

.REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Mouloud MAMMARI de Tizi-Ouzou



**Faculté des Sciences Biologiques et des
Sciences Agronomiques.**
Département de Biologie Animale et Végétale

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES

En vue de l'obtention du diplôme Master en sciences biologiques

Option : Oléiculture-Oléotechnie

Thème

*Etude de quelques caractéristiques
physico-chimique de l'huile d'olive de la
variété Chemlal de la région de
MAATKAS (Tizi-Ouzou)*

Présenté par :

M^{lle} Ait Habib Sara

M^{lle} Ouikene Amina

Membres du jury :

M^{me} HARCHAOULCH : Présidente

M^{me} HEDJAL .M : Promotrice

M^{elle} KHELOUL.L : Examinatrice

Promotion : 2016 -2017

Remerciements

En premier, nous remercions le bon dieu le tout puissant de nous avoir donné la santé, le courage et patience pour être ce que nous sommes aujourd'hui et pour mener à terme ce modeste travail.

Nous tenons à exprimer nos profonds respects et nos sincères remerciements à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce modeste travail en particulier :

*Notre promotrice **M^{ME} HEDJALEP CHEBBEB** pour avoir accepté de nous encadrer ainsi que pour son aide, ses conseils et son suivi durant la période de la réalisation de notre travail votre assistance et recommandations, nous furent très utiles.*

***M^{me} HARCHAOUI** maitre conférences de class B à l'UMMTO qui nous a fait l'honneur de présider le jury et d'évaluer ce travail*

***M^{lle} KHELOUL** D'avoir accepté d'examiner ce travail*

Nous adressons aussi nos remerciements à tous nos enseignants qui nous ont transmis leur savoir –faire durant notre cursus universitaire

*Une profonde reconnaissance a tous le personnel de **L'ITAF DE SIDIAICH** pour leur aide et leur soutien.*

*Nos chaleureux remerciements à **M^{me} DOUZENE** pour son aide, sa disponibilité afin de mener les analyses dans les meilleures conditions.*

Nous remercions aussi le personnel de l'institut national de la recherche agronomique de nous avoir permis de réaliser quelques recherches agronomiques

Dédicace

Je dédie ce modeste travail

A toute ma famille, et

A tous ceux qui me sont chers.

Ouikene Amina.

Dédicaces

Je dédie ce travail à :

**Mes parents pour leur aide, leur patience et leur
amour**

Mes sœurs

Mon frère

Toute la famille Ait Habib

Tous mes amis sans exception

Ait Habib Sara.

Liste des abréviations

°C: Degrés Celsius.

A.G.S: Acide Gras Saturé.

AG: Acide gras.

AGI: Acide Gras Insaturé.

AGL: Acide Gras Libre.

AGMI: Acide Gras Mono Insaturés.

AGPI: Acide Gras Polyinsaturés.

AGS: Acide Gras Saturé.

CE: Communauté Européenne.

Cm : Centimètre.

COI : Conseil Oléicole International.

CPG : Chromatographie en Phase Gazeuse.

CV : Coefficient de Variation.

Ha : Hectare.

HCl : Acide Chlorhydrique.

HO : Huile d'Olive.

IP : Indice de Peroxyde.

IA : Indice d'Acide.

I₂ : Indice d'iode.

IS : Indice de Saponification.

ISO: International Standard Organisation.

KOH: Hydroxyde de potassium.

l/q: Litre/quintal.

méq: milliéquivalent.

mg: milligramme.

Liste des abréviations

ml: millilitre.

mn: minute.

NaOH: Hydroxyde de sodium.

PPM: Partie par million

qx: quinaux.

UE: Union Européenne.

UV: Ultraviolet.

Liste des tableaux

Tableau 1 : Caractéristiques de variété Chemlal	3
Tableau 2 : Les différentes catégories d'huile d'olive vierge.....	5
Tableau 3 : les différentes étapes réalisées au cours de l'échantillonnage.....	6
Tableau 4 :Caractéristiques principales du système d'extraction de l'huile	7
Tableau 5 : Taux d'acidité des huiles d'olives étudiée.....	14
Tableau 6 : Taux moyens de l'indice de peroxydes des échantillons d'olive analysée.....	15
Tableau 7 : Résultats de l'indice d'iode des échantillons d'huile d'olive analysée.....	16
Tableau 8 :Résultats de l'indice de saponification des échantillons analysés	17
Tableau 9 : Teneur en composé phénoliques des échantillons analysés.....	18
Tableau 10 : Résultats de la teneur en chlorophylles des échantillons analysées.....	19
Tableau 11 : Résultats de la teneur en caroténoïdes des échantillons analysée.....	19
Tableau 12 : Les valeurs moyennes de la viscosité des échantillons d'huile analysées.....	20
Tableau 13 : Valeurs moyennes de l'humidité des huiles d'olive analysés.....	21
Tableau 14 : L'absorbance dans l'ultraviolet à K232 et K270 pour les huiles d'olive étudiées.....	21
Tableau 15 :La composition en acides gras des échantillons d'huiles analysées.....	23

