2 Fraction insaponifiable 8

I.5.2.1 Les stérols 8

I.5.2.2 Composés phénoliques 9

I.5.2.3 Tocophérols 10

I.5.2.4 Les hydrocarbures 10

I.5.2.5 Composés aromatiques 11

I.5.2.6 Pigments colorants 12

Chapitre II : altération de l'huile d'olive

II.1. L'altération biologique 13

II.2. l'altération chimique 13

II.2.1. Acidification 13

II.2.2. L'oxydation 13

II.2.2.1.L'auto-oxydation 14

II.2.2.2. L'oxydation enzymatique 17

II.2.2.3. l'oxydation des lipides par l'oxygène singulet (photo-oxydation) 17

II.2.3. Dégradation thermique 18

II.3. les facteurs favorisant l'altération des lipides 19

II.3.1. Les principaux facteurs d'oxydation 19

II.3.2. Autres facteurs 20

II.4. Stratégies de limitation de l'oxydation 21

Chapitre III : les matériaux d'emballage

III.1 Définition de l'emballage 22

III.2 les fonctions de l'emballage 22

III.2.1. Fonctions techniques de l'emballage 22

III.2.2. Fonctions communication de l'emballage 23

III.2.3. Fonction environnementale de l'emballage 23

III.3. les matériaux d'emballage 24

III.3.1. Le verre 24
III.3.1.1. Définition 24
III.3.1.2. Composition 25
III.3.1.3. Propriétés 25
III.3.2. Le plastique 26
III.3.2.1. Définition 26
III.3.2.2. Composition 26
III.3.2.3. Propriétés 27

Chapitre IV : matériels et méthode

IV.1 Echantillonnage 30
IV.2 Extraction de l'huile d'olive 30
IV.3 Méthode d'analyse 31
IV.3.1 Acidité libre 31
IV.3.2 Indice de peroxyde 32
IV3.3 Détermination du coefficient d'extinction spécifique dans l'ultra-violet 34
IV.3.4 Dosage des pigments 35
IV.3.5 Dosage des composés phénolique totaux 36
IV.3.6 Composition en acides gras 37
IV.3.7 Indice d'iode 38
IV.4 Analyse statistique 38

Chapitre V : Résultat et discussion

V.1. Acidité 39
V.2.Indice de peroxyde 40
V.3.Teneur en composés phénoliques 42
V.4.Analyse des pigments colorants 43

V.5.Coefficient d'extinction spécifique K232 et K270 46

V.6. la composition en acides gras 48

V.7. indice d'iode 52

Conclusion 54

Références bibliographiques

Annexes

Résumé

Dans cette étude, nous nous sommes intéressés à la fonction de l'emballage sur la stabilité de l'huile d'olive vierge. Nous avons, pour cet effet suivil'évolution de la qualité de l'huile d'olive extra vierge, de la variété *Chemlal*, conditionnée dans quatre types d'emballages : verre opaque vert, verre opaque marron, verre transparent et le plastique, pendant une durée de stockage de15 à 17 mois, entreposée à la température ambiante et à la lumière du jour. Les paramètres analysés sont: l'acidité, l'indice de peroxyde, l'indice d'iode, la teneur en polyphénols, la teneur en pigments, l'extinction UV et composition en acides gras par CPG.Les résultats obtenus ont révélé quele récipient en verre opaque assure une meilleure protection de la qualité de l'huile car il empêche ou ralentit le processus d'oxydation en protégeant l'huile contre les rayons lumineux. Le récipient en verre transparent lui aussi capable de conserver la qualité de l'huile mais à un degré moindre que celui en verre opaque par ce qu'il conduit par sa transparence à la photo-oxydation et à la réduction de la durée de conservation d'huile. Le récipient en plastique est déconseillé pour le stockage de l'huile pour une langue durée puisqu'il est perméable à l'oxygène, transparent et permet la migration des composés du récipient vers l'huile. En conclusion, le type d'emballage est l'un des facteurs déterminants la stabilité de l'huile au cours du stockage, ainsi le choix d'un emballage approprié est primordial pour ralentir les réactions d'altération et prolonger par conséquent sa vie commerciale.

Mots clés : huile d'olive ; qualité ; altération ; conservation ; emballages

Abstract

In this study, we looked at the function of packaging on the stability of virgin olive oil. We have for this effect followed the evolution of the quality of extra virgin olive oil, the variety Chemlal, packaged in four types of packaging: opaque green glass, opaque brown glass, transparent glass and plastic, for a storage period of 15 to 17 months, stored at room temperature and in daylight. The parameters analyzed are: acidity, peroxide index, iodine number, polypenol content, pigment content, UV extinction and fatty acid composition by GPC. The results obtained revealed that the opaque glass container provides better protection of the quality of the oil as it prevents or slows down the oxidation process by protecting the oil against light rays. The transparent glass container is also capable of preserving the quality of the oil but to a lesser degree than that of opaque glass because it leads by its transparency to the photo-oxidation and the reduction of the shelf life of the oil. The plastic container is not recommended for storage of oil for a tongue-length since it is permeable to oxygen, transparent and allows the migration of compounds from the container to the oil. In conclusion, the type of packaging is one of the factors determining the stability of the oil during storage, so the choice of an appropriate packaging is essential to slow the weathering reactions and therefore prolong its commercial life.

Keywords: olive oil; quality; alteration; conservation; packaging.

Introduction

L'huile d'olive est un produit très polyvalent, elle est connue de longue date dans le bassin méditerranéen, où de nombreuses générations lui ont trouvé des vertus incomparables dans le domaine de l'alimentation et de la santé. Elle est aujourd'hui largement appréciée à travers le monde pour ses qualités nutritionnelles, ses effets bénéfiques sur la santé et ses caractéristiques organoleptiques (CE 2002).

La quasi-totalité de la production d'huile d'olive est concentré dans le bassin méditerranéen qui représente 99% des plantations et fournit 98% de la production mondiale (Catherine et *al.*2006). L'Algérie fait partie des pays méditerranéens dont le climat est plus propice à la culture de l'olivier (Coutin, 2003).

L'huile d'olive vierge est obtenue à partir des olives entiers par des moyens mécaniques, sans aucun autre traitement, a l'exception du lavage, filtration, décantation, ou centrifugation, et elle est consommée directement. **(**Hrncirik et *al*, 2005.)

Elle est l'une des huiles végétales les plus anciennes et la seule qui peut être consommée sous son état brut sans traitement préalable (Boskou, 1996.). Les effets bénéfiques de l'huile d'olive vierge ont été attribués à sa teneur élevé en acides gras mono-insaturés, particulièrement l'acide oléique, et ses composés mineurs tels que les composés phénoliques, les tocophérols et les caroténoïdes (Visioli et *al*, 1998) qui sont rapportés à jouer un rôle clé dans la prévention de l'oxydation de l'huile d'olive (Méndez et *al*, 2005).

Selon le conseil oléicole international, la qualité des huiles d'olive est un ensemble de caractéristiques physico-chimiques et organoleptiques permettant le classement des huiles en différentes catégories (COI, 2011). Cette qualité est influencée par plusieurs facteurs, tels que les techniques culturales, l'apport hydrique, la période de récolte, les techniques d'extraction et les conditions de stockage. Le choix des conditions de stockage appropriées, y compris l'emballage, peut être important parce qu'il peut influencer directement la qualité de l'huile d'olive en protégeant le produit des deux facteurs : l'oxygène et la lumière (Piscopo et *al*, 2012).

Plusieurs types de films plastiques ou des conteneurs métalliques peuvent être utilisé pour emballer l'huile, mais des bouteilles en verre de différentes formes et couleurs sont les plus communes **(**Francesco et *al*, 2005). La connaissance des matériaux d'emballage, leur interaction avec l'huile, et une meilleure compréhension des voies d'oxydation sous divers

conditions de stockage fournira les informations nécessaires pour améliorer la qualité de l'huile d'olive emballée (Kanavouras et *al*, 2006).

C'est dans ce contexte que nous nous proposant d'étudier l'influence de certaines conditions de stockage, tels que le type d'emballage utilisé (verre transparent, verre opaque : marron et vert, et le plastique) sur la qualité d'une huile d'olive vierge en fonction de la durée de stockage.

L'évaluation de la qualité de l'huile d'olive vierge a été faite en ayant recours aux analyses physicochimiques suivantes : indice de peroxydes, acidité, détermination de la teneur en acides gras, absorbance spécifique aux rayonnements UV, indice d'iode, la teneur en chlorophylles et caroténoïdes et la teneur en composés phénoliques.

CHAPITRE I

Huile d'olive

I.1 Définition

On désigne par l'huile d'olive vierge toute huile extraite du fruit de d'olivier (Oleaeuropaea L.)à l'exception des huiles obtenues par solvant ou par des procédés de ré-estérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature (COI, 2003).

I.2 Production de l'huile d'olive

La production d'huile d'olive est l'un des secteurs les plus traditionnels de l'agriculture dans la région méditerranéenne et il est toujours d'une importance primordiale pour l'économie rurale pour le patrimoine local et pour l'environnement de la plupart des pays méditerranéens. (EL De Lacroix, 2003), dont l'Espagne, l'Italie, la Grèce et le Portugal produisent 97% de la production totale de l'U.E et 75% de la production mondiale d'huile d'olive.

L'Algérie fait partie des pays du pourtour méditerranéen dont le climat est le plus propice à la culture de l'olivier. En matière de production d'huile d'olive, l'Algérie est classée au 9eme rang avec 1.7% de la production mondiale**.** (Merouane et al, 2014).

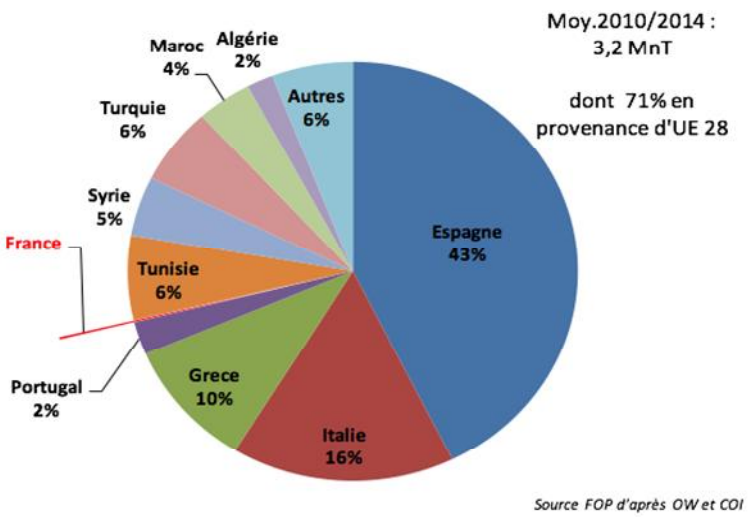


Figure 01 : production mondiale de l'huile d'olive (http://www.fopoleopro.com/la-fop/nos-cultures/olive/)

I.3 Consommation de l'huile d'olive :

Les principaux pays consommateurs sont également les principaux pays producteurs. L'ensemble des pays de l'UE représentent 71% de la consommation mondiale, en première position la Grèce 16.3 kg / an / habitant suivie de l'Espagne 10.4kg, Italie 9.2 kg, Portugal 7 .1kg. Les pays du pourtour méditerranéen représentent 77% de la consommation mondiale comme le Maroc avec 3.9 kg / an / habitant, la Tunisie 3.7kg, le Liban 4.5 kg, la Turquie 2 kg et l'Algérie avec 1.5 kg.

Les autre pays consommateur sont l'Australie avec 1.6 kg/ an/ habitant, Canada 1.1kg l'Etats-Unis 0.9 kg, Japon 0.4kg. (Marché Oléicole, 2015).

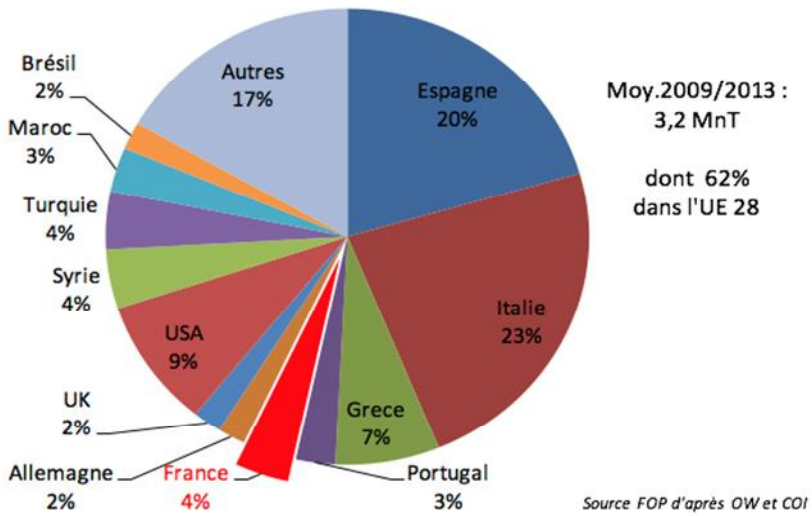


Figure 02 : La consommation mondiale de l'huile d'olive (http://www.fopoleopro.com/la-fop/nos-cultures/olive/)

I.4 Catégories de l'huile d'olive

Parmi les huiles d'olive on distingue différente catégories. L'appartenance à une catégorie est définie en fonction de l'évaluation de quelques paramètres de qualité de l'huile d'olive principalement l'acidité (Christopoulou et al, 1995 ; Fedeli 1999)**.** On trouve donc :

1. **Huile d'olive vierge** : c'est une huile obtenue à partir du fruit de l'olivier par procédés mécanique ou autre procédés physiques et dans des conditions thermiques qui n'entrainent pas l'altération de l'huile. Les fruits n'ont subi aucun traitement autre que le lavage. L'huile est obtenue exclusivement par la décantation, la centrifugation et la

filtration du jus des fruits. Elles font l'objet du classement et des dénominations ci-après :

- Huile d'olive vierge extra : huile d'olive dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0.8g pour 100g et les autres caractéristiques sont conformes à celles prévues pour cette catégorie.
- Huile d'olive vierge : huile d'olive dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 2g pour 100g et dont les autres caractéristiques sont conformes à celles prévues pour cette catégorie.
- Huile d'olive vierge courante : huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 3.3g pour 100g et dont les autres caractéristiques sont conformes à celles prévues pour cette catégorie.
- Huile d'olive vierge lampante (non propre a la consommation en l'état) : huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est supérieure à 3.3g pour 100g et dont les autres caractéristiques sont conformes à celles prévues pour cette catégorie.

2. **Huile d'olive raffinée :** huile d'olive obtenue par raffinage d'huile d'olive vierge, dont l'acidité libre exprimée en acide oléique ne peut être supérieure à 0.5g pour 100g et dont autres caractéristiques sont conformes à celles prévues pour cette catégorie.
3. **Huile d'olive :** huile constituée par couplage d'huile d'olive raffinée et d'huile d'olive vierge autre que lampante, dont l'acidité libre exprimée en acide oléique, ne peut être supérieure à 1.5g pour 100g et dont les autres caractéristiques sont conformes à celles prévues pour cette catégorie.

Une autre catégorie d'huiles peut être mise en évidence ; il s'agit des huiles de grignons d'olive. Cette huile est obtenue par traitement aux solvants ou autres procédés physiques des grignons d'olive, à l'exclusion des huiles obtenues par des procédés de ré-estérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature (Veillet, 2010). Elle est commercialisée selon les dénominations et définition ci-après :

1. **Huile de grignons d'olive brute :** est l'huile de grignons d'olive destinée au raffinage en vue de son utilisation dans l'alimentation humaine ou destinée à des usages techniques.
2. **Huile de grignons d'olive raffinée :** huile obtenue par raffinage d'huile de grignons d'olive brute, dont l'acidité libre exprimée en acide oléique, ne peut être supérieure à

0.5g pour 100g et dont les autres caractéristiques sont conformes à celles prévues pour cette catégorie.

3. **Huile de grignons d'olive** : huile constituée par couplage d'huile de grignons d'olives raffinée et des huiles vierges autre que lampante dont l'acidité libre exprimée en acide oléique ne peut être supérieure à 1.5g et dont les autres caractéristiques sont conformes à celles prévues dans cette catégorie.

I.5 Composition chimique de l'huile d'olive

La composition chimique de l'huile d'olive (Oleaeuropaea L.) dépend largement de la variété du fruit, des conditions agronomiques, du degré de maturité, des procédés d'extraction et des conditions de stockage (Cichelli et Pertesna, 2004).

L'huile d'olive contient des éléments majeurs et mineurs. Elle possède une composition nutritionnelle équilibrée en fraction saponifiable (acides gras et triglycérides qui représentent 98% du poids total), et une fraction insaponifiable qui sont des composés mineurs représentant 2% du poids total de l'huile (stérols, polyphénols, tocophérols, pigment,….) (Benlemlih et Ganam 2012).

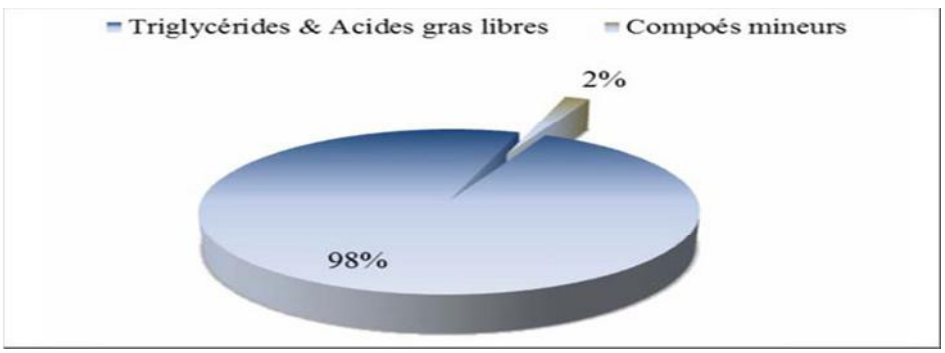


Figure 03 : composition biochimique de l'huile d'olive. (Benlemlih et Ganam 2012).

I.5.1 composés majeurs :

Elle est constituée généralement de 98 à 99% de triglycérides, de 1 à 2% d'acides gras libres ainsi que de composés mineurs de nature glycéridique tel que les cires, les mono et diglycérides et les phospholipides (Ryan et al., 1998 ; Ollivier et al., 2000).

I.5.1.1 Acides gras

Les acides gras sont des molécules organiques comprenant une chaîne carbonée terminée par un groupement carboxyle. Cette chaine peut être dépourvue de toute double

liaison carbone-carbone dans ce cas les acides gras sont dit « saturé ». Elle peut également contenir une double liaison (acides gras monoinsaturés AGMI) ou plusieurs doubles liaisons (acides gras polyinsaturés AGPI) (Veillet, 2010).