Sommaire

Introduction	1
1. Matériels et méthodes	
1.1. Matériels.....	2
1.1.1. Matériel végétal (l'olivier).....	2
1.1.1.1. Systématique.....	2
1.1.1.2. Description de la variété Chemlal.....	3
1.1.1.3. Caractéristiques de l'huile d'olive vierge	3
1.1.1.4. Huile d'olive raffinée.....	5
1.1.1.5. Huile d'olive	5
1.1.1.6. Huile de grignons d'olive	5
1.1.1.6.1. Huile de grignons d'olive brute	5
1.1.1.6.2. Huile de grignons d'olive raffinée.....	5
1.1.2. Matériel du laboratoire.....	6
1.2. Méthodes	6
1.2.1. Récolte des olives	6
1.2.2. Extraction de l'huile d'olive	7
1.2.3. Méthodes d'analyse physicochimiques	7
1.2.3.1. Analyse physique	7
1.2.3.1.1. Teneur en eau et en matières volatiles	7
1.2.3.1.2. Détermination de l'absorbance spécifique aux rayonnements spécifique	8
1.2.3.2. Analyse chimique	9
1.2.3.2.1. L'indice d'acidité	9
1.2.3.2.2. L'indice de peroxyde	10
1.2.3.2.3. L'indice d'iode	10

1.2.3.2.4. L'indice de saponification	11
1.2.3.2.5. Les composé phénoliques	11
1.2.3.2.6. Détermination de la chlorophylle	12
1.2.3.2.7. Détermination de caroténoïdes	12
1.2.3.3. Composition en acide gras	13

2. Résultats et discussions

2.1. Caractéristiques physicochimiques des huiles	14
2.1.1. Paramètre chimique	14
2.1.4.1. L'indice d'acidité	14
2.1.1.2. L'indice de peroxyde.....	15
2.1.1.3. L'indice d'iode.....	15
2.1.1.4. L'indice de saponification	16
2.1.1.5. Composition phénolique	17
2.1.1.6. Teneur en chlorophylle.....	18
2.1.1.7. Teneur en caroténoïde	19
2.1.2. Paramètre physique	20
2.1.2.1. La viscosité	20
2.1.2.1. L'humidité	20
2.1.2.3. L'absorbance dans l'ultraviolet.....	21
2.1.3. Teneur en acide gras	22
3. discussion	25

Conclusion

Références bibliographiques

Annexes

Introduction

Introduction

L'olivier est l'une des plus anciennes cultures ligneuses. Il est particulièrement répandu dans toute la région méditerranéenne. Il joue un rôle important dans l'économie rurale, le patrimoine rural, le patrimoine local et la protection de l'environnement. Il compte actuellement plus de 900 millions d'arbres cultivés à travers le monde, mais elle reste une culture méditerranéenne par excellence, (95% des oliveraies mondiales) (LAZZERI ,2009).

L'huile d'olive est le jus de fruit pure le plus ancien .En raison d'éventuels bénéfices qu'elle pourrait apportée à la santé humaine (nutritionnelles, sanitaire, et sensorielles). Elle suscite de plus en plus l'intérêt des chercheurs et consommateurs (FEDELI ,1997 ; Haddada et al, 2006).La qualité de l'huile d'olive selon le conseil oléicole international(C.O.I.) est un ensemble de caractéristiques physico-chimiques et organoleptiques permettant le classement des huiles en différentes catégories; tous ces paramètres nécessite une étude et maitrise approfondie afin d'aboutir à une huile de bonne qualité. (COI ,1996).

La période et le mode de récolte jouent un rôle important dans la qualité de l'huile. En effet ces paramètres sont considérés comme clé d'obtention d'une huile d'olive de qualité. (Pintal et al ,2004).

L'objectif de notre étude est d'évaluer les caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive de la variété Chemlal en fonction de la date et du mode de récolte.