L'abondance de l'acide oléique, un acide gras mono-insaturé, est la caractéristique qui définit l'huile d'olive en dehors des autres huiles végétales. L'acide oléique (C18 :1) représente 56 à 84% des acides gras de l'huile d'olive, tandis que l'acide linoléique (C18 :2) qui est un acide gras polyinsaturé essentiel pour l'alimentation humaine, représente 3 à 21% (Benlemlih et Ganam 2012). Les principaux acide gras saturés sont l'acide stéarique (C18 :0) et l'acide palmitique (C16 :0) qui représentent respectivement 0.5 à 5% et 7.5 a 20%(Ruiz et al, 1998).

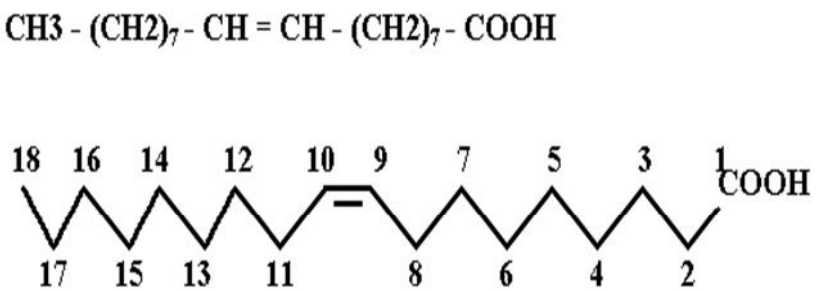


Figure 04 : acide oléique (C18 :1 n-9) (François, 2008).

Tableau I : Composition de l'huile d'olive en acide gras (COI, 2003)

Acide gras	**symboles**	**Limite de variabilité %**
Acide myristique	C14 :0	≤ 0.05
Acide palmitique	**C16 :0**	**7.5-20.0**
Acide palmitoléique	C16 :1	0.3-3.5
Acide heptadécanoique	C17 :0	≤ 0.3
Acide heptadécénoique	C17 :1	≤ 0.3
Acide stéarique	C18 :0	0.5-5.0
Acide oléique	**C18 :1**	**55.0-83.0**
Acide linoléique	**C18 :2**	**3.5-21.0**
Acide linolénique	C18 :3	≤ 1.0
Acide arachidique	C20 :0	≤ 0.6
Acide gadoléique	C20 :1	≤ 0.4
Acide béhenique	C22 :0	≤ 0.2
Acide linocérique	C24 :0	≤ 0.2

I.5.1.2Les triglycérides

Ce sont des esters de glycérol et d'acide gras**.** 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).

Les triglycérides qui sont trouvés dans des proportions significatives dans huile d'olive sont représentés dans le tableau II :

Tableau II: principaux triglycéride de l'huile d'olive (Ruiz et al, 1998).

Nature	% des triglycérides
OOO (trioléine)	40-59
POO (dioléopalmitine)	12-20
OOL (dioléolinoléine)	12.5-20
POL(palmitooléolinoléine)	5.5-7
SOO (dioléostéarine)	3-7

O : acide Oléique
P : acide Palmitique
L : acide Linoléique
S : acide Stéarique

I.5.2 composés mineurs :

L'insaponifiable correspond à l'ensemble des constituants d'un corps gras qui, après saponification, sont peu solubles dans l'eau et solubles dans les solvants organiques. La fraction insaponifiable représente 0.4 à 0.8% de l'huile d'olive. Elle est constituée d'hydrocarbures, de stérols, d'alcools terpéniques, de tocophérols, de composés phénoliques, et de pigments (chlorophylle, caroténoïdes) et d'autre composés mineurs (Jacotot, 1993).

I.5.2.1Les stérols

Ils représentent environ 15% de la fraction insaponifiable, soit 100 à 200 mg pour 100g. La quantité totale de stérols varie suivant la variété des olives et leur degré de maturité.

Le principal stérol est le β-sitostérolqui représente jusqu'à 90 à 95%de tous les stérols présents. Celui-ci est intéressant car il s'oppose à l'absorption du cholestérol alimentaire. L'huile d'olive est la seule huile qui contient un taux particulièrement élevé en ce type de stérols. D'autres phytostérols sont présents tels que tels que le campestérol et le stigmastérol (Viola, 1997).

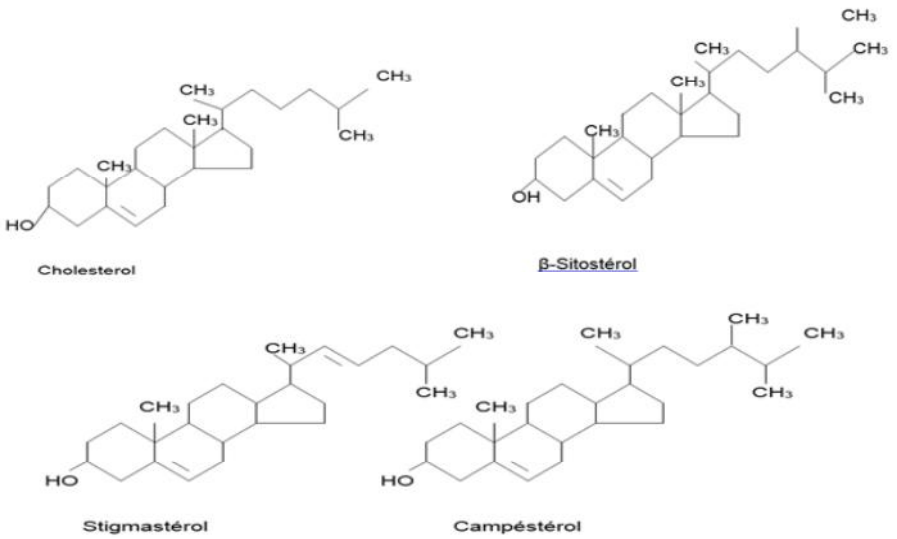


Figure 05: structures chimiques de quelques stérols présents dans l'huile d'olive(Graille, 2003)

I.5.2.2Composés phénoliques

L'huile d'olive est quasiment la seule huile contenant des quantités notables de substances phénoliques naturelles (Baccouri et al, 2006). La teneur de ces composés varie d'un composé à un autre. Le tyrosol et l'hydroxytyrosol et leurs dérivés sont les composés les plus importants du point de vue de leur concentration (Yang et al, 2007 ; Pinelli et al, 2003 ; Garcia, 2003).

Les composés phénolique de l'huile sont originaires du fuit, transférés dans l'huile durant le processus de trituration.

Les principaux composés phénoliques qui existent dans le fruit de l'Oleaeuropea sont l'oleuropéine, la dimethyloleuropeine, ligstroside et la verbascoside. Le tyrosol et l'hydroxytyrosol sont directement dérivés de l'hydrolyse de l'oleuropéine et du ligstroside(Brenes et al, 2002).

Les composés phénoliques contribuent largement à la stabilité de l'huile en augmentant sa résistance à l'auto-oxydation.En plus de l'activité antioxydante de ces composés, ils sont généralement liés aux goûts amer, piquant et astringent de l'huile(Fedeli, 1977).

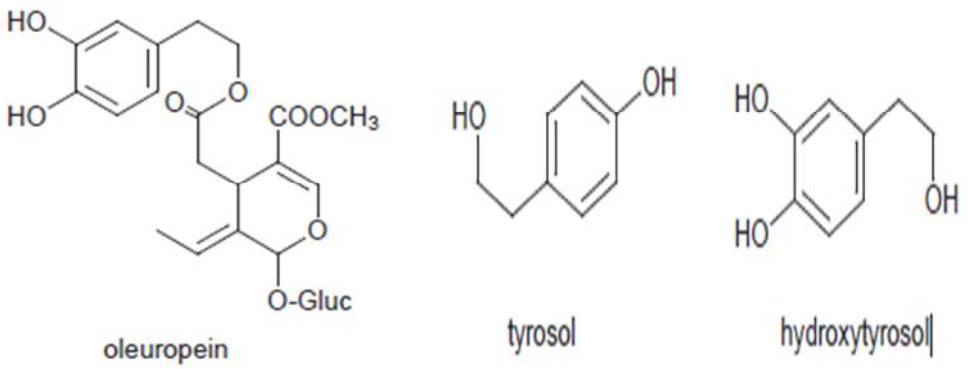


Figure 06 : principaux composé phénolique de l'huile d'olive (Ryan et Robards, 1998)

I.5.2.3Tocophérols

Les tocophérols sont reconnus pour leur double action bénéfique. En effet ils ont tout d'abord l'atout d'être une vitamine (vitamine E) et ils ont également une forte activité antioxygène (Burton et al, 1986)la teneur totale en tocophérols dans huiles d'olive est très variable puisqu'elle peut aller de quelque mg à 450 mg/kg d'huile (Gutierrez, 1999).

L'alpha-tocophérol représente à lui seul 90% de la totalité des tocophérols mais on trouve également le bêta et gamma tocophérol, alors que le delta tocophérol n'est présent qu'a l'état de traces (Psomiadou, 2000).

Les tocophérols exercent en synergie avec les composés phénoliques un effet antioxydant qui attribut à l'huile d'olive sa stabilité oxydative (CarrascoPancorbo et al, 2004).

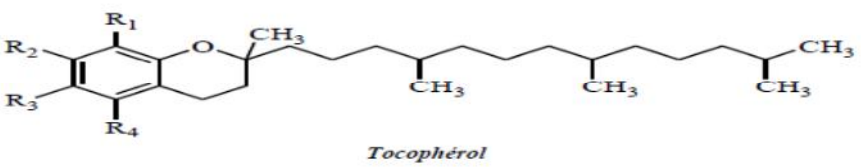


Figure 07 : structure générale de tocophérol (Graille 2003)

I.5.2.4Les hydrocarbures :

Ce sont quantitativement les principaux composants de la fraction insaponifiable. Le composant majeur est le squalène qui constitue 30 à 50 % de cette fraction. Le squalène est un précurseur métabolique de cholestérol et autres stérols (Samaniego-Sanchez et al, 2010)**,** il

représente 500 à 780 mg/100g de l'huile d'olive (Visioli et al, 2002).le squalène a des propriétés antioxydantes et effet scavenger (balayeur) des radicaux libres (Berra, 1998)

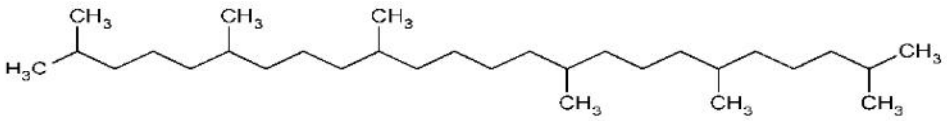


Figure 08 : structure de squaléne(Graille 2003).

I.5.2.5Composés aromatiques

Plus de 100 composés contribuent à l'arôme délicat et unique de l'huile d'olive. Ces composés proviennent des fruits et ils sont incorporés à l'huile durant le broyage et le malaxage des olives (Salas et al, 2000 ; Angerosa et al, 2001).

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

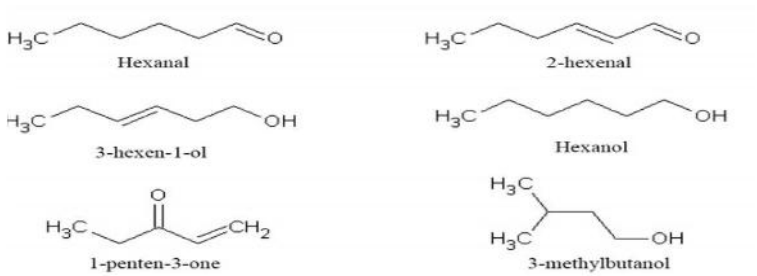


Figure 09 : structure chimique des composés volatiles majoritaires trouvés dans l'huile d'olive vierge (Griffin, 1986)

I.5.2.6 Pigments colorants

L'huile d'olive vierge a une couleur qui vas du vert-jaunâtre jusqu'au doré en fonction de la variété et de l'état de maturation du fruit. La composition et le contenu total de pigments présents dans l'huile d'olive sont des paramètres qui revêtent une très grande importance dans la détermination de sa qualité, étant en relation avec la couleur, qui est des attributs basiques dans l'évaluation sensorielle de l'huile d'olive. Les pigments jouent un rôle très important dans les mécanismes d'auto-oxydation et photo-oxydation (Boskou, 1998)

- **Les chlorophylles**

Les chlorophylles sont présentes dans l'huile d'olive fraîche avec un taux de 1 à 20 mg/kg, dont 40 à 80% sont des phéophytines(Ranalli, 1992).

Les chlorophylles a et b se dégradent facilement en phéophytines (de couleur marron).
Ce sont les chlorophylles et les phéophytines qui sont essentiellement responsables de la couleur caractéristique de l'huile d'olive (Rahmani, 1989 ; Gandul-Rojas et Minguez-Mosquera, 1996 a et b).

Les chlorophylles jouent un rôle important dans l'activité oxydative qui est due à nature antioxydante à l'obscurité et leur activité pro-oxydante en présence de la lumière (Guirda et *al*, 2005).

- **Caroténoïde**

Les pigments caroténoïdes surtout présent dans l'huile d'olive est le β-carotène. Son taux varie de 0.3 à 3.7 mg/ kg d'huile. (Kataja-Tuomola. M, 2008).

Les caroténoides possèdent une activité antioxydante(Soulier et Farines, 1992 ; Salvador et al, 2001 ; Giuffrida et al, 2007). Ils exercent un effet inhibiteur sur la photooxydation en désactivant l'oxydènesingulet. (Perrin, 1992 ; Kiritsakis et Osman, 1995).

CHAPITRE II

Altération de l'huile d'olive

II.1. L'altération biologique :

Les huiles végétales sont peu altérées par les micro-organismes ; elles subissent surtout des changements physico-chimiques. Cependant, les germes lipolytiques peuvent parfois participer à des phénomènes d'hydrolyse et d'oxydation pourtant le contrôle microbiologique des huiles est rarement appliqué (Guiraud, 2003).

II.2. l'altération chimique :

Les principales réactions d'ordre chimiques susceptibles d'affecter les corps gras lors de leur production ou de leur utilisation sont : l'hydrolyse, l'oxydation et la polymérisation. (Karleskind, 1992).

II.2.1. Acidification :

L'acidification résulte d'après Servilli (2008) de l'hydrolyse d'un, deux ou trois liaisons esters. L'hydrolyse peut être de nature enzymatique (action des lipases) ou chimique et elle conduit à la formation d'acides gras libres et de glycérides partiels. L'hydrolyse enzymatique est un phénomène très long sur les huiles raffinées car les enzymes responsables sont éliminées au cours de raffinage, il peut cependant intervenir sur les huiles brutes et sur les huiles de friture (Aluyoret Orijeu, 2008). Les acides gras (AG) libérés sont préjudiciables à la qualité du corps gras, ils s'oxydent plus vite et donnent un goût désagréable.

II.2.2. L'oxydation :

Les principales réactions d'oxydation des lipides insaturés sont complexes mais bien connues. On peut les représenter schématiquement à la figure 10. Elles constituent une suite de réactions en chaine qui aboutissent à l'accumulation d'hydro-peroxydes(LOOH) (Cuvelier ; et Maillard, 2012).

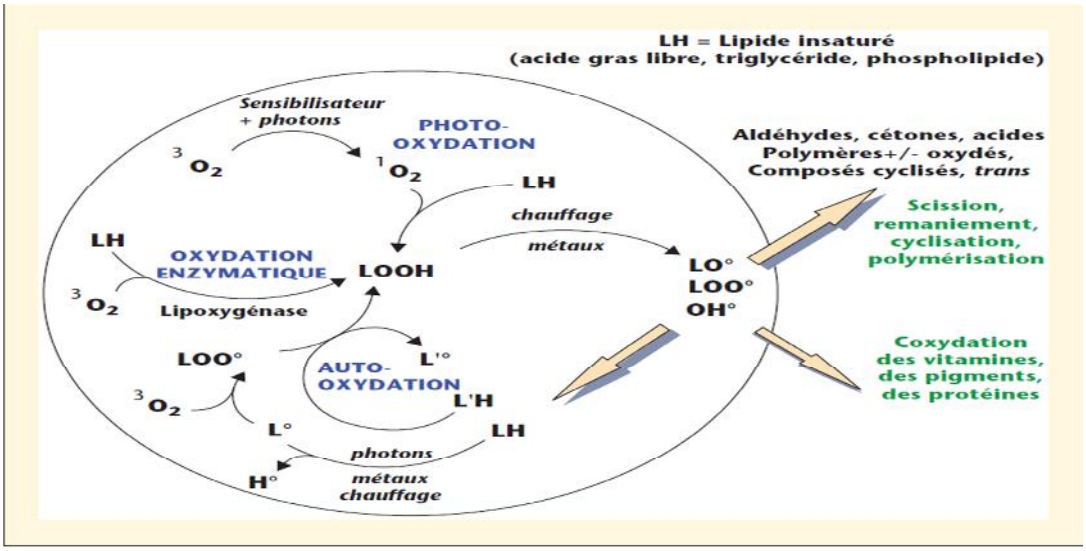


Figure10. Schéma des réactions d'oxydation des lipides (d'après Cuvelier et Maillard, 2012).

La prédisposition d'une huile d'olive extra vierge à ces négatifs phénomènes, dépend de son exposition à des facteurs pro-oxydants tels que l'oxygène, la température, la lumière et autres activateurs (chlorophylles et métaux de transition) (Esposto et *al*, 2017).L'oxydation des vitamines A et E et les caroténoïdes, peut être due aussi à l'action des peroxydes formés. Elle entraîne des pertes d'activité vitaminique et de couleur, de même que l'oxydation des acides gras essentiels, provoque une diminution de la valeur nutritionnelle. (Cheftel, 1977).

L'oxydation des lipides peut résulter de plusieurs voies réactionnelles en fonctions du milieu et des agents initiateurs :

- l'auto-oxydation catalysée par la température, les ions métalliques, les radicaux libres ;
- l'oxydation enzymatique initiée par la lipoxygénases ;
- la photo-oxydation, initiée par la lumière, en présence de photo-sensibilisateurs. (Eymard, 2003).

II.2.2.1.L'auto-oxydation :

L'auto-oxydation est le chemin le plus important en ce qui concerne l'oxydation des lipides. C'est une réaction en chaîne de radicaux libres se déroulant en trois étapes :

-les réactions d'initiation ;

-les réactions de propagation ;

-les réactions de terminaison.

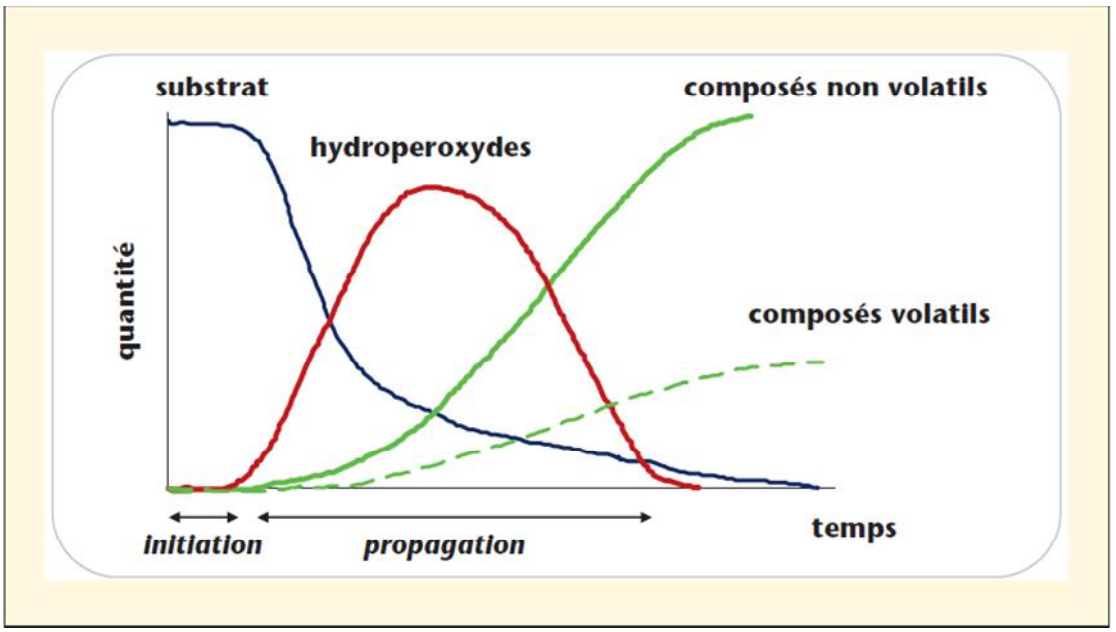


Figure 11: Evolution schématique de l'auto-oxydation des acides gras insaturés au cours du temps. (Cuvelier et Maillard, 2012).

La première étape dans la phase ***d'initiation*** chimique est la formation de radicaux libres à partir des lipides ; ils sont produits par le départ d'un proton et selon la réaction suivante :

$$R\text{-}H = R^{\circ} + H^{\circ}$$

Dont laquelle R-H est une molécule lipidique. La réaction peut être déclenchée par de l'énergie apportée par chauffage ou irradiation, et très souvent par réaction avec un radical libre, en particulier les radicaux libres issus de la décomposition des hydroperoxydes lipidiques, presque toujours présents en quantité très faible.

La vitesse de la réaction d'initiation augmente avec l'insaturation des lipides, la température, l'énergie des irradiations ou solaires, ainsi qu'en fonction d'autre paramètres.

Etape suivante, la ***propagation*** est une réaction radicalaire en chaîne. Une étape de la réaction en chaîne de l'auto-oxydation est donnée dans la figure 12 :

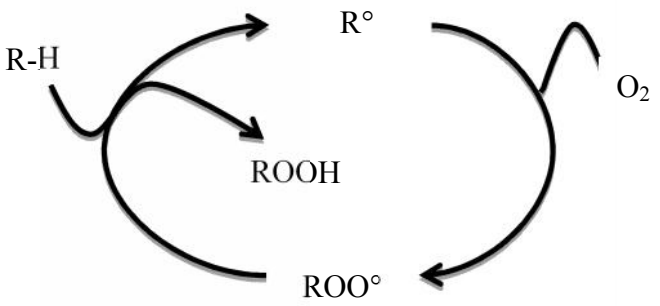


Figure 12 : Une étape de la réaction en chaine de l'auto-oxydation.

Le radicale R° réagit avec l'oxygène dissous dans la phase lipidique ou atmosphérique après diffusion. L'interaction conduit à la formation d'un radical peroxy ROO°. Ce radical capte un proton sur une autre molécule lipidique pour former un hydroxy-peroxyde ROOH et un autre radical R°.

La réaction peut ainsi continuer suivant le même principe. Un radical libre peut donc initier la formation de plusieurs, voire de nombreuses molécules d'hydro-peroxyde. La réaction en chaîne est lente lorsque la vitesse d'initiation est basse et que la concentration en lipide polyinsaturé est faible.

La réaction en chaîne peut s'arrêter dans une phase de ***terminaison*** ; cette dernière correspond à l'interaction entre deux radicaux libres comme décrit dans la réaction suivante :

$$ROO\bullet + R\bullet \rightleftharpoons R\text{-}OO\text{-}R$$

Les réactions de terminaisons sont lentes au début de l'oxydation, c'est-à-dire quand la concentration en radicaux libres est basse, mais elle devient très rapide à des concentrations élevées quand l'oxydation est avancée. (Pokorny, 2003).Au cours de la réaction de terminaison, il y a lieu l'association des radicaux libres pour donner des composés non radicalaires très divers (Alais*et al*, 2008).

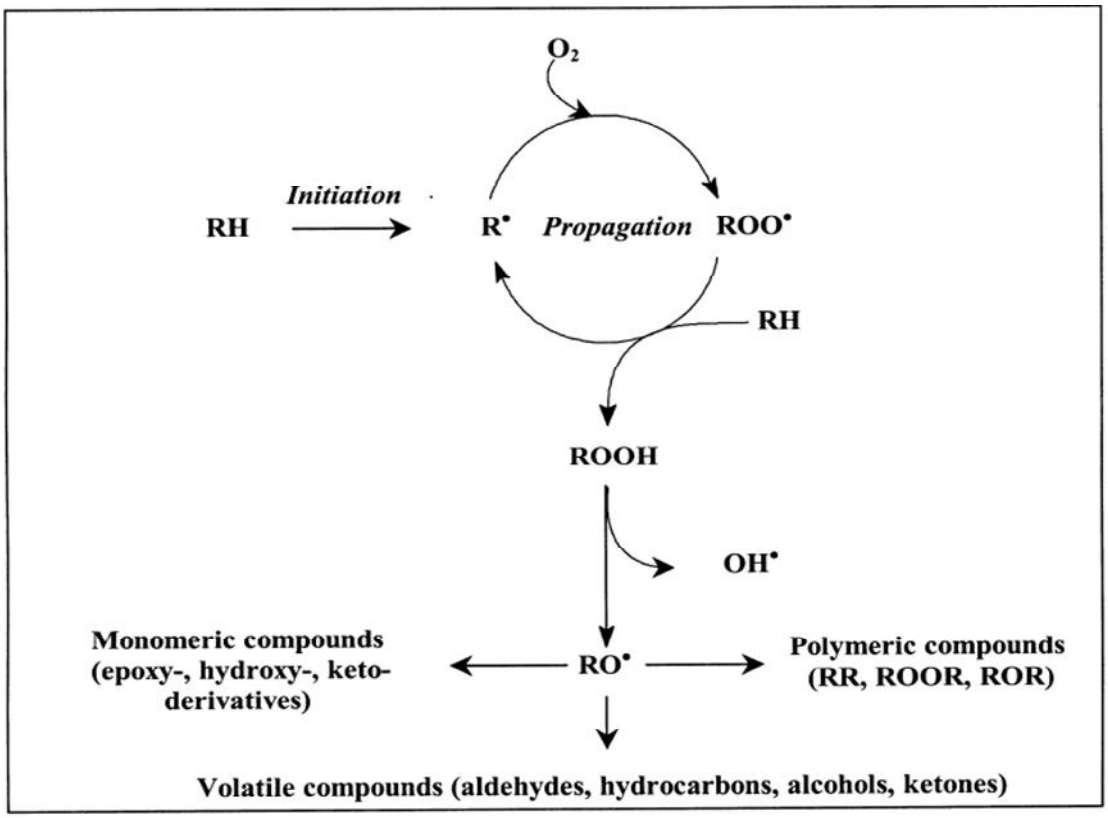


Figure 13 : Schéma simplifié de l'auto-oxydation(Velasco et Dobarganes, 2002).

II.2.2.2. L'oxydation enzymatique

Un autre mécanisme important d'oxydation est l'oxydation enzymatique. Elle est catalysée le plus souvent par les lipoxygénases, qui sont présentes à la fois dans les tissus animaux et végétaux. Les chaînes sont converties en radicaux libres, puis en hydro-peroxydes conjugués suivant un processus analogue à celui de l'auto-oxydation. Cependant, on observe quelques différences. Dans le processus enzymatique, les hydro-peroxydes sont optiquement actifs. Des concentrations en hydroperoxydes plus élevées inhibent l'activité des lipoxygénases.(Pokorny, 2003).Les lipoxydases ou lipoxygénases peuvent exercer leur action à très basse température et elles sont inhibées par les antioxydants. (Cheftel, 1997).

II.2.2.3. l'oxydation des lipides par l'oxygène singulet (photo-oxydation)

En présence d'un photo-sensibilisateur, l'énergie irradiante convertit l'oxygène normal à l'état triplet en oxygène à l'état singulet, qui est mille fois plus actif que l'oxygène dans son état triplet.(Pokorny, 2003). Le mécanisme d'oxydation des lipides par l'oxygène

singuletdiffère significativement du principe radicalaire précédemment décrit.(Croguennec et Schuck ,2006).

Comme l'énergie lumineuse est absorbée, le photo-sensibilisateur est transféré à l'état singulet excité. Le photo-sensibilisateur peut être converti à un sensibilisateur d'état triplet excité via un mécanisme de croisement inter système (ISC). La voie de type I est caractérisée par le transfert d'un atome d'hydrogène ou le transfert d'électron entre un sensibilisateur triplet excité et un substrat, ce qui entraîne la production de radicaux libres ou de radicaux libres ions. Le sensibilisateur de l'état triplet excité est une espèce réactive et peut subir une voie de réaction de type II, comme le montre la figure 14. Dans la voie de type II, le sensibilisateur triplet excité réagit avec l'oxygène triplet pour former l'oxygène singulet et le sensibilisateur singulet.(Kanavouras et *al*, 2006).

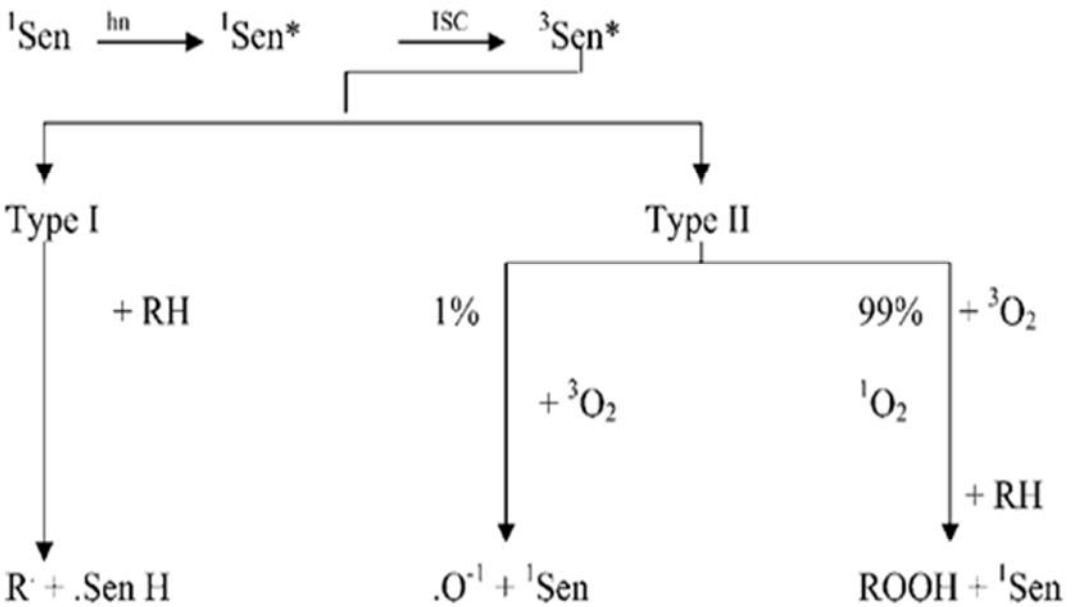


Figure 14 : Schéma des deux voies d'un photo-sensibilisateur excité. (Kanavouras et *al*, 2006).

II.2.3. Dégradation thermique

Pendant le processus thermique, l'huile souffre de la dégradation influencé par les propriétés du type d'huile de friture, aliments frits, oxygène, température et autres additifs tels que des antioxydants…etc. La dégradation entraîne de graves modifications physiques et chimiques comme les changements de viscosité, densité, conductivité…etc. (Kuligowski et *al*, 2010).

Les huiles comestibles en général, et l'huile d'olive extra vierge en particulier, souffrent d'un large éventail de réactions, à savoir l'hydrolyse,oxydation, isomérisation et polymérisation.Ces réactions conduisent à une augmentation des substances polaires, la décomposition des acides gras essentiels et augmentation des isomères trans. Les substances de dégradation formées pendant la friture ont des conséquences nutritionnelles et toxicologiques sur la santé humaine. Par conséquent, les huiles de friture doivent être remplacéesavant qu'une détérioration substantielle n'ait eu lieu.(Coelho et *al*, 2015).

II.3. les facteurs favorisant l'altération des lipides

L'oxydation des lipides limite la durée de vie des produits alimentaires. De nombreux facteurs sontsusceptibles d'influer sur la réaction, soit en la prévenant, soit en la favorisant (pro et antioxydants). Il s'agit defacteurs intrinsèques aux produits tels que la structure des lipides, la présence de molécules pro-oxydantes(hème, ions métalliques, enzymes) ou d'antioxydants (tocophérols, caroténoïdes,composés phénoliques,) et des facteurs externes tels que la température, la lumière, la pressionpartielle en oxygène, l'activité de l'eau, les conditions de stockage et de transformation.(Genot et *al*, 2004).

II.3.1. Les principaux facteurs d'oxydation

Les pro-oxydants comprennent une grande variété de substances naturellement présentes ou issues d'une contamination. C'est le cas par exemple, des métaux provenant des manutentions, du stockage ou de la fabrication. Même des traces de métaux, tels le cuivre ou le fer, catalysent l'oxydation lipidique et diminuent fortement la stabilité oxydative. Certains pigments tels les colorants peuvent agir comme photo-sensibilisateurs et donc catalyser l'oxydation en présence de lumière (par exemple, l'huile vendue dans des bouteilles claires et stockées à la lumièredu jour ou des néons). (Prior, 2003).

Le comportement des lipides vis-à-vis de l'oxydation est très variable, ces variations peuvent être expliquées selon Sherwin(1978), par l'influence de différents facteurs qui sont :

- ✓ **La lumière** : en particulier les ultraviolets ou les ultraviolets proches, à un fort effet d'accélération sur l'oxydation des graisses et des huiles.
- ✓ **La chaleur** : accélère considérablement l'oxydation, en particulier à des niveaux plus élevés.

- ✓ **Aération** : apport de l'oxygène en contact intime avec le graisse ou huile et, aux températures élevées communes aux différents processus de production, accélère fortement l'oxydation.
- ✓ **Les métaux** : en quantités infimes sont reconnus comme matériaux pro-oxydants, prédominants, rencontrés dans les graisses et huiles. On estime que le cuivre ou le fer à des concentrations inférieures à 1 ppm peut causer réduction importante de la stabilité de la graisse ou de l'huile.
- ✓ **Enzymes** : Catalyseurs organiques (lipases et lipoxygénases) naturellement présent dans tous les tissus animaux et végétaux. Sur-activation par certaines conditions de chaleur et d'humidité, ils catalysent fortement la décomposition hydrolytique et oxydative des graisses et des huiles.
- ✓ **Teneur en AG libres :** les AG libres sont plus sensibles à l'oxydation que ceux estérifiés.

II.3.2. Autres facteurs

Les autres facteurs promouvant l'oxydation des lipides sont présentés dans le tableau III ci-dessous :

Tableau III : Autres facteurs pro et antioxydants des corps gras**.** (Genot et *al*, 2004).

Facteurs liés à la composition des produits et à l'étatinitial des matières premières.	**Pro-oxydant**	**Pro ou antioxydant**
Insaturation des lipides	✓	
Etat d'oxydation initial	✓	
Structure et organisation des lipides		✓
Pigments photo-sensibilisateurs (chlorophylle)	✓	
Enzymes anti-oxydantes		✓
Antioxydants endogènes (vitamine E, carnosine)		✓
Antioxydants ajoutés		✓
Facteurs technologiques		
Traitement mécaniques (broyage, …)	✓	
Traitement thermiques (cuisson,…)	✓	

II.4. Stratégies de limitation de l'oxydation

La connaissance des facteurs promouvant l'oxydation aide le scientifique à développer des stratégies pour empêcher et contrôler cette réaction. Le tableau IV explique les principaux facteurs promouvant l'oxydation et comment peut-on la contrôler. (Prior, 2003).

Tableau IV : Les facteurs les plus importants promouvant l'oxydation, et comment les contrôler.

Facteurs	Contrôle
Chaleur	Eviter l'exposition à températures élevées
Lumière	Eviter l'exposition à la lumière
Oxygène	limité l'oxygène
Pro-oxydants (traces métalliques)	Supprimer ou utiliser des agents complexant
Enzymes	Supprimer/inactiver des enzymes
Photo-sensibilisateur	Supprimer les agents photo-sensibilisateurs et/ou éviter l'exposition à la lumière
Déficit en antioxydants	Addition d'antioxydants

CHAPITRE III

Les matériaux d'emballage

Lorsqu'ils sont extraits de leur contexte de protection naturelle (cellules oléifères), tous les lipides subissent au cours de leur conservation et de leur utilisation, des altérations décrites précédemment. Certaines précautions doivent être respectées au niveau de l'emballage et du stockage des corps gras.Les récipients les plus courants sont les bouteilles en fer blanc, en plastique et en verre.(Karleskind A., 1992, et Kanavouras A., 2006).

III.1 Définition de l'emballage

Emballage, étymologiquement, vient du préfixe « en » et de « balle » lequel dérive lui-même de l'ancien allemand « balla » dont le sens était de serrer avec une idée de pelotonner ; emballer c'est donc mettre en balle, et par extension, un emballage est donc un assemblage de matériaux destinés à protéger un produit qui doit être transporté. (Multon et *al*, 1998).

III.2 les fonctions de l'emballage

Elles doivent satisfaire aux exigences de tous les acteurs de la chaîne de distribution du produit depuis l'usine jusqu'au consommateur.

III.2.1. Fonctions techniques de l'emballage

- ***Contenant***

La fonction première d'un emballage est qu'il doit être apte à contenir le produit pour lequel il a été choisi. Il est donc important de raisonner son choix en terme de couple produit-emballage. En effet, conditionner un produit suppose de bien connaître sa composition et ses caractéristiques physiques de façon à identifier les contraintes de sa conservation.

- ***Logistique***

La fonction logistique de l'emballage doit répondre aux contraintes du transport et du stockage et faciliter la manutention du produit. A ce titre, des efforts peuvent encore être faits pour optimiser cette fonction.