Cette étude comprend deux parties : la première partie matériels et méthodes qui explique le matériel végétal utilisé et les différentes méthodes d'analyses effectuées, la deuxième partie comporte les résultats et discussions et enfin une conclusion.

1. Matériel et méthodes

Présentation de la station d'étude

- **Station de Maâtkas**

Elle est située dans la daïra de Maâtkas, au village de Zlibou à une altitude de 700 mètres. La station d'étude est caractérisée par un terrain accidenté. Les arbres sont âgés entre 20 à 100 ans. Elle renferme les deux variétés Chemlal et Azeradj et quelques pieds d'oléastre.

1.1. Matériel végétal

1.1.1. L'olivier

1.1.1.1. Systématique

CRONQUIST(1981), classe l'olivier comme suit :

Règne : Plantae

Sous Règne : Tracheobionta.

Division : Mangoliophyta.

Classe : Magnoliopsida.

Sous-Classe : Asteridae.

Ordre : Scrophulariales.

Famille : Oleaceae.

Genre : *Olea*.

Espèce : *Olea europea*(L).1753.

1. Matériels et méthodes

1.1.1.2. Description de la variété Chemlal

Les caractéristiques de la variété étudiée sont présentées dans le tableau 1

Tableau 1 : caractéristiques de la variété Chemlal

Source : (Anonyme 1) catalogue Algérien des variétés d'olivier ITAF (Sidi Aich –Bejaia)

Origine	Kabylie
Productivité	Elevée et peu alternante
Synonymes	Achamlal ; achemli ; achemlal
Diffusion	Occupe 40% du verger oléicole national
Taux d'enracinement	Faible
Utilisation	Huile
Caractéristiques	Variété rustique tardive, autostérile et toujours associer à d'autre variété qui assurent la pollinisation comme Azeradj et Sigoise.

1.1.1.3. Les différents types des huiles d'olive

1.1.1.3.1. Huile d'olive raffinée

C'est l'huile d'olive obtenue à partir des huiles d'olive vierges par des techniques de raffinage. Elle n'entraîne pas de modification de la structure glycérique initiale. Son acidité libre est exprimée en acide oléique est au maximum de 0.3g/100g (COI, 2003).

1.1.1.3.2. L'huile d'olive

Elle n'est pas commercialisée comme telle, elle est constituée par le mélange de l'huile d'olive raffinée et d'huile d'olive vierge. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum 1.5g/100g (COI, 2003).

1.1.1.3.3. L'huile de grignon d'olive

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

1.1.1.3.4. L'huile de grignon d'olive brute

Elle est destinée au raffinage en vue de son utilisation pour la consommation humaine ou destinée à des usages techniques (COI, 2003).

1.1.1.3.5. L'huile de grignon d'olive raffinée

Elle est obtenue à partir d'huile de grignon d'olive brute par des techniques de raffinage n'entraînant pas de modification de la structure glycérique initiale, elle est destinée à la consommation humaine, soit en l'état, soit en mélange avec l'huile d'olive vierge. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0.3g/100g (COI, 2003).

1.1.1.4. Caractéristiques de l'huile d'olive vierge

L'huile d'olive est obtenue à partir du fruit des olives (*Olea europaea*) c'est un jus de fruit véritable avec une excellente qualité alimentaire, sensorielle et fonctionnelle (Matos et al, 2007).

Selon leur procédé de fabrication et de manipulation, les huiles reçoivent différentes dénominations correspondant à des critères fixés par la réglementation (Vican, 2006).

L'huile d'olive vierge est une huile obtenue du fruit de l'olivier uniquement par procédé mécanique ou d'autres procédés physiques dans des conditions, particulièrement thermiques. Elles n'ont pas subi aucun traitement autre que le

1. Matériels et méthodes

lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration (COI, 2003). Les différentes catégories d'huiles d'olive vierge sont présentées dans le tableau 2

Tableau 2 : Les différentes catégories d'huile d'olive vierge (Vican, 2006).

Qualité	Teneur en acide oléique pour 100g	Qualité gustative
Huile d'olive vierge extra	Jusqu'à 0.8g	Supérieure ou égale à 6.5
Huile d'olive vierge (ou « fine »)	Jusqu'à 2g	Supérieure ou égale à 5.5
Huile d'olive vierge courante	Jusqu'à 3.3g	Minimum de 3.5
Huile d'olive vierge lampante	Supérieure à 3.3g	

Seule l'huile d'olive vierge lampante, qui n'est pas propre à la consommation en l'état. Elle est destinée aux industries de raffinage ou à des usages techniques (COI, 2003).

1.2. Méthodes

1.2.1. Récolte des olives

Nous avons prélevé des échantillons d'olives de la région de MAATKAS sur deux périodes (décembre et janvier) en suivant deux modes de récolte différents sur l'arbre, et sur le sol (campagne 2016 -2017).

Le tableau suivant présente les différentes étapes de l'échantillonnage réalisé durant les deux périodes de récolte :

Tableau 3 : les différentes étapes réalisées au cours de l'échantillonnage.

Les périodes Étapes réalisée	Première période	Deuxième période
Date de récolte des olives	15 Décembre	15 Janvier
Nombre d'arbres exploités	6 arbres	6 arbres
Quantité d'olives récoltés	4kg	4kg
Moyens utilisés	2kg cueillis à la main sur l'arbre 2kg ramassé au sol	2kg cueillis à la main sur l'arbre 2kg ramassé au sol
Moyen de trituration	Oleidoseur	Oleidoseur
Durée de stockage des olives avant trituration	48h	48h

1. 2.2. Extraction de l'huile d'olive

Les fruits ont été transformés dans les 48h suivant la récolte au niveau du laboratoire de la pépinière de l'I.T.A.F.V de TAKERIETZ au moyen d'un Oleidoseur, les

1. Matériels et méthodes

caractéristiques principales du système d'extraction et les paramètres utilisés sont récapitulés dans le tableau ci-dessous.

Tableau 4: Caractéristiques principales du système d'extraction de l'huile d'olive.

Type de décanteur	A trois phases; grignons, margine et l'huile
Broyage	A été effectué à l'aide d'un broyeur à marteau, il a eu lieu dans des conditions constantes pour tous les essais; le temps de broyage a duré environ une heure.
Malaxage	Est effectué dans des bols et réalisé en un temps 30 mn sans eau.
Système d'extraction	La centrifugeuse verticale à pâmer ayant une vitesse de 4845 tours/min est utilisée.
Conservation	Après décantation naturelle, les huiles ont été recueillies dans des Flacons en verre fumés étiquetés et mises au réfrigérateur (4°C) en attendant d'être analysées.

1.2.3. Méthodes d'analyses physicochimiques

1.2.3.1. Analyses physiques

1.2.3.1.1. Teneur en eau et en matière volatiles

La teneur en eau et en matière volatiles d'un corps gras est définie comme étant la perte de la masse subie par ce produit après son chauffage à $103 \pm 2^\circ\text{C}$.

Cette technique consiste à chauffer une prise d'essai jusqu'à l'élimination de l'eau des matières volatiles et calcul de la perte de masse. On pèse 5 ou 10 g de l'huile d'olive dans une capsule préalablement séchée et tarée cette prise d'essai est maintenue dans l'étuve, réglée à $103 \pm 2^\circ\text{C}$ pendant une heure.

Après refroidissement dans un dessiccateur jusqu'à la température ambiante. La capsule remplie d'huile séchée à 0.001g près est pesée.

1. Matériels et méthodes

La perte en eau et en matières volatiles (m.v) exprimé en pourcentage est exprimé par l'expression suivante :

$$\text{Teneur en eau et en m.v(\%)} = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} * 100$$

m_0 : masse en gramme de la capsule.

m_1 : masse en gramme de la capsule contenant la prise d'essai avant le chauffage.

m_2 : masse en gramme de la capsule après le chauffage.

1.2.3.1.2. Détermination de l'absorbance spécifique aux rayonnements Ultraviolets (COI, 1996)

Ce procédé consiste à dissoudre l'échantillon d'huile dans un solvant adéquat (cyclohexane) et de déterminer l'absorbance par spectrophotométrie en rayonnement UV dans un domaine spécifié de longueur d'onde (232 nm et 270 nm).

L'extinction spécifique est calculée selon la formule suivante :

$$E_{1\text{cm}}^{1\%}(\lambda) = A(\lambda) / (C.D)$$

$E_{1\text{cm}}(\lambda)$: Absorbance spécifique d'une solution à la concentration 1% mesurée en utilisant un parcours optique de 1cm à une longueur d'onde λ .

$A(\lambda)$: L'absorbance à la longueur d'onde (λ).

C : Concentration en gramme pour 100ml de la solution.

D : Epaisseur en cm de la solution placé dans la cuve.