- ***Protection***

La principale fonction de l'emballage reste néanmoins celle de conservation et de protection du produit alimentaire associée à une obligation d'innocuité toxicologique et d'inertie chimique de ses matériaux constitutifs. La protection peut être d'ordre mécanique (contre les chocs et les contraintes que peut subir le couple emballage-produit). L'emballage

doit également assurer une protection contre les transferts d'énergie par rayonnement qui peuvent se produire du milieu extérieur vers le produit et déclencher ou accélérer des processus chimiques ou microbiologiques d'altération. Enfin l'emballage est également une barrière entre les micro-organismes du milieu extérieur et le produit. Il remplit ainsi un rôle essentiel qui est de maintenir la qualité hygiénique et microbienne des aliments.(Masson et Lechevalier, 2007)

III.2.2. Fonctions communication de l'emballage

- ***Marketing***

L'emballage, parce qu'il est indissociable du produit qu'il contient, contribue largement à la décision d'achat du consommateur. Il doit attirer l'attention, éveiller l'intérêt et susciter le désir d'achat.

- ***Information***

L'emballage représente le meilleur support pour les informations concernant le produit. On distingue les informations obligatoires (liste des ingrédients, quantité nette, date limite de conservation ou d'utilisation, du lot de fabrication, etc.), et les informations utiles qui sont à la discrétion du fabriquant de l'aliment (mode d'emploi, guide d'utilisation, rappels d'autres produits de la gamme, des signes de qualité, etc.).

- ***Communication***

L'emballage est à la fois sujet et moyen de communication. Ainsi, l'industriel communique parfois sur son produit et parvient à le personnaliser via l'emballage, mais l'emballage est également un excellent média de communication car il est vu et lu par des millions de consommateurs.

III.2.3. Fonction environnementale de l'emballage

En dehors des fonctions déjà citées, il faut dorénavant intégrer la compatibilité de l'emballage avec l'environnement. La démarche d'éco-conception, qui vise à diminuer l'impact environnemental des emballages, doit être prise en compte dès leur conception.

III.3. les matériaux d'emballage

Les matériaux qui ont été utilisés pour les emballages d'huile d'olive comprennent le verre, les métaux et plus récemment le plastique et cartons plastifiés.(Piscopo etPoiana, 2012).

III.3.1. Le verre

III.3.1.1. Définition

Le matériau verre est un solide minéral obtenu par fusion et qui se solidifie sans cristalliser. Il est l'un des plus anciens parmi les matériaux utilisés à la confection de récipients destinés à des denrées alimentaires.(Hugel et Pajean, 1998 etCheftel, 1977).

Figure 15 : Les différents types de bouteilles commerciales en verre pour huile d'olive. (Piscopo etPoiana, 2012).

III.3.1.2. Composition

Le verre est un matériau inorganique, composé de nombreux oxydes, mais le plus souvent élaboré à partir de 3 constituants de base:(Pajean, 2007).

- *L'oxyde de silicium (SiO2)* ou silice, élément majoritaire, et véritable formateur du réseau vitreux.
- *L'oxyde de sodium (Na2O)*, appelé fondant, provenant de la décomposition de carbonates synthétiques et qui va transformer la silice en silicate par attaque chimique.
- *L'oxyde de calcium (CaO)*, appelé stabilisant, issu de la décomposition de CaCO3.

III.3.1.3. Propriétés

a) Propriétés physico-chimiques

- **Neutralité et inertie chimique :** l'inertie du verre d'emballage silico-sodo-calcique, vis-à-vis des produits alimentaires, permet de l'utiliser pour toutes les denrées liquides, solides et pâteuses. Le verre possède une très grande stabilité chimique vis-à-vis tous les liquides et produits alimentaires.
- **Inertie bactériologique** : d'une façon générale, le verre ne peut fixer ni favoriser le développement de bactéries ou micro-organismes à sa surface.
- **Inertie organoleptique** : l'imperméabilité du verre aux échanges avec le milieu extérieur s'applique aussi bien aux gaz qu'aux liquides, aux bactéries et aux odeurs. Cette qualité et son inertie chimique garantissent sans équivoque l'inertie organoleptique du verre.

b) Propriétés mécaniques

- **Résistance aux chocs thermiques** : les pots industriels supportent les chocs thermiques normaux nécessités par l'industrie.
- **Résistance aux chocs mécaniques** : sa résistance mécanique élevée lui permet de résister à de fortes pressions internes, aux chocs dus au passage sur les chaînes d'embouteillage à haute cadence.
- **Résistance à l'écrasement vertical** : les pots industriels ont une résistance à l'écrasement vertical permettant le capsulage et gerbage.

c) Propriétés optiques

- **La transmission dans le visible** : la transmission de la lumière dans le visible est une caractéristique fondamentale du verre. En simplifiant, on peut dire qu'un matériau est incolore quand il se laisse traverser par la lumière sans rien absorber.

- **La transmission dans l'ultra-violet** : les ultraviolets (UV) sont des radiations énergétiques dangereuses pour les molécules organiques et donc pouvant, à haute dose, les modifier et affecter les propriétés organoleptiques des liquides alimentaires. Il peut être coloré et apporter ainsi une protection contre les rayonnements UV, et cela on les absorbants. L'absorption des UV dans les verres est due à la présence des oxygènes O^{2-} .
- **La transmission dans l'infrarouge** : au-delà de 1000 nm les verres présentent une bande d'absorption importante liée à la présence de Fe^{2+} ; cette bande joue un rôle important car elle affecte les propriétés d'absorption et d'émission des rayonnements thermiques.(Apelover, 1991 ; Hugel et Pajean 1998).

III.3.2. Le plastique

Les récipients en plastique constituent un autre moyen d'emballage pour les huiles comestibles parce qu'ils offrent certains avantages en raison de leur prix relativement bas et de leur faible poids. (Tsimis et Karakasides, 2002).

III.3.2.1. Définition

Les matières plastiques sont des substances organiques partiellement ou totalement synthétiques(Piscopo etPoiana,2012), constituée essentiellement de macromolécules et susceptible d'être modelée ou moulée en général à chaud et sous pression.(Masson et Lechevalier, 2007).

III.3.2.2. Composition

On distingue 03 composants principaux des plastiques :

- **Les polymères** : il s'agit d'enchaînements d'un grand nombre de monomères tels que le polychlorure de vinyle (PVC) constitué de monomères de chlorure de vinyle (CH_2=CHCl) ou le polypropylène (PP) constitué de monomères de propylène.

- **Les charges** : ce sont des substances inertes d'origine minérale ou végétale, dont le rôle est de modifier les propriétés mécaniques, thermiques et électrique, d'améliorer l'état de surface et de réduire les prix de revient.

- **Les adjuvants** : ce sont en générale des composés organiques ou organométalliques, de poids moléculaire plus faible que les polymères, capables de modifier les propriétés physiques ou chimiques du polymère (plastifiants, stabilisants, lubrifiants, colorants). (Masson et Lechevalier, 2007)

III.3.2.3. Propriétés

Les propriétés requises des emballages plastiques dépendent évidemment de la nature de l'aliment, du procédé de conservation mis en œuvre, des réactions de détériorations qui se produire, et des conditions d'entreposage.

- **Résistance et protection mécanique** : pour assurer à l'aliment une protection mécanique suffisante, l'emballage doit posséder une certaine résistance mécanique, en particulier à l'étirement.
- **Etanchéité vis-à-vis de l'eau et de la vapeur d'eau** : les aliments secs ou déshydratés doivent être protégés contre l'adsorption d'eau, tandis que de nombreux aliments réfrigérés ou congelés doivent être protégés contre la dessiccation par évaporation ou sublimation.
- **Résistance à la chaleur** : la résistance à la chaleur est encore plus importante dans le cas des aliments que l'on stérilise.
- **Protection contre la lumière** : on sait que la lumière accélère l'oxydation des lipides, de la myoglobine, de plusieurs vitamines. La plus part des films pastiques sont cependant relativement transparents pour la lumière visible (mais moins pour les radiations UV). Cette transparence est particulièrement néfaste.
- **Stabilité et neutralité** : le polymère doit être totalement inerte vis-à-vis de l'aliment. Son aspect ne doit pas être modifié par le contact avec les divers constituants de ce dernier, les graisses en particulier. Il doit garder sa cohésion et ne pas céder à l'aliment plus que des quantités infimes de monomères et d'adjuvant de fabrication. Le contact de l'emballage avec des huiles alimentaires ou des solutions acides risque de favoriser la dissolution d'adjuvants.

- **Protection contre les micro-organismes** : aucun des matériaux usuels d'emballage n'est perméable aux micro-organismes ou même aux virus. (Cheftel et *al*, 1977).

Les différents types de matières plastiques utilisées dans l'industrie alimentaire sont représentés dans le tableau V ci-dessous :

Tableau V : Les matières plastiques utilisées dans l'industrie alimentaire (Reyne, 1971).

Matériaux		Propriétés		Application
		Positive	Négatives	
PE	PEbd	-Souplesse sans plastifiants. -Tenue aux chocs. -Imperméabilité a l'eau. -Translucidité.	-Perméabilité aux gaz O_2, CO_2 -Forte oxydation aux UV. -Sensibilité à la fissuration sous contraintes.	-Sachet pour produit alimentaire (fruits et légumes) -Sacs de grande contenance (farine, sucre). -Corps creux : bouteilles de lait pasteurisé.
	PEhd	Qualités précédents avec en plus: -Tenue à chaud (100°C) -Meilleure résistance à la fissuration sous contraintes.	Même inconvénients avec de plus : -Opacité ; bruit sous forme de film.	-Sachets pour viande ou poisson congelés. -Doubleur de papier de boucherie.
PP		-Semi-rigide à rigide. -Excellente résistance à la flexion. -Tenue à la température supérieure à 100°C. -Bonne inertie chimique (huiles, graisses,…) -Résistance mécanique. -Transparence et brillance. -Apte à la congélation (-40°C).	Les mêmes que celles de PEhd -Inflammabilité. -Perméabilité aux gaz sous faible épaisseur. -Oxydation sous UV. -Faible résistance à froid. -Faible densité (0.90).	-Sacs de très grande contenance, pour pomme de terre, farine, sel. -Films pour produits alimentaires (biscuits, biscottes, chips, purée).
PVC		-Transparence. -Inertie chimique. -Stabilité dimensionnelle -Faible perméabilité aux gaz (huiles et graisses).	-Densité élevé (1.4). -Tenue thermique réduite. -Fragilité à basse température (10°C).	-Corps creux : bouteilles alimentaires pour eau minérale, huiles, vinaigre. -Feuilles thermoformées : empreinte pour beurre, biscuits.

PVdc	-Imperméabilité à la vapeur d'eau, aux gaz, aux arômes. -Inertie chimique (acides, bases, huiles et graisses). -Translucidité.	-Dégradation à la chaleur et aux UV.	-Complexe papier PVdc pour produit sensible à l'humidité (biscuits). -Complexe pour viande, fromage.
PS	-Rigidité. -Stabilité et précision de forme et de dimensions. -Transparence « cristal ». -Tenue aux climats tropicaux et à froids.	-Fragilité aux chocs. -Sensibilité élevé aux solvants, huiles. -Peu étanche à la vapeur d'eau.	-Pots pour produits laitiers.
PET	-Tenue mécanique. -Stabilité dimensionnelle. -Excellente transparence. -Imperméabilité aux gaz assez bonne. -Tenue aux températures (-60°C et +100°C jusqu'a 200°C). -Tenue pressions interne. -Tenue aux solvants.	-Sensibilité à l'hydrolyse et aux UV. -Ramollissement dans les hydrocarbures.	-Films pour complexe; en particulier emballage sous vide de produits odorants (café, amandes….). -Bouteilles de boissons, de jus de fruits et des huiles.

Le polyéthylènetéréphtalate (PET) est devenu le matériel de choix pour le conditionnement des huiles de tables car il offre une meilleure protection contre l'oxygène et une résistance élevé aux chocs. La minimisation de la photo-oxydation altérative dans les emballages transparents peut être assurée par l'utilisation des stabilisants UV ou des composants incolores qui absorbent les rayonnements UV. (Amrouche, 2012).

CHAPITRE IV

Matériels et méthodes

Notre étude a pour but de suivre l'évolution de certains paramètres physicochimiques de l'huile d'olive conditionnée dans quatre types d'emballage (verre marron, verre vert, verre transparent, plastique), pendant une durée s'étalant de 15 à 17 mois.

Ce travail est une suite d'une étude qui a été réalisé après 3 mois et 6 mois de stockage dans les mêmes conditions.

Cette étude a été réalisée au niveau du laboratoire commun I et II de la faculté des Sciences Biologiques et Sciences Agronomiques de l'UMMTO.

IV.1 Echantillonnage

25 kg d'olives, de la variété Chemlal,ont été récoltées manuellement le 19/12/2016 dans verger situé dans la région d'Ifigha (Azazga) dans la wilaya de Tizi-Ouzou.

IV.2 Extraction de l'huile d'olive

Les olives récoltées sont aussitôt transportées dans des caisses à claire-voie (cageots) vers la ferme expérimentale ITAF de Takariet (Sidi Aich) pour l'extraction de l'huile au moyen d'un oléodoseur. Les conditions d'extraction sont rapportées dans le tableau N°VI :

Tableau VI : les conditions d'extraction d'huile d'olive.

Types de décanteur	A trio phases : grignons, margine et l'huile
Broyage	Broyeur à marteau
Malaxage	Récipients en acier pendant 30 minutes
Système d'extraction	Centrifugeuse verticale pendant 1min à 2 min : séparation de deux phases : Phase 1 : grignon Phases 2 : mélange huile/ margine
Décantation naturelle	Le mélange huile/ margine est laissé décanter dans des éprouvettes graduées. Après quelques minutes, les deux phases huile/ margine se séparent par différence de densité. L'huile surnageant est récupérée, puis conditionnée dans quatre types d'emballage : le verre vert, verre marron, verre transparent et plastique.

L'huile extraite a été conditionnée dans des bouteilles en verre marron, verre vert, verre transparent et en plastique, de 250 ml de contenanceet entreposée pendant une année au laboratoire, à la température ambiante et à la lumière du jour.

Ces huiles ont fait, par la suite, objet d'analyses physico-chimiques, à raison de trois mois d'intervalle entre une analyse et une autre (Mois de mars, mois de juin), afin de mettre en évidence l'influence du type d'emballage sur la qualité de l'huile d'olive vierge de la variété *Chemlal*.

IV.3 Méthode d'analyse

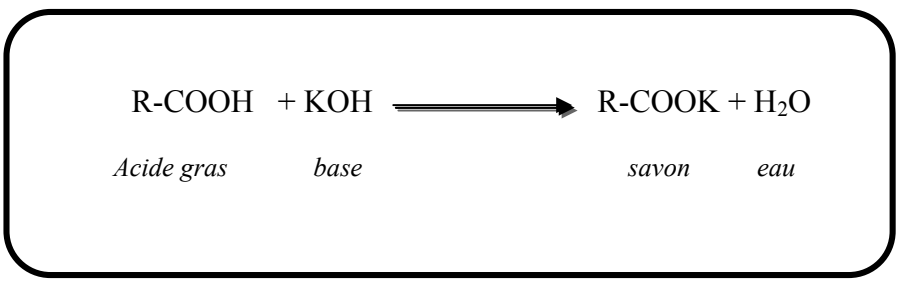
IV.3.1 Acidité libre :

- **Définition**

Acidité : l'acidité est la teneur de l'huile d'olive en acides gras libres résultant de l'hydrolyse des triglycérides, et exprimée conventionnellement en équivalent acide oléique (g/100g d'huile)(Benrachou, 2013).

Principe :

Le principe de la détermination de l'acidité de l'huile d'olive est celui d'un dosage acido-basique, c'est une réaction de neutralisation dont le schéma réactionnel est le suivant :



- **Mode opératoire**

L'acidité libre de chaque huile a été déterminée selon la norme officielle de L'organisation International De Normalisation (ISO 660, 1996) :

- 1g d'huile d'olive dissoute dans 50 ml d'éthanol.
- Le mélange a été titré par une solution d'hydroxyde de potassium (KOH) à 0.1 N en présence de phénolphtaléine à 1% jusqu'au virage de l'indicateur coloré (coloration rose persistant au moins 10 secondes)

❖ **Expression des résultats**

$$\text{Acidité}(\%) = \frac{N.V.M}{10.m} \times 100$$

Où :

N : normalité de KOH.

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

M : poids moléculaire de l'acide oléique (282.5g/mol).

M : masse en g de la prise d'essai.

IV.3.2 Indice de peroxyde

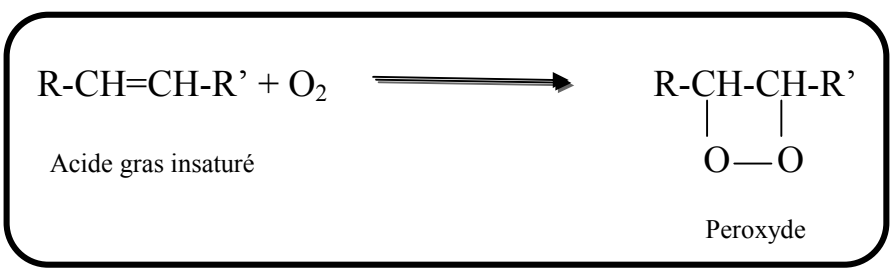
❖ **Définition**

L'indice de peroxyde d'un corps gras est le nombre en milli équivalents d'oxygène actif contenu dans 1kg de produit. L'oxygène actif est l'oxygène existant sous forme de peroxyde, d'hydro peroxyde ou d'époxyde dans une matière grasse(Bouhadjra, 2011). Ce paramètre nous renseigne sur le degré d'oxydation des huiles (Benrachou, 2013).

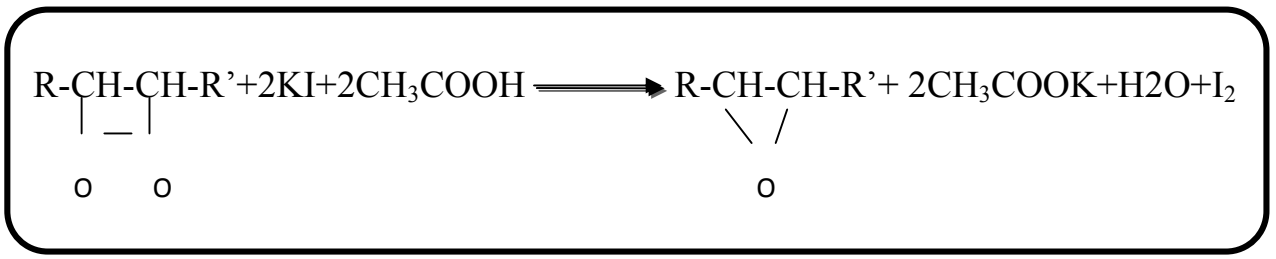
❖ **Principe**

C'est une méthode volumétrique où les peroxydes présentent dans la matière grasse peuvent oxyder iodure de potassium en présence d'acide acétique et chloroforme avec libération d'iode et titration de celui-ci par le thiosulfate de sodium.