1.2.3.2. Analyses chimiques

1.2.3.2.1. Indice d'acide et l'acidité

Il s'agit de la mesure de la quantité d'acide gras libre dans une matière grasse alimentaire. Il s'exprime par le nombre de mg d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour neutraliser l'acidité présente dans 1g de lipide (Drian *al*, 1998).

1. Matériels et méthodes

L'acidité est le pourcentage d'acides gras libres (exprimé conventionnellement en acide oléique résultant de l'hydrolyse du triglycéride) présentes dans l'huile.

Le nombre d'essais réalisés pour le calcul de l'indice d'acide est deux.

La technique consiste à la solubilisation d'une quantité de matière grasse dans un mélange d'éthanol/oxyde diéthylique. Le titrage des acides gras libres en solution est effectué avec une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium (0,02N) en utilisant laphénolphtaléine comme indicateur (apparition d'une couleur rose violet)

Les résultats de l'indice d'acidité sont exprimés comme suit :

$$I_A = 56,1 \cdot N (V_1 - V_0) / m \quad (\text{mg de KOH / g})$$

I_A : Indice d'acide (mg de KOH /g).

56,1 : Masse molaire en g/mol de KOH.

N : Normalité de la solution titrée d'hydroxyde de potassium (KOH) utilisée.

V_1 : Volume en millilitre de la solution de KOH utilisée pour l'échantillon.

V_0 : Volume en millilitre de la solution de KOH utilisée pour l'essai à blanc.

m : Masse en gramme de la prise d'essais.

L'acidité A (%) est calculée selon la formule suivante :

$$A (\%) = I_A / 2$$

Avec

A (%) : Acidité exprimée en pourcentage d'acide oléique.

1.2.3.2.2. L'indice de peroxyde (UICPA, 1979)

L'indice de peroxyde (IP) d'un corps gras représente le nombre de microgrammes d'oxygène actifs par 1 g de corps gras.

La technique consiste en un traitement < dans l'acide acétique et du chloroforme (c'est pour la faire dissoudre), par une solution saturée d'iodure de potassium (KI). Après avoir bien agité, la solution est bien placée dans l'obscurité pendant 5min à la température ambiante. Puis l'eau distillée a été rapidement ajoutée pour atteindre l'oxydation de l'iodure de potassium.

L'iode libéré sera titré par une solution de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 0.01N) en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré, jusqu'à la décoloration.

1.2.3.2.3. L'indice d'iode

L'indice d'iode est le nombre en gramme d'iode fixé par 100 g de corps gras. Cette réaction d'addition est utilisée pour déterminer qualitativement l'insaturation des corps gras (DRIAN et al, 1998). Pour cette mesure nous avons procédé selon la norme A.O.C.S. méthode off cd 1-25 révisée 1992.

L'indice d'iode est exprimé par la formule suivante :

$$II = \frac{V_0 - V}{P} \times 1.269 \text{ g d' iode/100g d'huile}$$

Où :

II : L'indice d'iode

V₀ : volume en ml de la solution $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilisé pour l'essai à blanc.

V : volume en ml de la solution $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilisée (titration).

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

1.2.3.2.4. L'indice de saponification

L'indice de saponification **IS** est la quantité de potasse exprimée en mg nécessaire pour saponifier les acides gras libres. Il est déterminé suivant la norme NF T60 – 206 de novembre 1975 dont le principe est le suivant :

1. Matériels et méthodes

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

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

I_s : L'indice de saponification.

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

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

N : normalité de HCL (0,5).

E_g KOH : équivalent gramme de KOH (56,1 g/mol).

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

1.2.3.2.5. Les composés phénoliques

La technique utilisée pour l'extraction des composés phénoliques est celle utilisée par VASQUEZRONCERO et *al*, 1973. Celle-ci consiste en une extraction par une solution aqueuse à 40% de méthanol.

La concentration en composés phénoliques est déterminée en utilisant le réactif de Folin Denis. Ce dernier est constitué de phosphomolybdique et d'acide phosphorique qui sont réduits par les composés phénoliques pour donner une coloration bleue ; et ceci en milieu alcalin. L'intensité de la coloration est directement proportionnelle à la concentration des polyphénols dans la solution.

La courbe d'étalonnage, ainsi que les valeurs des absorbances à 750 nm obtenues par spectrophotomètre UV-Visible des solutions analysées, nous permettent de déterminer leur teneur en composés phénoliques.