En présence de l'oxygène de l'air, les acides gras insaturés s'oxydent en donnant des peroxydes selon la réaction suivante :



Sur une molécule de peroxyde, une molécule d'oxygène est fixée. Sur les deux atomes d'oxygène fixés, un seul est actif et capable d'oxyder iodures selon la réaction suivante :



❖ **Modeopératoire**

L'indice de peroxyde de chaque huile a étédéterminée selon Organisation Internationale De Normalisation (ISO 3960, 2007) :

- 1g d'huile d'olive est dissoute dans 12.2 ml du mélange d'acide acétique/chloroforme.
- 15ml d'une solution d'iodure de potassium KI saturée (0.5g dans 1ml d'eau distillé) sont additionnées au mélange.
- On place dans l'obscurité 5 min.
- On rajoute 60ml d'eau distillé et 1ml d'une solution d'empois d'amidon 1% (une couleur violette apparait).
- Le mélange obtenu a été titré par une solution de thiosulfate de sodium a 0.01N (2.48g dans 1L d'eau distillé).
- On poursuit notre titrage jusqu'au changement de couleur (passage de la couleur violette a une couleur transparente).
- On effectue un essai à blanc dans les mêmes conditions opératoires.

❖ **Expression des résultats**

$$\textbf{Indice de peroxyde en méqu } O_2\textbf{/Kg} = \frac{(V - V0) \times 1000 \times N}{P}$$

V_0 (ml) : volume de solution de thiosulfate de sodium utilisé pour l'éssai à blanc.

V (ml) : volume de solution de thiosulfate de sodium utilisé pour la prise d'essai.

N : normalité de thiosulfate de sodium.

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

IV3.3 Détermination du coefficient d'extinction spécifique dans l'ultra-violet

- **Définition**

L'oxydation des corps gras, en particulier ceux contenant l'acide linoléique, conduit à la formation d' hydroperoxydes linoléique, diène conjuré qui absorbent la lumière ultraviolette au voisinage de 232 nm. Si l'oxydation se poursuit, il se forme « des produits secondaires » en particulier des dicétones et des cétones insaturés qui absorbent vers 270nm. L'extinction à 232nm et à 270nm d'un corps gras brut peut donc être considérée comme une image de son état d'oxydation.Plus l'extinction à 232nm est forte, plus l'huile d'olive est riche en produit secondaire d'oxydation. (CCE, 1991).

- **Principe**

Le principe consiste à dissoudre la matière grasse dans le solvant requis, puis on détermine l'extinction de la solution à la longueur d'onde prescrite, par rapport au solvant pur.

Les extinctions spécifiques sont déterminées à partir des lectures spectrophotométriques (Bouhadjra, 2011).

- **Mode opératoire**

L'extinction spécifique dans l'ultra-violetde chaque huile a étédéterminée selon la norme du Conseil Oléicole International (2011) :

- 0.1000g de l'échantillon est dissout dans 10ml du cyclohexane. Après homogénéisation, on mesure les extinctions K_{232} et K_{270}.
- L'absorbance se fait à 232nm et 270nm avec à un spectrophotomètre UV
- La lecture se fait dans une cuve en verre.

- **Expression des résultats :**

$$K = A_K / C \times S$$

Où :

A_K : absorbance à la langueur d'onde K.

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

S : le chemin optique (1cm).

IV.3.4 Dosage des pigments

❖ **Définition**

L'analyse des pigments colorants n'est pas exigée par les normes de commercialisation de l'huile d'olive, cependant la couleur est un attribut de base pour déterminer les caractéristiques de l'huile d'olive elle est par contre associée par la plupart des consommateurs à la notion de qualité. Deux sortes de pigments dans l'huile d'olive : les chlorophylles et les caroténoïdes (Benrachou, 2013).

❖ **Principe**

Le principe de cette méthode consiste en la mesure de l'absorbance, à 670 nm pour les chlorophylles et à 470 nm pour les caroténoïdes, d'un échantillon d'huile dissous dans le cyclohexane.

❖ **Mode opératoire**

Les carotènes et les chlorophylles ont été déterminés suivant la méthode décrite par Allalout et*al.,* (2009) :

- 7.5 g d'huile ont été dissous dans 25 ml cyclohexane.
- Mesure de l'absorbance à 670 nm pour chlorophylles et à 470 nm pour les caroténoïdes.

❖ **Expression des résultats**

Chlorophylle en (mg/kg) = $(A_{670} \times 10^6) \times (613 \times 100 \times d)$.

Caroténoïde en (mg/kg) = $(A_{470} \times 10^6) \times (2000 \times 100 \times d)$.

Où :

A_λ : absorbance à la langueur d'onde λ

d : épaisseur de la cuve (1cm)

613 : coefficient d'extinction spécifique appliquée pour la phéophytine, une composante majeure des pigments chlorophylliens.

2000 : coefficient d'extinction spécifique appliquée pour lutéine, un élément majeur des caroténoïdes.

IV.3.5 Dosage des composés phénolique totaux

❖ **Définition**

Il consiste à l'extraction des composés phénoliques par une solution aqueuse de méthanol à 60% afin de déterminer leur concentration dans l'huile d'olive.

L'analyse des composés phénoliques dans l'huile d'olive présente un grand intérêt étant donné, d'une part, leur rôle d'antioxydant nature et, d'autre part, leur contribution à la flaveur de l'huile.

❖ **Principe**

La concentration en composés phénoliques est déterminée en utilisant le réactif Folin-ciocateu. Ce dernier est réduit par les composés phénoliques pour donner une coloration bleue, présentent un maximum d'absorption dont l'intensité est proportionnelle à la quantité de phénols présents dans l'échantillon.

❖ **Mode opératoire**

L'estimation de la teneur en composés phénoliques a été réalisée selon la méthode au Folin-Ciocalteu utilisée par Gutfinger (1981).

- **Courbe d'étalonnage pour les phénols totaux**

➢ Préparer une solution mère d'acide gallique à une concentration de 400 ppm (0.04g d'acide gallique dans 100g de la solution méthanol/eau 60/40).
➢ Préparer à partir de la solution mère, des solutions diluées de 5 ml aux concentrations suivantes ; 25 ppm, 50 ppm, 100 ppm, 200 ppm, 300 ppm, 400 ppm.
➢ Ajouter à chaque solution 0,5 ml de réactif de Folin-Ciocalteu.
➢ Ajouter 5 ml d'eau distillée et 1 ml de la solution de bicarbonate de sodium à 35%.
➢ Laisser à l'obscurité pendant deux heures, ensuite mesurer l'absorbance à 725 nm.
➢ Réaliser en parallèle un essai à blanc.

- **Extraction des composés phénoliques**

- Peser 2.5 g d'huile d'olive, ajouter 5 ml d'hexane et 5 ml de solution méthanol/eau (60/40).
- Agiter vigoureusement pendant 2 min et laisser reposer jusqu'à séparation des deux phases (environ 5 min).

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

- Récupérer 5 ml de la phase aqueuse, dans laquelle se trouvent les composés phénoliques, à l'aide d'une pipette.
- Ajouter 0.5 ml de réactif de Folin-Ciocalteu, 5 ml d'eau distillée et 1 ml de la solution de bicarbonate de sodium.
- Laisser reposer pendant deux heures à l'abri de la lumière.
- Mesure l'absorbance à 725 nm.

❖ **Expression des résultats**

La concentration en phénols est calculée grâce à une courbe d'étalonnage réalisée avec de l'acide gallique comme molécule de référence (annexe 1). Les résultats sont exprimés en mg d'acide gallique par kg d'huile d'olive.

IV.3.6.Composition en acides gras

La détermination des concentrations en pourcentage des différents acides gras constitutif de l'huile d'olive qui sera analysés par la chromatographie en phase gazeuse (CPG) sous forme des d'esters méthyliques préparés.

❖ **Principe**

Le corps gras est estérifié en présence de méthanol. Les esters méthyliques des acides gras sont séparés sur une colonne polaire et sont élevés en fonction de leur poids moléculaire, la surface correspondante à chacun d'eux est calculée et rapportée à la surface totale des différents acides gras pour obtenir un pourcentage.

❖ **Mode opératoire**

- **Préparation des esters méthyliques d'acide gras**

- Peser 0.2 g d'huile dans un tube à essai.
- Ajouter 3 ml d'hexane et agiter.

- Ajouter 0.4 ml de solution de potasse méthanoïque 2N et agiter.

❖ **Expression des résultats**

Les résultats de différentes concentrations des acides gras sont exprimés en pourcentage.

IV.3.7 Indice d'iode

❖ **Définition**

Indice d'iode est le nombre de grammes d'iode fixé par 100 g de corps gras. Il mesure la richesse des huiles en acides gras insaturés.

❖ **Expression des résultats**

Indice d'iode (g/100g) (I_2) = (% palmétoléique*1.001) + (% oléique*0.899) + (% linoléique*1.814) + (% linolénique* 2.737).

IV.4 Analyse statistique

Mise a part l'analyse su profil d'acides gras par CPG et indice d'iode, chaque analyse a été réalisée en deux répétitions et les résultats représentent la moyenne plus au moins l'écart type des deux mesures. Une étude statistique a été réalisée en appliquant une analyse de la variance (ANOVA). Le teste de Newman-Keuls est utilisé pour la comparaison intergroupe. Le logiciel utilisé est le stat-box.

CHAPITRE V

Résultats et discussion

V.1. Acidité

L'aciditéconstitue une caractéristique fondamentale de la qualité de l'huile d'olive. Plus sa valeur est élevée, plus la qualité de produit est mauvaise (Veillet, 2010). Les résultats obtenus dans cette étudesont représentés par la figure 16.

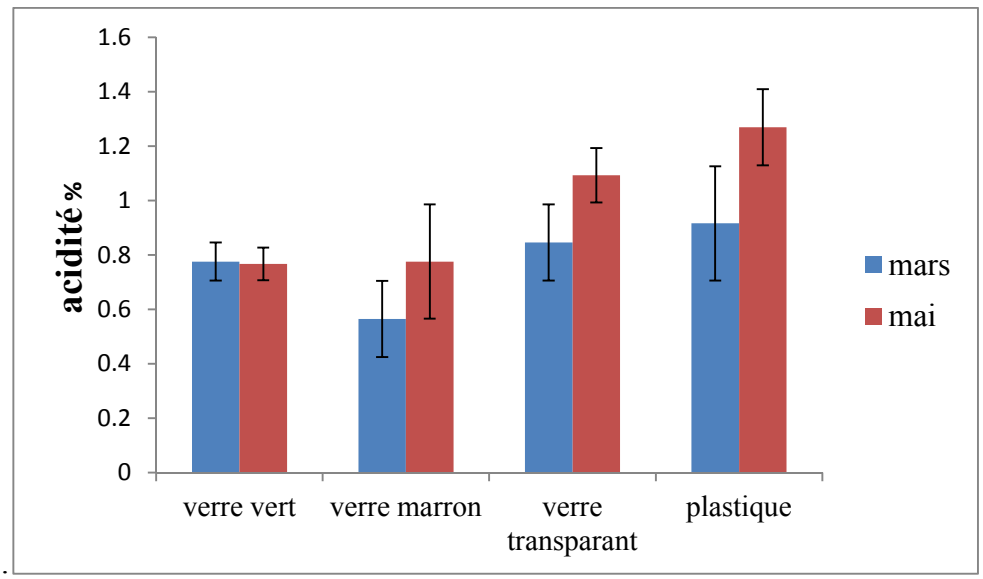


Figure 16 : Evolution du taux d'acidité (%) de l'huile d'olive vierge conditionnée dans quatre types d'emballage

Le contenu en acide gras libre d'une huile est un indicateur de l'activité de la lipase, de la fraicheur du fruit et de la stabilité de l'huile pendant le stockage. Cette acidité joue aussi un rôle important dans la caractérisation sensorielle de l'huile. (Benrachou, 2013).

D'après les résultats obtenus, on constate que l'acidité libre d'huile stockée dans les quatre types d'emballages augmente en fonction de la durée de conservation (15 à 17 mois), ce qui est en accord avec l'observation de Rababah et *al*, (2011) qui ont étudier l'effet de l'emballage sur les propriétés physicochimiques et sensorielles de l'huile d'olive. L'augmentation de l'acidité pourrait être expliquée par le développement de la rancidité suite à l'hydrolyse des glycérides.

La bouteille en plastique semble être le récipient par lequel les processus hydrolytiques des glycérides étaient plus intenses (0.9% à 1.26%), ce qui pourrait être liée à la perméabilité de plastique à l'oxygène et la lumière. Tandis que les bouteilles en verre opaque (marron et vert), présentent la plus faible augmentation en acidité (0.5% à 0.7%) et cela est dû

à la non perméabilité aux gaz et la lumières.Le récipient en verre transparent avait les valeurs intermédiaires d'acidité (0.8% à 1.09%).

Nos résultats sont soumis à une analyse de la variance à deux facteurs à savoir la durée de stockage et le type d'emballage. Il ressort de ce traitement que le facteur «durée de stockage » a un effet hautement significatif (P=0.00342) sur l'acidité de l'huile d'olive. Cela est vérifié par le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% regroupant les échantillons d'huile d'olive dans deux groupes homogènes (A et B). Le type d'emballage agit de façon hautement significative (P=0.00057) sur l'acidité d'huile de notre étude. Cela est vérifié par le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% regroupant les échantillons d'huile d'olive dans deux groupes homogènes (A et B). L'interaction entre les deux facteurs étudiés ne montre aucun effet significatif (P=0.24) sur l'acidité d'huile étudiée.

V.2.Indice de peroxyde

Permet d'évaluer le niveau d'oxydation primaire produite au cours du stockage et / ou de l'élaboration de l'huile. Les résultats obtenus sont représentés par la figure 17.

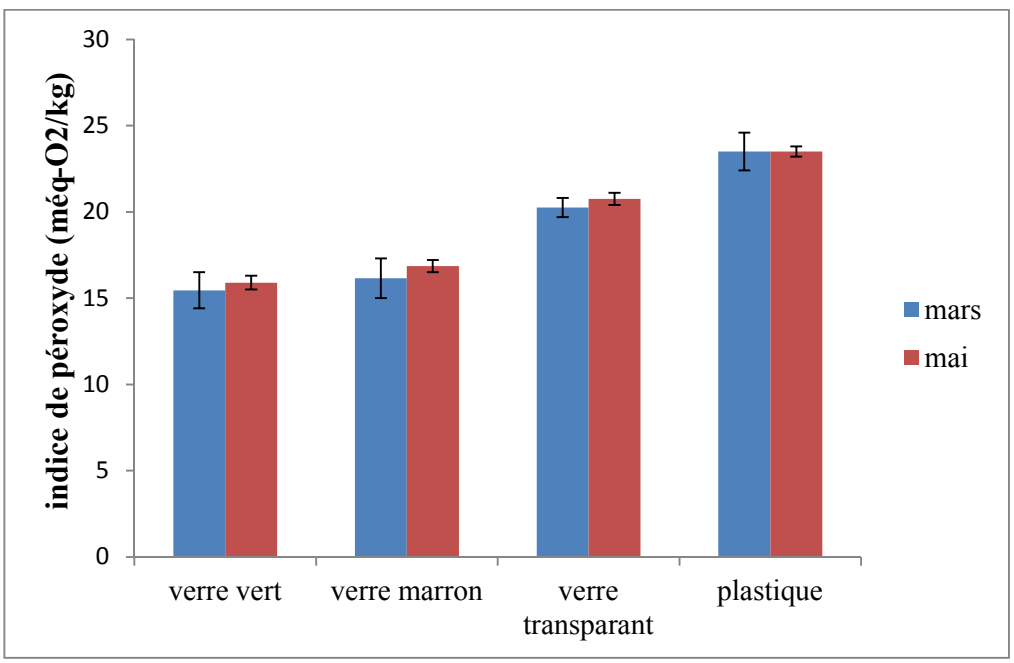


Figure 17 : Evolution de l'indice de peroxyde (meq d'O/kg d'huile d'olive) de l'huile d'olive en fonction de la durée du stockage et le type d'emballage utilisé

L'indice de peroxyde estime l'état d'oxydation de l'huile, c'est un mécanisme lent mais inéluctable. En effet, les corps gras peuvent s'oxyder en présence d'oxygène et de

certains facteurs favorisant (température élevée, eau, enzyme, trace de métaux Cu, Fe…). Cette auto-oxydation ou rancissement aldéhydique conduit dans un premier temps à la formation de peroxydes (ou hydroperoxydes) qui se décomposent ultérieurement en dérivés carbonyles aldéhydes et hydrocénones (responsables de l'odeur de rance) et en divers produits oxygénés (alcools, acides …) (Tanouti et *al*, 2011).

Les résultats illustrés par la figure 17 montrent que les valeurs obtenues augmente en fonction du temps d'entreposage de l'huile et ceci quel que soit la nature de l'emballage.

On observe que les valeurs de l'indice de peroxyde dans le cas d'huile stockée dans l'emballage en plastiqué est estimé de 23 meq O_2/Kg et semble plus élevé en la comparant aux autres emballages ; en raison de la perméabilité de certaines bouteilles plastique à l'oxygène et à la lumière et cela permet d'initier le mécanisme d'oxydation et la formation des hydroperoxydes.Notons que les valeurs de l'indice de peroxyde des échantillons d'huiles stockées dans le verre vert, marron sontproches et nettement inférieure à l'huile stockée dans l'emballage en plastique et en verre transparent, ce qui pourrait être expliqué par la bonne propriété de barrière à l'oxygène et la lumière (Rababh et *al*, 2011).

Certains processus de dégradation des lipides sont évidemment dû aux différents procédés appliqués aux olives du champ jusqu'à l'huilerie. En effet, durant les étapes qui précédent l'extraction de l'huile (cueillette, stockage des olives, extraction), deux types d'altération peuvent se produire : l'acidification et rancissement ; ce qui pourrait être à l'origine de l'augmentation des indices d'acides et peroxydes (Benrachou, 2013).

Nos résultats sont soumis à une analyse de la variance à deux facteurs à savoir la durée de stockage et le type d'emballage. Il ressort de ce traitement que le facteur «durée de stockage » a un effet non significatif (P=0.19) sur l'indice de peroxyde de l'huile d'olive. Le type d'emballage agit de façon très hautement significative (P=0) sur l'indice de peroxyde d'huile de notre étude. Cela est vérifié par le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% regroupant les échantillons d'huile d'olive dans trois groupes homogènes (A, B et C). L'interaction entre les deux facteurs étudiés ne montre aucun effet significatif (P=0.87) sur l'indice de peroxyde d'huile étudiée.

V.3.Teneur en composés phénoliques

Les composés phénoliques jouent un rôle très important dans la caractérisation de la qualité des huiles. Ils sont de puissant antioxydants ralentissant le rancissement des huiles par leur forte réactivité (Brenes, 2002). Les teneurs en composés phénoliques des huiles analysées sont illustrés par la figure 18.