1.2.3.2.6. Détermination de la chlorophylle

Les chlorophylles jouent un rôle important dans la stabilité oxydative de l'huile d'olive, grâce à leur activité antioxydant dans l'obscurité et pro-oxydante dans la lumière. En raison de ce dernier effet, elles sont considérées comme étant non désirables à des teneurs élevées dans l'huile (TANet *al*, 1994).

La méthode de dosage de la chlorophylle est basée sur l'existence d'une bande d'absorption spécifique pour ce composé donné par un spectrophotomètre visible.

La méthode utilisée est décrite par (MINGUEZ MOSQUERA et GANDUL-ROJAS, 1996) qui consiste à dissoudre 7,5g d'huile d'olive dans le cyclohexane jusqu'à un volume final de 25 ml.

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

A : absorbance à la longueur d'onde indiquée ;

d : épaisseur de la cuve en cm.

1.2.3.2.7. Détermination des caroténoïdes

Les caroténoïdes, en particulier le β -caroténoïdes, sont des antioxydants efficaces en raison de leur capacité à éteindre les radicaux libres de l'oxygène. (VAN DEN BERG *et al*, 2000).

La méthode de dosage des caroténoïdes est basée sur l'existence d'une bande d'absorption pour ce composé donné par le spectrophotomètre visible.

La méthode est décrite par MINGUEZ MOSQUERA et GANDUL-ROJAS, (1996). Elle consiste à dissoudre 7.5g d'huile d'olive dans du cyclohexane jusqu'à un volume fin de 25 ml.

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

A : absorbance à la longueur d'onde indiquée ;

D : épaisseur de la cuve en cm.

1.2.3.3.Composition en acides gras

La détermination des concentrations du taux des différents acides gras de l'huile d'olive est faite par la chromatographie en phase gazeuse sous forme d'esters méthyliques préparés.

Le corps gras est estérifié en présence de méthanol. Les esters méthyliques des acides gras sont séparés par 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.

2. Résultats et discussion

2. Résultats et discussion

2.1. Caractéristiques physicochimiques des huiles d'olive

2.1.1. Les paramètres chimiques

2.1.1.1. L'indice de l'acidité

Les résultats montrent que l'huile d'olive extraite à partir des olives récoltées le mois de Décembre au sol et l'huile d'olive récoltée à partir des olives ramassées à la main ont une acidité $\leq 0,8$; selon le C.O.I (2003) ces huiles seront classées parmi les huiles extra vierges.

L'huile d'olive récoltée le mois de janvier au sol a une acidité comprise dans l'intervalle $[0,8-2\%]$, selon le C.O.I(2003) elle sera classée parmi les huiles d'olive vierge.

Les valeurs moyennes de l'indice d'acidité des huiles étudiées sont présentées dans le tableau 5

Tableau 5 : taux d'acidité des huiles d'olives étudiées

période et mode de récolte Paramètre	Décembre Sur l'arbre	Décembre au sol	Janvier Sur l'arbre	Janvier au sol
Acidité	0.168	0.562	0.224	0.899
Normes COI	≤ 0.8 % pour l'huile extra vierge. ≤ 2 % pour l'huile vierge. $\leq 3.3\%$ pour l'huile courante. $> 3.3\%$ pour l'huile lampante.			

L'acidité libre est un facteur de qualité de l'huile d'olive. Il est renseigné sur l'altération de celle-ci par l'hydrolyse de certains composés (ACHOURI, 2007).

2. Résultats et discussion

2.1.1.2. L'indice de peroxyde

Les valeurs de l'indices de peroxyde, représentés dans le tableau 6 sont variables allant de 9 jusqu'à 17,75 meq O₂/kg.

Les valeurs obtenues sont conformes à celles de la norme commerciale (COI, 2003), ce qui permet de classer ces huiles dans la catégorie des huiles extra-vierges (IP ≤ 20).

Les huiles d'olive extraite à partir des olives ramassées au sol et à la main représentent un indice de peroxyde qui répond aux normes du C.O.I. (2003) (≤20 meqO₂/kg) durant les deux périodes de récolte (décembre et janvier). Cependant l'huiles olives qui provient des olives récoltés au sol mi-janvier présente un degré légèrement élevée par rapport aux autres échantillons (17.75meqO₂/kg) (tableau 6)

L'augmentation de l'indice de peroxyde peut être attribuée à la teneur élevée en acides gras libre, qui s'oxydent en présence de l'oxygène pour donner des peroxydes (produit primaire d'oxydations) (Ben Tekaya ,2005).

Tableau 6 : Taux moyens de l'indice de peroxydes des échantillons d'olive analysées.

Période et mode de récolte Paramètre	Décembre Sur l'arbre	Décembre au sol	Janvier Sur l'arbre	Janvier au sol
	Indice de peroxyde (meq O ₂ /kg)	9	14	12.25
Normes C.O.I	≤20meq d'O ₂ actif/kg			

2.1.1.3. L'indice d'iode

Les résultats ont montré une variation de la teneur en indices d'iode des quatre échantillons d'huile d'olive analysés. Ces taux varient en fonction de la période et le mode de récolte. L'indice d'iode des échantillons d'huiles d'olives analysées, sont conformes aux normes établies par le COI, 2003(75-96g/100g d'olive) (tableau 7).

2. Résultats et discussion

Tableau 7 : Résultats de l'indice d'iode des échantillons d'huile d'olive analysée

Période et mode de récolte	Décembre	Décembre	Janvier	Janvier
	Sur l'arbre	au sol	Sur l'arbre	au sol
Paramètre				
Indice d'iode (g/100gd'olives)	92.43	94.36	73.19	89.75
Normes C.O.I.(2003)	75-96/100g d'olive			

Nous pouvons déduire que les huiles étudiées sont probablement riches en acides gras mono-insaturés et en acides gras polyinsaturés. Selon BRUNETON *et al*, (1999), le temps de conservation n'a pas d'influence sur l'indice d'iode mais peut être affecté par la variété de l'olive.

2.1.1.4. L'indice de saponification

Les résultats des analyses de l'indice de saponification montrent une variation de la teneur en indice de saponification des quatre échantillons d'huile d'olive analysé (ces taux varient en fonction de la variété et le mode de récolte) (Tableau 8).

Les valeurs obtenues de cet indice sont situées dans l'intervalle de la norme codex alimentaire et le(C.O.I.2003) pour les huiles vierges ce qui explique la richesse des ces huiles en courtes chaînes d'acides gras.

2. Résultats et discussion

Tableau 8 : résultats de l'indice de saponification des échantillons analysés

Période et mode récolte	Décembre	Décembre	Janvier	Janvier
	Sur l'arbre	au sol	Sur l'arbre	au sol
Paramètre				
Indice de saponification	192,18	186,15	188,42	194,49
Normes C.O.I.(2003)	184-196			

2.1.1.5. Composés phénoliques

Les résultats montrent une variation de la teneur en composé phénoliques des quatre échantillons d'huile d'olive analysées. Ces taux varient en fonction de la date et du mode de récolte (Tableau 9)

Les valeurs sont comprises dans l'intervalle des teneurs en composés phénoliques indiquées par AGUILERA et *al*, (2005) qui est de l'ordre de **50 à 1000 ppm**. Les huiles obtenues par la cueillette à la main sur l'arbre ont des taux en composés phénols totaux plus considérables que celle des provenant de la récolte sur le sol surtout en périodes de mi janvier, cela est dû à la technique de récolte et la période de récolte qui affecte la qualité de l'huile d'olive.

2. Résultats et discussion

Tableau 9 : teneur en composé phénoliques des échantillons analysés

Période et mode de récolte	Décembre Sur l'arbre	Décembre au sol	Janvier Sur l'arbre	Janvier au sol
Paramètre				
Composé phénoliques lecture a 725 nm	96	76,5	102,50	85,40
Normes C.O.I(2003)	50-1000(ppm)			

2.1.1.6 Teneur en chlorophylles

Les résultats montrent que l'ensemble des échantillons présentent des teneurs en chlorophylles relativement dans les normes, nous pensons que ces huiles sont issues d'olive mure. Selon Perrin(1992), une huile d'olive vierge extra présente une fourchette des valeurs en chlorophylles varie entre 50 et 1000 ppm ce qui est le cas pour les échantillons étudiés.

La concentration en chlorophylle est de 80mg/kg pour les huiles obtenues à partir d'olives en stade précoce de maturité, et elle est de 2mg/kg lorsque le fruit est très mur (SALVADOR, 2001).

2. Résultats et discussion

Tableau 10 : résultats de la teneur en chlorophylles des échantillons analysés.