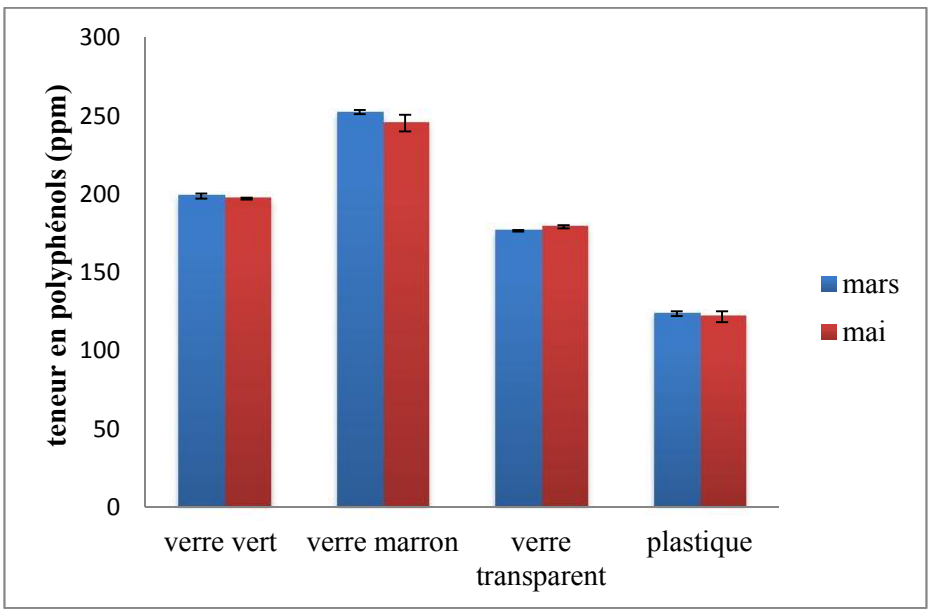


Figure 18 : Evolution de la teneur en composés phénoliques en ppm dans l'huile d'olive en fonction de la durée du stockage et type d'emballage utilisé.

SelonDABBOU et *al* (2011), les polyphénols agissent en piégeant les radicaux libres ; ils s'oxydent en premier pour préserver les acides gras insaturés contenus dans l'huile et confère à l'huile d'olive une haute stabilité oxydative.

Les résultats donnés illustrés sur la figure 18 montre une diminution de la concentration en substance phénolique avec la durée de stockage et cela pour tous les types d'emballage utilisé.

Par comparaison, on observe que les concentrations en composés phénoliques les plus faibles sont obtenues dans l'huile stockée dans le plastique (121.5 ppm) et verre transparent (179 ppm), en raison de l'hydrolyse et l'oxydation de ces composés. La réduction des antioxydants dans le conteneur en plastique pourrait être due à la migration des composés entre l'huile et l'emballage, (Rababah et *al*, 2011) ce qui implique une perte de stabilité et

détérioration des propriétés sensorielles, et par conséquent, de la qualité de l'huile d'olive (Mendez et *al*, 2005). Contrairement aux emballages en verre marron et verre vert, la diminution de substances phénoliques était moins prononcée, qui présentent des valeurs de 245.33 ppm et 197 ppm respectivement. Cela est expliqué par des niveaux réduits des radicaux libres résultants de l'oxydation qui diminueront le taux auquel les antioxydants sont utilisés et augmentent leur efficacités (RABABAH et *al*, 2011).

Nos résultats sont soumis à une analyse de la variance à deux facteurs à savoir la durée de stockage et le type d'emballage. Il ressort de ce traitement que le facteur «durée de stockage » n'a pas d'effet significatif (P=0.053) sur la teneur en polyphénols de l'huile d'olive. Le type d'emballage agit de façon très hautement significative (P=0) sur la teneur en polyphénols d'huile de notre étude. Cela est vérifié par le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% regroupant les échantillons d'huile d'olive dans quatre groupes homogènes (A, B, C et D). L'interaction entre les deux facteurs étudiés montre un effet non significatif (P=0.34) sur la teneur en composés phénoliques d'huile étudiée.

V.4. Analyse des pigments

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

Deux sortes de pigments sont présentes dans l'huile d'olive : les chlorophylles et les caroténoïdes.

- ✓ **Teneur en chlorophylles**

L'évolution de la teneur en chlorophylles renseigne sur les substances colorantes contenues dans l'huile, dépend du degré de maturé des olives et les conditions de stockages.

Les différentes teneurs en chlorophylles des échantillons analysés sont représentées dans la figure 19

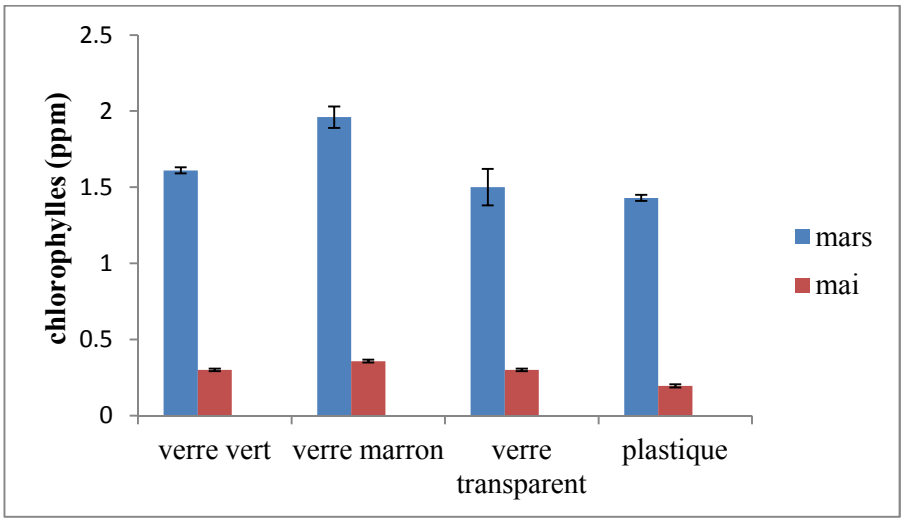


Figure 19 : les teneurs en chlorophylles en ppm des échantillons d'huile d'olive en fonction de la durée du stockage et type d'emballage utilisé.

Nos résultats révèlent que les teneurs en chlorophylles de l'huile diminuent en fonction de la durée de conservation quel que soit le type d'emballage utilisé. On observe que les teneurs en chlorophylle les plus élevées sont obtenues dans l'huile stockée dans l'emballage en verre marron, verre vert et verre transparent respectivement dont leur teneurs varient entre 0.301ppm et 1.96ppm. Alors que des faibles teneurs sont observées dans l'emballage en plastique, qui varie entre 0.195ppm et 1.43ppm.

Cette diminution est expliquée par l'activité catalytique de la chlorophylle en présence de la lumière dans la formation d'oxygène à l'état singulier et donc favorise les premières phases de l'photo-oxydation. (Zegane et al, 2015).

Nos résultats de la teneur en chlorophylles obtenus en utilisant l'emballage en plastique, en verre marron, verre vert et en verre transparent sont en accord avec ceux deDabbou et al, (2011)qui ont étudié l'impact de l'emballage et le temps du stockage sur la qualité de l'huile d'olive.

De même **(**Rahmani, 1989 ; Méndez et Falqué, 2007) ont montré que le contenu en pigments chlorophylliens diminue de plus de 30% et se dégradent au cours de stockage.

Il est à noter que la teneur en chlorophylle des huiles d'olive peut varier en fonction du degré de maturité des fruits, elle se dégrade au cours la maturité des olives au dépend des phéophytines responsables de la coloration vert de l'huile (Ait yacine et *al*, 2001).

Nos résultats sont soumis à une analyse de la variance à deux facteurs à savoir la durée de stockage et le type d'emballage. Il ressort de ce traitement que le facteur «durée de

stockage » a un effet très hautement significatif (P=0) sur la teneur en chlorophylles de l'huile d'olive. Cela est vérifié par le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% regroupant les échantillons d'huile d'olive dans deux groupes homogènes (A et B). Le type d'emballage agit de façon très hautement significative (P=0) sur la teneur en chlorophylles d'huile de notre étude. Cela est vérifié par le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% regroupant les échantillons d'huile d'olive dans trois groupes homogènes (A, B et C). L'interaction entre les deux facteurs étudiés montre aussi un effet très hautement significatif (P=0.00003) sur la teneur en chlorophylles d'huile étudiée.

✓ **Teneur en caroténoïdes**

Les caroténoïdes sont des composés mineurs qui confèrent à l'huile d'olive des qualités organoleptiques et nutritionnelles. De plus ces composés ont des effets notables sur la stabilité de ce produit au cours de son stockage (Ben tekaya et Hassouna, 2007).

Les différentes teneurs en caroténoïdes des échantillons analysés sontillustrées dans la figure 20.

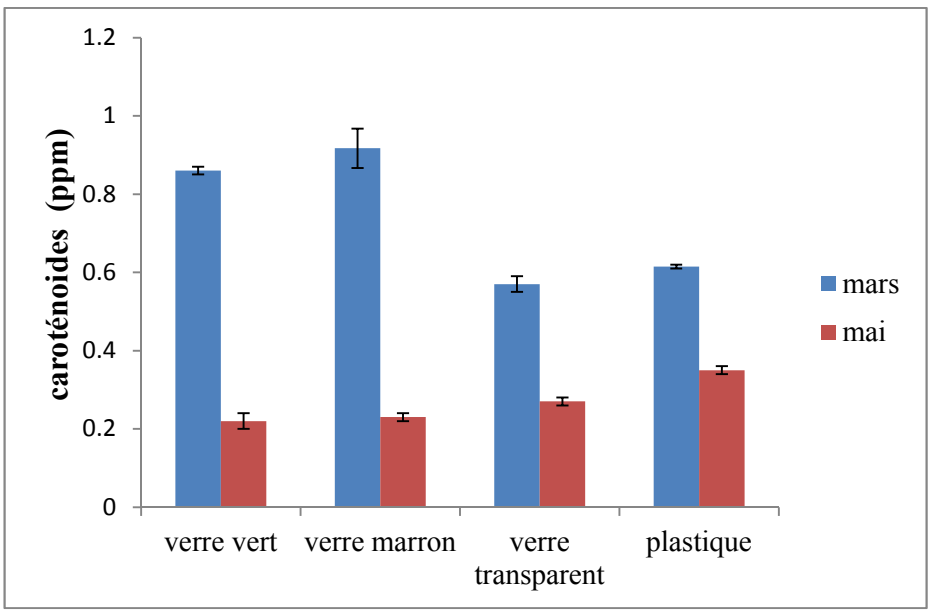


Figure 20 : Les teneurs en caroténoïdes en ppm des échantillons d'huile d'olive en fonction de la durée du stockage et type d'emballage utilisé.

Les carotènes sont des substances chimiques naturelles impliquées dans les mécanismes d'oxydation de l'huile, leur présence en quantité suffisante dans l'huile permet de

retarder le phénomène de la photo-oxydation en désactivant l'oxygène singulier produit par les chlorophylles. De ce fait c'est un inhibiteur de ce phénomène et permet de préserver les paramètres de qualité de l'huile au cours du stockage(Lazzez et *al*, 2006 ; Rahmani, 1989).

Nos résultats révèlent que les teneurs en caroténoïdes de l'huile analysée diminuent en fonction de la durée de conservation quel que soit le type d'emballage choisi.On observe que les teneurs en caroténoïdes les plus élevées sont obtenues dans l'huile stockée dans l'emballage en verre marron, le verre vert et le verre transparent respectivement, dont leurs valeurs se situent entre 0,91ppm et 0,22ppm. Alors que des faibles teneurs sont notées pour l'huile conditionnée dans le type plastique, et qui oscille entre 0,61ppm et 0,35ppm.

Les résultats obtenus sont en accord avec les observations deDabbou et *al* (2011) qui ont étudié l'impact de l'emballage et le temps de stockage sur la qualité de l'huile d'olive.

Nos résultats sont soumis à une analyse de la variance à deux facteurs à savoir la durée de stockage et le type d'emballage. Il ressort de ce traitement que le facteur «durée de stockage » a un effet très hautement significatif (P=0) sur la teneur en caroténoïdes de l'huile d'olive. Cela est vérifié par le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% regroupant les échantillons d'huile d'olive dans deux groupes homogènes (A et B). Le type d'emballage agit de façon très hautement significative (P=0) sur la teneur en caroténoïdes d'huile de notre étude. Cela est vérifié par le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% regroupant les échantillons d'huile d'olive dans quatre groupes homogènes (A, B, C et D). L'interaction entre les deux facteurs étudiés montre aussi un effet très hautement significatif (P=0) sur la teneur en caroténoïdes d'huile étudiée.

V.5.Coefficient d'extinction spécifique K232 et K270

Déterminés par spectrophotométrie UV qui permet d'évaluer l'état d'oxydation de l'huile d'olive.Les valeurs des coefficients d'extinction spécifique K232 et K270 sont représenté dans la figure 21.

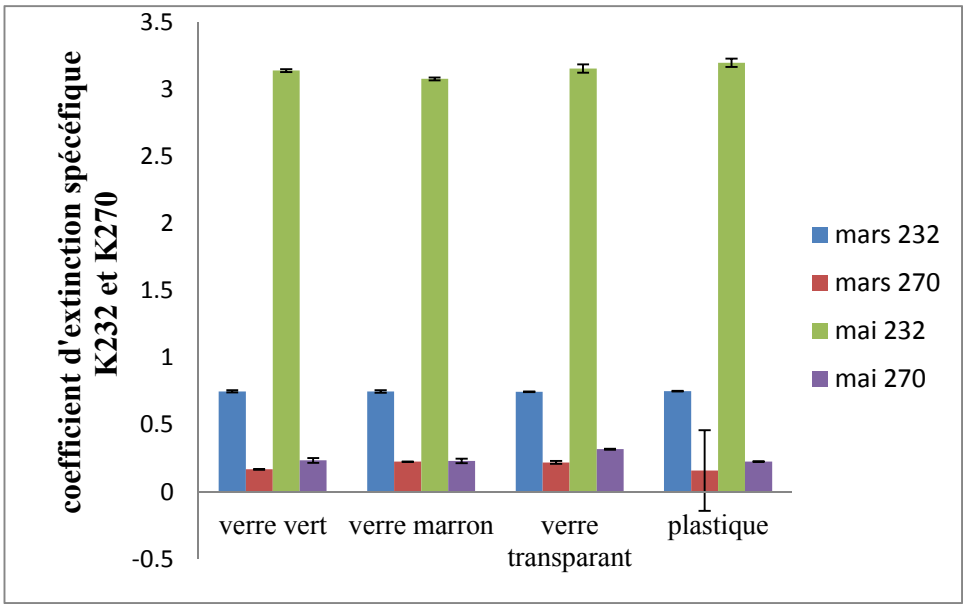


Figure 21 : évolution des extinctions spécifiques à 232 nm et à 270 nm de l'huile d'olive en fonction de la durée du stockage et type d'emballage utilisé.

Absorbance dans l'UV (232 et 270 nm) apparaît comme l'un des moyens les plus sûrs pour caractériser l'état d'oxydation de l'huile d'olives (Kiritsakis et *al*, 2002). Les hydroperoxydes résultant du premier stade d'oxydation peuvent être détectés par leur absorption dans l'UV aux environs de 232 nm. Puis ces peroxydes évoluent avec le temps et conduisent à la formation de produits divers tels des cétones insaturés et des dicétones qui absorbent dans l'UV vers 270 nm (Bouskou, 1996).

Les valeurs obtenues montrent que l'huile analysée présente une lente augmentation de l'absorbance à 270nm durant toute la durée de stockage et qui oscille de 0.15 à 0.23 quel que soit le types d'emballages. Ces valeurs indiquent que l'huile étudiées ne contient que très peu de produits secondaires d'auto-oxydation. (Benrachou, 2013)

Contrairement à l'absorbance à 232nm qui montre une augmentation de l'absorbance beaucoup plus rapide pendant la durée d'entreposage allant de 0.7 à 3.1, ce qui indique l'accumulation de produits d'oxydation primaire (Dabbou, 2011)suite à l'auto-oxydation

causée principalement par la transmission d'oxygène à travers les matériaux d'emballage (Pristouri, 2010).

Pour l'extinction dans UV 232nm, il ressort de traitement par l'analyse de la variance que le facteur « durée de stockage » a un effet très hautement significatif (P=0) sur le coefficient d'extinction à 232nm de l'huile d'olive étudiée. Cela est vérifié par le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5%, regroupant les échantillons dans deux groupes homogènes (A et B). Le type d'emballage agit d'une façon hautement significative (P=0.007) sur le coefficient d'extinction à 232nm. Cela est vérifié par le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% regroupant les échantillons d'huile d'olive dans deux groupes homogènes (A et B). L'interaction entre les deux facteurs étudiés montre aussi un effet hautement significatif (P=0.0014) sur le coefficient d'extinction à 232nm d'huile étudiée.

Et pour extinction dans UV 270nm, il ressort de traitement par l'analyse de la variance que le facteur « durée de stockage » a un effet très hautement significatif (P=0) sur le coefficient d'extinction à 270nm de l'huile d'olive étudiée. Cela est vérifié par le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5%, regroupant les échantillons dans deux groupes homogènes (A et B). Le type d'emballage agit d'une façon très hautement significative (P=0) sur le coefficient d'extinction à 270nm. Cela est vérifié par le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% regroupant les échantillons d'huile d'olive dans trois groupes homogènes (A, B et C). L'interaction entre les deux facteurs étudiés montre aussi un effet hautement significatif (P=0.00085) sur le coefficient d'extinction à 270nm d'huile analysée.

V.6. La composition en acides gras

Les acides gras est un autre aspect essentiel de l'évaluation qualitative des huiles d'olive. C'est également l'un des moyens utilisés pour s'assurer de l'adultération de l'huile d'olive et de détecter s'il y a lieu, les fraudes des huiles commercialisées (Christopoulos M. et *al*. 2004).

Les résultats obtenus pour la composition en acide gras d'huile d'olive sont représentés dans le tableau VII suivant :

TableauVII : la composition en acides gras (%) de l'huile d'olive en fonction de la durée de stockage et le type d'emballage.

		Types d'emballage							
acide gras		verre vert		verre marron		verre transparant		plastique	
A G Saturé		P1 (mars)	P2 (juillle t)	P1 (mars)	P2 (juillle t)	P1 (mars)	P2 (juillet)	P1 (mars)	P2 (juillet)
C16:0	A palmitiq ue	16,68	16,93	16,61	16,18	17,45	17,39	16,38	16,55
C17:0	A margari que	0,27	0,05	0,07	0,05	0,32	0,05	0,1	0,05
C18:0	A stéariqu e	2,7	2,45	2,59	2,6	2,76	2,35	2,53	2,43
C20:0	A arachidi que	0,49	0,46	0,46	0,63	0,51	0,62	0,57	0,52
C22:0	A béheniq ue	0,18	0,0006	0,15	0,0007	0,15	0,0008	0,16	0,0007
SAGS		**20,32**	**19,890 6**	**19,88**	**19,460 7**	**21,19**	**20,410 8**	**19,74**	**19,550 7**
A G monoinsaturé									
C16:1 ω7	A palmitol éique	2	2,03	2,03	2,04	2,14	2,15	1,93	2
C18:1 ω9	A oléique	62,05	62,64	62,1	62,99	59,56	60,18	63,08	63,83
C20:1 ω9	A gondoiq ue	0,36	0,37	0,38	0,64	0,34	0,57	0,37	0,35
SAG MI		**64,41**	**65,04**	**64,51**	**65,67**	**62,04**	**62,9**	**65,38**	**66,18**
A G polyinsaturé									
C18:2 ω6	A linoléiq ue	14,7	14,49	15	14,26	16,08	16,06	14	13,68
C18:3 ω3	A linoléni que	0,53	0,53	0,56	0,64	0,51	0,66	0,56	0,54
SAGP		**15,23**	**15,02**	**15,56**	**14,9**	**16,59**	**16,72**	**14,56**	**14,22**

I									
SAGIS		**79,64**	**80,06**	**80,07**	**80,57**	**78,63**	**79,62**	**79,94**	**80,4**
AGPI/AGS		**0,74950787**	**0,75513056**	**0,78269618**	**0,76564563**	**0,78291647**	**0,81917416**	**0,73758865**	**0,72733969**
ω6/ω3		**27,7358491**	**27,3396226**	**26,7857143**	**22,28125**	**31,5294118**	**24,3333333**	**25**	**25,3333333**
ω3/ω6		**0,03605442**	**0,03657695**	**0,03733333**	**0,04488079**	**0,03171642**	**0,04109589**	**0,04**	**0,03947368**
AGIS/AGS		**3,91929134**	**4,02501684**	**4,027666**	**4,14013884**	**3,7107126**	**3,90087601**	**4,04964539**	**4,11238472**
AGS/AGIS		**0,25514817**	**0,24844617**	**0,24828275**	**0,24153779**	**0,26949002**	**0,25635268**	**0,2469352**	**0,24316791**

- ✓ **Acides gras saturés :**

Cette classe des acides gras est représentée par l'acide palmitique (C16 :0), l'acide margarique (C17 :0), l'acide stéarique (C18 :0) et l'acide arachidique (C20 :0).

D'après les résultats obtenus on constate que les teneurs en acides gras saturés pour l'huile conditionnée pendant 14 mois de stockage, sont légèrement diminuées quel que soit le type d'emballage choisis, ainsi que la durée de stockage.

L'acide palmitique (AG majoritaire des acides gras saturés) présente une légèredifférence pour l'huile stockée dans les quatre types d'emballage. Cette déférence a été aussi observée par Dabbou et *al* (2011) qui ont travaillé sur l'impact des matériaux d'emballage et la durée de stockage sur la qualité d'huile d'olive.Cela peut être expliqué par le fait que cet acide grasest dépourvu de doubles liaisons responsable de la réaction d'oxydation.

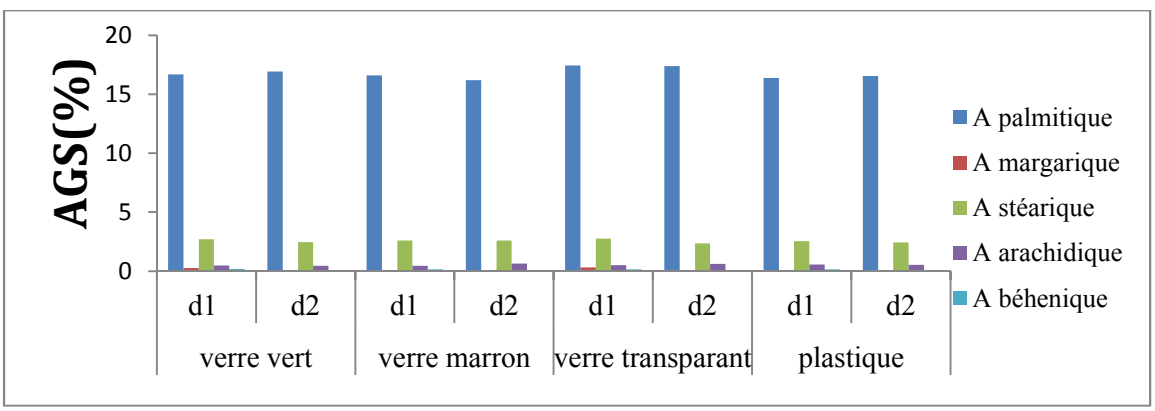


Figure 22 : représentations graphiques de la composition en acides gras saturés (%).

✓ **Acides gras mono-insaturés :**

Ce groupe d'acide gras est composé d'acide palmétoléique (C16 :1), acide gondoique (C20 :1) et l'acide oléique (C18 :1). Ce dernier est le composant principal de l'huile d'olive, le plus dominant. Le tableau VI montre une légère augmentation durant la durée de stockage (15 et 17 mois), dans les différents types d'emballage qui varie entre 59.56% et 63.83%.

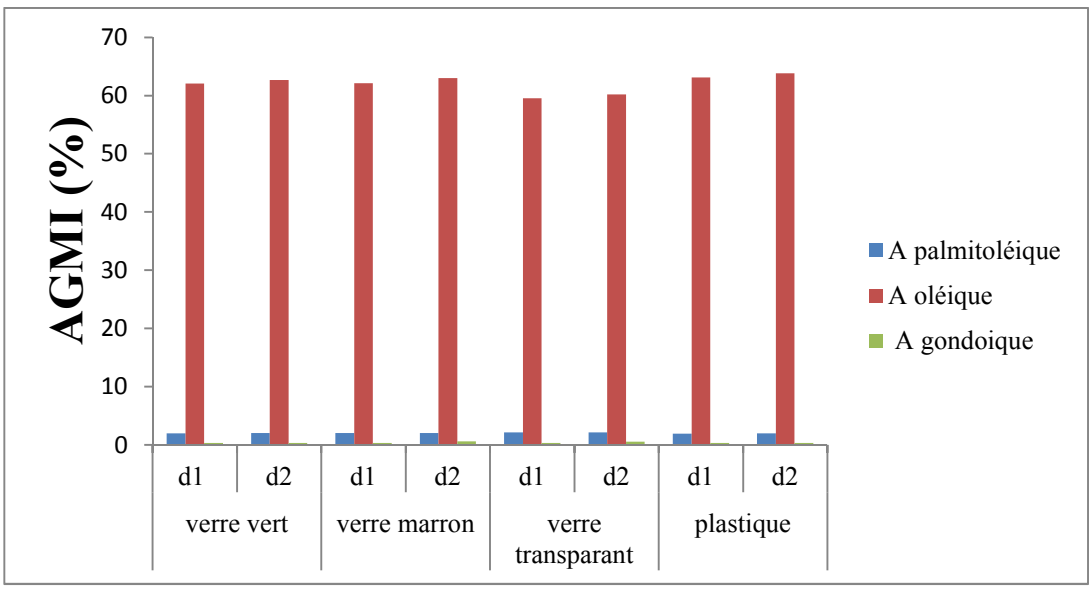


Figure 23 représentations graphiques de la composition en acides gras monoinsaturés (%).

✓ **Acides gras polyinsaturés**

Les acides gras qui représentent cette classe sont AG linoléique (C18 :2) qui est le plus dominant avec des variations entre 13.68% et 16.08%, et l'acide linoléique (C18 :3) qui se trouve à l'état de traces. A partir des donnés des acides gras polyinsaturés de l'huile étudiée mentionnées dans le tableau VI, on constate une diminution de pourcentage de ces acides grasdans tous les types d'emballage utilisés, et la durée de stockage. Cette baisse est due à l'oxydation de ces acides. Selon Cossut et *al* (2002), plus il y a doubles liaisons, plus la vitesse de dégradation des acides gras est plus importante.

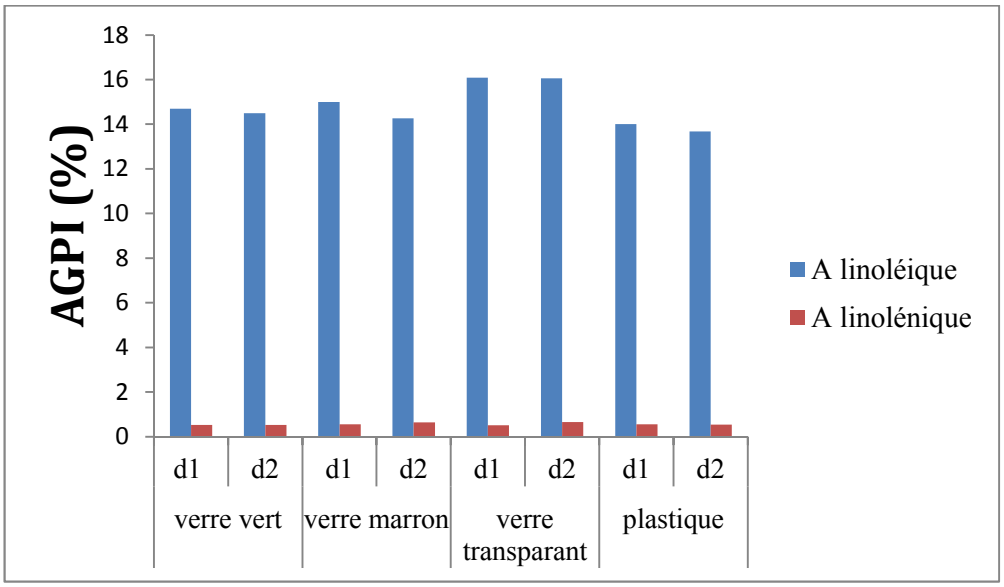


Figure 24 :représentations graphiques de la composition en acides gras polyinsaturés (%)

Les rapports entre les différents acides gras :

- Les valeurs de rapportAGPI / AGS sont comprise entre 0.7 et 0.8 et cela indique une forte teneur en AGS qui varie entre 19% et 21%, alors que les AGPI varient entre 14% et 16%.
- Le rapport ω6/ω3 est plus important que le rapport entre ω3/ω6 (22- 31 et 0.03- 0.04 respectivement), cette différence indique une forte proportion en AG linoléique (ω6).
- Le rapport AGS / AGIS est plus faible en comparaison avec le rapport AGIS / AGS (0.24-0.26 et 3.7- 4.1 respectivement). Cela implique une forte proportion en AGIS.

V.7. indice d'iode :

L'indice d'iode nous renseigne sur le degré d'insaturation des AG contenus dans une huile d'olive, il est en rapport direct avec le degré d'oxydation d'huile, plus une huile est insaturée, plus sont indice d'iode est élevé. (Wolf, 1968).

Les résultats de l'analyse de l'indice d'iode sont représentés par la figure 25

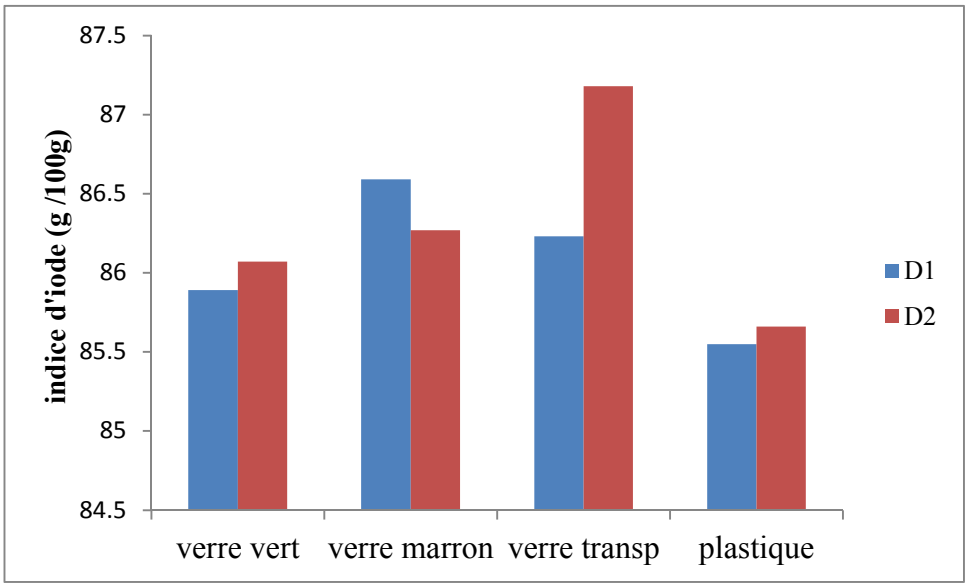


Figure 25 : Evolution de l'indice d'iode (g d'iode / 100g d'huile) de l'huile d'olive en fonction de type d'emballage et la durée de stockage.

D'après nos résultats, on remarque que l'indice d'iode de l'huile analysée augmente pendant la durée de stockage dans les emballages en verre vert (85.89 à 86.07g /100g), verre transparent (86.23 à 87.18g /100g) et le plastique (86.55 à 86.66g /100g).

De même, on remarque une légère (86.59 à 86.27 g /100g) diminution de cette indice pour huile d'olive stockée dans verre marron pendant la durée de stockage qui peut être expliqué par la perte des liaisons éthyléniques par les AG insaturés lors de processus d'oxydation.

Conclusion

Au terme de cette étude, les résultats obtenus révèlent que les paramètres physicochimiques analysés dans les différents échantillons d'huile d'olive extra vierge varient au cours de la période de stockage, s'étalant de 15 à 17 mois, et selon le récipient employé.

Dans l'ensemble on peut conclure que les indices de qualités étudiés (l'acidité, l'indice de peroxyde, et extinction UV à 270 nm) ont connu une augmentation pendant la durée de stockage de l'huile. Cette augmentation est plus marquée dans l'huile conditionnée dans les récipients en plastique et le verre transparent. Cependant, cette évolution est moins marquée dans le cas de l'emballage en verre opaque. Ce résultat révèle que l'huile conditionnée dans un emballage transparent s'altère plus rapidement.

Dans le cas des composés phénoliques ainsi que les pigments, les résultats obtenus révèlent une baisse de ces composés mineurs au cours de stockage de l'huile. Cette diminution est plus prononcée dans les emballages transparents (plastique et le verre). Ainsi, on peut conclure que la lumière accélère les processus de dégradation des composés mineurs, qui ont une activité antioxydante, et par conséquent une moindre protection de l'huile contre l'oxydation, ce qui confirme donc les valeurs élevées des indices d'oxydation. De plus, une diminution de la teneur en antioxydants et en pigments fait baisser la qualité sensorielle de l'huile ainsi que sa valeur nutritionnelle et thérapeutique.

Les résultats du profil en acides gras montrent globalement une stabilité dans la composition en acides gras au cours de stockage de l'huile. Le type d'emballage n'a pas révélé de différences remarquables entre les profils obtenus. Ce résultat peut nous renseigner sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive, et qui peut s'expliquer par son faible degré d'insaturation, comparativement aux autres huiles végétales, et, en outre, par sa richesse en composés mineurs à caractère antioxydants.

On ce qui concerne le type d'emballage, à travers cette étude on voit que les bouteilles en plastiques dans lesquels l'huile d'olive est conditionnée n'est pas les plus adéquates suite à l'action d'oxygène et la lumière qui induisent une détérioration rapide de l'huile.Il semblerait que l'huile d'olive étudiée est mieux conservée dans des emballages en verre opaque puisque il est étanche à la lumière et agit comme barrière à l'oxygène, mais aussi ne doit pas être stockée pour une longue durée car l'emballage en verre lui-même ne

garantit pas une protection totale puisque ne peut prévenir l'auto-oxydation, et par conséquent, la perte de la qualité nutritionnelle de l'huile d'olive.

En perspective, cette étude mérite d'être étalée à l'huile des autres variétés d'oliviers et aussi à d'autres types d'emballage (métallique et tetrapack).

Références bibliographiques

A

ALAIS C., LINDIN G. & MICLO L. (2008). Biochimie alimentaire. Edit, DUNOD.

ALLALOUT A., KRICHÉNE., METHENNI K., TAAMLI A., OUSELATI I., DAOUD D. AND ZARROUK M. (2009). Chatactetetization on virgin olive oil from super intencive Spanich and Greek varieties grounin northern. Tunisia, scientia horticulture 120: 77-83.

AMROUCHE. (2012). Les matériaux d'emballage.http://genie-alimentaire.com.

ANGEROSA F., MOSTALLINO R., BASTI C. AND VITO R. (2001). Influence of malaxation temperature and time on the quality of virgin olive oils. Food chemistry, 72: 19-28.

ANGEROSA F. (2002). Influence of volatile compounds on virgin olive oil quality evaluated by analytical approaches and sensor panels. European Journal of Lipid Science and Technology.104 (9-10), 639-660.

APELOVER. (1991). Propriétés caractéristiques et mise en œuvre des emballages en verre. In : **LAROUSSE J.** la conserve appertisée aspects scientifiques, techniques et économiques. Edit, Technique et documentation Lavoisier, Paris.

B

BACCOURI B., BACCOURI O., ZARROUK W., BEN TEMIME S., TAAMALLI W., DAOUD D., ZARROUK M. (2006). Evaluation de la composition des huiles de quelques oléastres sélectionnés: les antioxydants naturels. Revue des régions arides- Numéro spécial-actes du séminaire international : Gestion des ressources et application biotechnologiques en aridoculture et culture oasiennes : Perspectives pour la valorisation des potentialités du Sahara, 224-249.

BENLEMLIH M., ET GANAM J. (2012). La composition chimique des fruits d'olive Polyphénols d'huile d'olive trésors santé. Belgique. ISBN : 978-2-87211.p.117-123.

BENRACHOU N. (2013). Etude des caractéristiques physicochimiques et de la composition biochimique d'huiles d'olive issues de trois cultivars de l'Est Algérien. (Université Baji Mokhtar Annaba).

BENTEKAYA I., HASSOUNA M. (2007). Effets des chlorophylles, du bêtacarotène, de l'alphatocophérol, du tyrosol et de leurs interactions sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive tunisienne. 14 (1) : 60-67.

BERRA B. (1998). Les composants mineurs de l'huile d'olive : aspects biochimique nutritionnels. Olivae.73 : 29-30.

BOUHADJRA K. (2011). Etude de l'effet des antioxydants naturels et de synthèse sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge. Mémoire de magister. Chimie. Université de TIZI OUZOU.

BOSCOU D. (1996). Olive oil : chemistry and technology. Champaign Illinois. Americain oil chemists Scociety, (69): 552-556.

BOSKOU D. (1998). Quimica y tecnologidelaceite de olive, AMV Ediciones, Mundiprensa.

BRENES M., GARCIA A., RIO J., GARCIA P., GARRIDO A. (2002). Use of 1-acetoxypinoresinol to authenticate picual olive oil.International Journal of Food Science and Technology. 37: 615-625.

C

CARRASCO-PANCORBO A., GOMEZ-CARAVACA A.M., CERRETANI L., BENDINI A., SEGURA-CARRETERO A., FERNANDEZ-GUTIERREZ A. (2006). Rapis quantification of the phenolic fraction of spanish virgin olive oils by capillary electrophoresis with UV detection. . Journal of Agricultural and Food chemistry, 54: 7984-7991.

CATHERINE B., FRÉDÉRIC M., CHRÉSTIAN P. 2006. De l'olivier a l'oléastre : origine et dosnestication de l'Olea Europaea L. dans le bassin mediterraneen. Cahier d'etudes et de recherche francophone, Agriculture 15(4) : 32-36.

CHEFTEL J. et CHEFTEL H. (1977). Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. Vol 1. Edit Lavoisier, Paris.381p.

CHRISTOPOULOU E., LAZARAKI M., ET ALEXIOU F. (1995). La qualité de l'huile d'olive vierge grecque : critères chimiques et organoleptiques. Olivae, 56 : 54-59.

CICHELLI A., ET PERTESANA G.P. (2004). High-performance liquid chromatographic analysis of chlorophylls, pheophytins and carotenoids in virgin oil: chemometric approach to variety classification. Journal of chromatography, (1046): 141-146.

CLODOVEO M., DELCURATOLO D., GOMES T. ET COLELLI G. (2007). Effet de la différentes températures et atmosphérique de stockage sur Coratina huile d'olive qualité. Food chemistry, (102) : 571-576

COELHO L., VIEGAS D., SANTOS J. L. et DE ALMEIDA J. M. M. M. (2015). Detection of Extra Virgin Olive Oil Thermal Deterioration Using a Long Period Fibre Grating Sensor Coated with Titanium Dioxide. Food and bioprocess thechnology.8 (6), 1211-1217.

C.O.I. (2003). Classification des huiles d'olives. Normes internationales applicables à l'huile d'olive et à l'huile de grignon d'olive.

C .O .I. (2011). Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignions d'olive. T. 15/NC n° 3/Rév.6.

COMMISSION DES COMMUNAUTES EUROPEENNES., (1991). Règlement (CE) n°2568/91 de la commission du 11 juillet 1991 relatif aux caractéristiques des huiles d'olives et des huiles de grignons d'olive ainsi qu'aux méthodes d'analyse y afférentes. (J.O.L.258 du 5/9/1991,1).

COMMISSION EUROPEENNES (2002) : le secteur de l'huile d'olive dans l'union européen. Direction générale de l'agriculture.

COSSUT J., DEFRENNE B., DESMEDT C., FERROUL S., GARNET S., ROELSTRAETE L., VANUXEEM M., ET VIDAL D (2002). Les corps gras: Entre tradition et modernité. Gestion de la qualité nutritionnelle et marketing des produits alimentaires. PP : 21-64.

COUTIN R., 2003 : les insectes de l'olivier. Insects, n130, p :19-22

CROGUENNEC T. et SCHUCK P. (2006). Oxidation des lipids. In: **JEANTET R., CROGUENNEC T., SCHUCK P. ET BRULE G.** science des aliments : biochimie, microbiologie, procédés, produits) Vol 1. Edit Techniques et documentation, Lavoisier, Paris.

CUVELIER M. et MAILLARD M. (2012). Stabilité des huiles alimentaires au cours de leur stockage. OCL, 19(2), 125-132.

D

DABBOU S., GHARBI I., DABBOU S., BRAHMI F., NAKBI A., AND HAMMAMI M. (2011). Impact of packaging material and storage time on olive oil quality. African Journal of Biotechnology. Vol 10(74). 16937-16947**.**

E

El De Lacroix, (2003). The olive oil sector in the European Union Commission, Directorate-General for Agriculture, p6

ESPOSTO S., TATICCHI A., URBANI S., SELVAGGINI R., VENEZIANI G., DI MAIO I., SORDINI B. et SERVILI M. **(2017).**Effect of light exposure on the quality of extra virgin olive oils according to their chemical composition.Food chemistry.

EYMARD S. (2003).Mise en évidence et suivi de l'oxydation des lipides au cours de la conservation et de la transformation du chinchard (Trachurustrachurus) : choix des procédés. Thèse de doctorat. Université de NANTES. 126p.

F

FEDELI E. (1997). Lipids of olives, prog, chem, fats other lipids, (15) p 57-74.

FEDILI E. (1999). Qualité (stockage, conservation et conditionnement de l'huile), réglementation et contrôle. Séminaire international sur les innovations scientifiques et leurs applications en oléiculture et oléotechnique. Florence, 10,11 et 12 mars 1999. Conseil Oléicole International, 1-20.4.

FRANÇOIS L. (2008). Introduction acides gras. ChapitreI. Faculté de médecine de Grenobe (UJF), France, p29.

G

GANDUL-ROJAS B ET MINGUEZ-MOSQUERA M.I. (1996) a. chlorophyll and carotenoid composition in vingin olive oils from various spanish olive varieties. Journal of Science and Food Agriculture, (72): 31-39.

GANDUL-ROJAS B ET MINGUEZ-MOSQUERA M.I. (1996)b.chlorophyllase activity in olive fruit and its relationship with loss of chlorophyll pigments in the fruit and oils. Journal of Science and Food Agriculture, (72): 291-294.

GARCIA A., BRENES M., GARCIA P., ROMERO C., GARRIDO A. (2003). Phenolic content of commercial olive oils. European Food Research And Technology. 216 (6): 520-525.

GUTFINGER T. (1981). Polyphenols in olive oils. JAOCS. 966-968.

GENOT C., EYMARD S., VIAU M. (2004). Comment protéger les acides gras polyinsaturés à longues chaînes oméga 3 (AGPI -- LC ω3) vis-à-vis de l'oxydation ? OCL.11(2) ,133-155.

GIUFFRIDA D., SALVO F., SALVO A., PERA L. AND DUGO G. (2007).Pigements composition on monovarietal virgin olive oils from various Sicilian olive varieties.Food chemistry, 101 (2): 833-837.

GRAILLE J. (2003). L'huile d'olive : sa place dans l'alimentation humaine In lipides et corps gras alimentaire, Ed col Science et technologie. Agro-alimentaire. Lavoisier, 80-105.

GUIRDA D., FRANCESCO S. (2005). Pigment composition in monovarietal virgin olive oils from various silician olive varieties.Journal of Agricultural and Food chemistry. (28): 11-15.

GUTIERREZ F., JIMENEZ B., RUIZ A., ALBI M.A. (1999). Effect of olive ripeness on the oxidative stability of virgin olive oil extracted from the varieties pictual and hojiblanca

and on the different components involved. Journal of Agricultural and Food chemistry, 47 (1): 121-127.

H

HRNCIRIK K. et FRITSCHE S. (2005). Reletion between the Endogenous Antioxidant System and the Quality of Extra Virgin Olive Oil under Accelerated Storage conditions.Journal of agricultural and food chemistry, 53, 2103-2110.

HUGEL R., PAJEAN G. (1998). Le verre d'emballage. In : **MULTON J. L., BUREAU G.** l'emballage des denrées alimentaire de grande consommation. Edit, Technique et documentation, Lavoisier, Paris.

J

JEANTET R., CROGUENNEC T., SCHUCK P. et BRULE G. (2006). Science des aliments : biochimie, microbiologie, procédés, produits. Vol 1. Edit, Lavoisier, Paris.383p.

JCOTOT B. (1993). L'huile d'olive de gastronomie à la santé. Paris : Artulen, p280.

K

KANAVOURAS A., HERNANDEZ-MUNOZ P. et COUTELIERIS Frank A. (2006). Packaging of olive oil: quality issues and shelf life predictions.Food Reviews International, 22(4), 381-404.

KARLESKIND A. (1992). Manuel des corps gras. Vol 2, Edit Technique et Documentation,Lavoisier. Paris.1578p.

KATAJA-TUOMOLA M., SUNDELL J.R. (2008). Effect of alpha-Tocopherol and beta-carotene supplementation on the incidence of type 2 diabetes.Diabetologia. 51 (1): 47-53.

KIRITSAKIS A. AND OSMAN M. (1995).Effets du carotene et l' α-tocophérol sur le stabilité photo-oxydative de l'huile d'olive. Olivae, (56) : 25-28.

KRITSAKIS A., KANAVOURAS A. ET KRITSAKIS K. (2002). Chemical analysis, quality control and packaging issues of olive oil. European Journal of Lipid Science And Technology, (104): 628-638.

KULIGOWSKI J., QUINTAS C., GARRIGUES S. GUARDIA M. (2010).Direct determination of polymerized triglycerides in deep-frying olive oil by attenuated total reflectance–Fourier transform infrared spectroscopy using partial least squares regression. Analytical and Bioanalytical Chemistry.397(2), 861-869.

L

LAZZER A., COSSENTINI M., KHLIF M., KARRAV B. (2006). Etude de l'évolution des stérols, des alcools aliphatiques et des pigments de l'huile d'olive au cours du processus de maturation. Journal de la société chimique de Tunisie. 8 : 21-32.

LION PH., (1955). Travaux pratiques de chimie organique. Ed. Dunod, Paris.

M

MARCHE OLEICOLE (2015). Evolution de la consommation mondiale de l'huile d'olive. Newsletter n°91.

MASSON C., LECHEVALIER V. (2007). EMBALLAGE. IN : **JEANTET R., CROGUENNEC T., SCHUCK P. ET BRULE G.** science des aliments : biochimie, microbiologie, procédés, produits) Vol 2. Edit, Techniques et documentation, Lavoisier, Paris.

MENDEZ A.I., FALQUE E. (2007). Effect of storage time and container type on the quality of extra-virgin olive oil. Food contol. 18: 521-529.

MEROUANE A., NOUI A., MEDJAHED H., NEDJARI K., BENHADJ A., SAADI A. (2004). Activité antioxydante des composés phénoliques d'huile d'olive extraite par méthode traditionnelle. International Journal of Biological and Chemical Science, 8(4) : 1865-1870.

O

OLLIVIER D., SOUILLOL S., GUERERE M., PINATEL C., ET ARLAUD J. (2000). Données récentes sur la composition en acides gras et en triglycérides d'huile d'olive vierges francaises. Le nouvel olivier, (13) : 13-18.

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION : ISO 660 : (1996). Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination de l'indice d'acide et l'acidité.

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION : ISO 3960 : (2007). Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination de l'indice de peroxyde. Détermination avec point d'arrêt iodométrique.

P

PAJEAN G. (2007). L'élaboration du verre. Revue verre, 13 (5), 14-17.

PERRIN J.L. (1992). Les composés mineurs et les antioxygènes naturels de l'olive er son huile. Etude et recherche, 4 : 25-31.

PINELLI P., GALARDI C., MULINACCI N., VINCIERI F., CIMATO A., ROMANI A. (2003). Minor polar compounds ans fatty acid analyses in monocultivar virgin olive oils from Tuscany. Food chemistry. 80 (3): 331-336.

PISCOPO A. AND POIANA M. (2012). Packaging and Storage of Olive Oil, Olive GermplasmInnocenzoMuzzalupo, In tech Open.201-222.

PISTOURI G., BADEKA A., KONTOMINAS G.M. (2010). Effect of packaging material headspace, oxygen and light transmission temperature and storage time on quality characteristics of extra virgin olive oil. Food contol. 21: 412-418.

POKORNY J., (2003). Problèmes de stabilité des produits alimentaires liés à la présence des lipides. In: **GRAILLE J**. lipides et corps gras alimentaires. Technique et documentation Lavoisier, Paris.

PRIOR E., (2003). Usage des corps gras alimentaires dans les différent secteurs de la technologie alimentaire. In: **GRAILLE J**. lipides et corps gras alimentaires. Edit Technique et documentation Lavoisier, Paris.

PSOMIADOU E., TSIMIDOU M. (2002). Stability of virgin olive oil.Autooxidationstudies. Journal of Agricultural and Food chemistry, 50: 716-721.

R

RABABAH T.M., FENG H., YANG W., ERIEFEJ K., AL-OMOUSH M. (2011). Effect of type of packaging material on physicochemical and sensory properties of olive oil. Int J Agric & Biol Eng. Vol 4(4).

RAHMANI M. (1989). Mise au point sur le rôle des pigments chlorophylliens dans la photooxydation de l'huile d'olive vierge. Olivae, (26) : 30-32.

RANALLI A. (1992). Incidence of the processing parameters on the olive fruits of the chromatic and analytical characteristics of the oils. In Alimentari, (31): 513-526.

REYNE M. (1971). L'utilisation des plastiques pour le conditionnement. Edit, Hommes et techniques, France.

ROBICHON P., ROY J., SAVINA J.-P. (1998). Technologie de l'embouteillage des boissons. In : **MULTON J. L., BUREAU G.** l'emballage des denrées alimentaire de grande consommation. Technique et documentation Lavoisier Paris.

RUIZ-GUTIERREZ V., MORGADO N., ET PARADA J. (1998). Composition of human VLDL triacylglycerol after ingestion of olive oil and high oleic sunflower oil.The Journal of Nutrition. 128: 570-576.

RYAN D., ROBARDS K. ET LAVEE S. (1998). Evolution de la qualité de l'huile d'olive. Olivae, (72) : 23-41.

RAYAN D. et ROBARDS K. (1998). Phenolic compounds in olives. The analyst, (123): 31-44.

S

SALAS J.J., SANCHEZ J., RAMLI U.S., MANAF A.M., WILLIAMS M. ET HARWOOD J.L. (2000). Biochemistry of lipid metabolism in olive and other oil fruits. Progress In lipid Research, 39: 151-180.

SALVADOR M.D., ARANDA F. ET FFREGAPANE G. (2001). Influence of fruit ripening on 'Cornicabra' virgin olive oil quality: A study of four successive corp seasons. Food Chemistry, (73): 45-53.

SEBASTIEN V. (2010). Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : Entre Tradition et Innovation. Thèse de Doctorat spécialité Chimie (Université D'Avignon Et Des Pays DeVaucluse).

SHERWIN E.R. (1978).Oxidation and antioxidants in fat and oil processing.Journal of theAmerican Oil Chemists'Society, **55**, 809-814.

SOULIER J. ET FARINES M. (1992).L'insaponifiable In: Manuel des corps gras. Lavoisier, Ed. Technique et Documents, p.95-112.

T

TANOUTI K., ELAMRANI A., SERGHINI-CAID H., KHALID A., BAHETTA Y., BENALI A., HARKOUS M. ET KHAIR M. (2010). Caractérisation d'huile d'olive produites dans les cooperatives pilotes (lakaram et kenine) au niveau du Maroc oriental. Les technologies de laboratoire, 5(18): 18-26.

TANOUTI K., SERGNINI CAID H., ABID M., MIHAMOU A., KHIAR M., HACHEM M., BAHETTA Y., ELAMRANI A. (2011). Les technologies de laboratoire. 6 (23): p58.

TSIMIS, A. et KARAKASIDES, N. G. (2002). How the choice of container affects olive oil quality- a review, Packaging Technology and Science. 15, 147-154.

V

VELASCO J., DOBARGANES C. (2002).Oxidative stability of virgin olive oil.European journal of lipid science and thechnology.104, 661-676.

VIOLA P. (1997).L'huiled'oliveet santé. Madrid : Conseil Oléicole International, p122.

VISIOLI F.ET GALLI C., (1998). The effect of minor constituents of olive oil on cardiovascular disease: new finding. Nutrition Reviews. 56(5), pp 142-147.

W

Wolff J.P (1968). Manuel d'analyses des corps gras. Ed. Azoulay, Paris.

y

YANG D., KONG D., ZHANG H. (2007). Multiple pharmacological effects of oil phenols.Food Chemistry. 104 (3): 1269-1271.

z

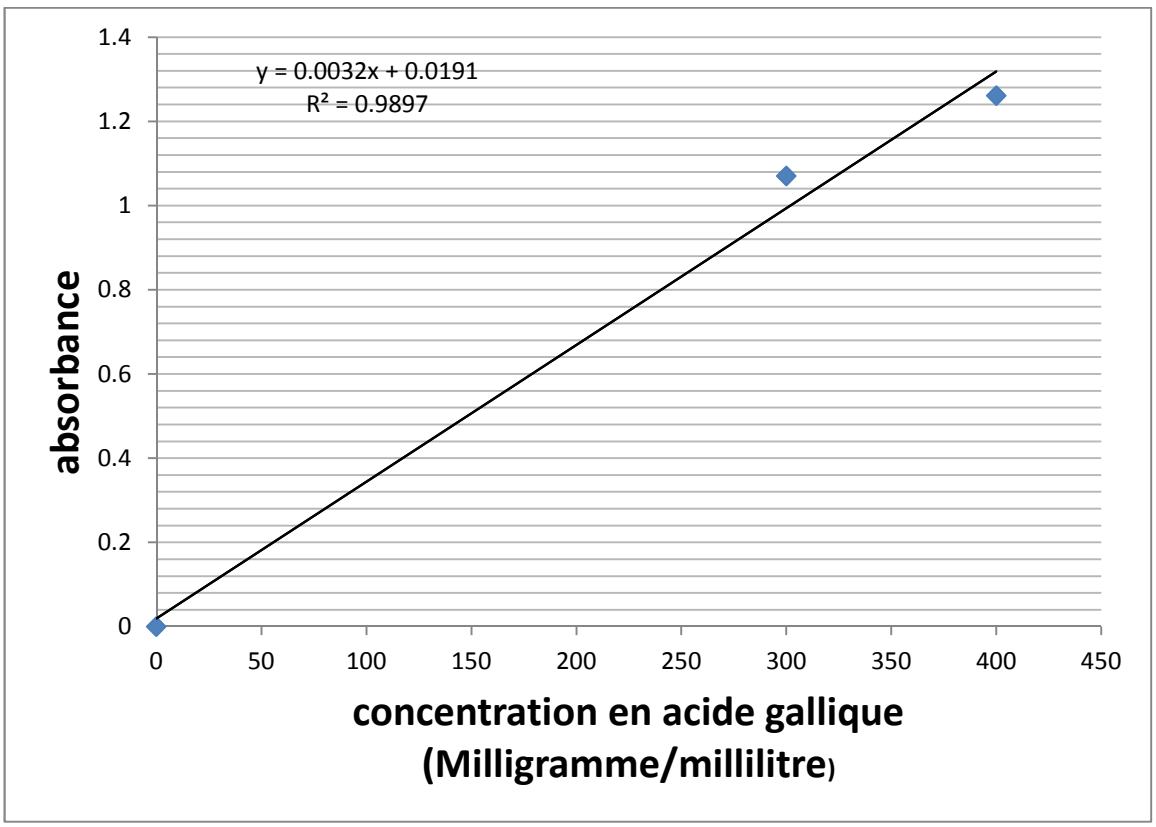
ZEGANE O., KECIRI S., LOUAILECHE H. (2015). Physicochemical characteristique and pigment content of Algerian Olive Oils: effect of olive cultivar and geographical origin. International Journal of Chemical and Biomolecular Science. Vol 1(3): 153-157.

Référence depuis le site web

http://www.fopoleopro.com/la-fop/nos-cultures/olive/

Annexe

Annexe


y = 0.0032x + 0.0191
R² = 0.9897
absorbance
concentration en acide gallique
(Milligramme/millilitre)
0
0.2
0.4
0.6
0.8
1
1.2
1.4
0
50
100
150
200
250
300
350
400
450