Huile Paramètre	Décembre Sur l'arbre	Décembre au sol	Janvier Sur l'arbre	Janvier au sol
Teneur en chlorophylles	1,69	1,76	1,02	1,07
Normes selon Perrin (1992)	1-10 (ppm)			

2.1.1.7. Teneur en caroténoïdes

Les résultats montrent une variation de la teneur en caroténoïdes des quatre échantillons d'huile d'olive analysés. Ces taux varient en fonction de la période et du mode de récolte (Tableau 11).

Tableau 11 : Teneur en caroténoïdes des échantillons analysée.

Huile Paramètre	Décembre Sur l'arbre	Décembre au sol	Janvier Sur l'arbre	Janvier au sol
Teneur en caroténoïdes	2,11	3,78	2,74	3,88
Normes C.O.I (2003)	2-14 (ppm)			

Le β carotène varie en fonction de la variété, le degré de maturité, de la méthode de cueillette d'olives, du système d'extraction utilisé. Des recherches ont démontré que les pigments caroténoïdes sont facilement dégradés en présence de lumière et des températures

2. Résultats et discussion

élevées. La teneur en caroténoïdes pour l'ensemble des échantillons répond aux normes fixées par le C.O.I (2003).

2.1.2. Les paramètres physiques

2.1.2.1. La viscosité

Les résultats montrent que la viscosité des huiles extraites au mois de Décembre à partir des olives cueillis à la main et au sol répond aux normes du COI (79 centpoise) Contrairement à ceux obtenues pour les huiles (olives récoltés le mois de Janvier à la main et au sol) qui présentent des valeurs non conformes à la norme du COI (88,56 et 89,48centpoise)(tableau 12).

Tableau 12 : les valeurs moyennes de la viscosité des échantillons d'huile analysés.

Huile	Décembre Sur l'arbre	Décembre au sol	Janvier Sur l'arbre	Janvier au sol
Paramètre				
Viscosité (centpoise)	79	79	88,56	89,48
Normes C.O.I (2003)	75-79 centpoise			

2.1.2.2. L'humidité

Les teneurs en eau des différents échantillons analysés conformes aux normes d'huile d'olive vierge fixée par le COI ($\leq 0,2$). Ces taux conformes sont dus essentiellement au système d'extraction par l'Oleidoseur qui ne nécessite pas le rajout d'eau au cours des étapes d'extraction. (Tableau 13)

Tableau 13 : valeurs moyennes de l'humidité des huiles d'olive analysés

2. Résultats et discussion

Huile Paramètre	Décembre Sur l'arbre	Décembre au sol	Janvier Sur l'arbre	Janvier au sol
Humidité (%)	0,12 ±0,01	0,07± 0,02	0.18± 0,01	0,09± 0,02
Normes C.O.I	Huile d'olive vierge extra : ≤0,2 Huile d'olive vierge : ≤0,2 Huile d'olive vierge courante : ≤0,2 Huile d'olive lampante : ≤0,3			

2.1.2.3. L'absorbance dans l'ultra-violet

D'après les résultats obtenues dans le tableau 14, nous remarquons que les valeurs du coefficient K_{232} pour les huiles extraite au mois de janvier (récolte à la main et ausol) et le mois de décembre (récolte a la main) sont conformes à la norme du COI ($\leq 2,6$), et la valeur maximale est obtenue pour l'huile extraite le mois de décembre (récolte au sol).

Quant au coefficient k_{270} les valeurs pour toutes les huiles extraites se situent entre 0,131 et 0,324, elles présentent une absorbance à 270 nm conforme aux normes fixées pour les huiles d'olive vierge ($\leq 2,6$).

Tableau 14 : l'absorbance dans l'ultraviolet à K_{232} et K_{270} pour les huiles d'olive étudiées

Huile Paramètre	Décembre à la main	Décembre au sol	Janvier à la main	Janvier au sol
L'absorbance dans l'UV à K_{232} nm	2,331	2,926	2,516	1,856
L'absorbance dans l'UV à K_{270} nm	0,178	0,324	0,131	0,252

2.1.3. Teneur en acides gras

Les analyses montrent que toutes les huiles d'olive étudiées présentent des teneurs en acides gras conformes aux normes établies par le COI(2009), pour les huiles d'olives extra vierge, avec une prédominance de l'acide oléique (C18 :1) dont les valeurs sont comprises dans l'intervalle [55,67 – 62,80], l'acide linoléique (C18 :2) dont les valeurs sont comprises dans l'intervalle [13,17-18,87], et l'acide palmitique (C16 : 0) avec des valeurs dans l'intervalle [16,38-17,81] (tableau 15)

Nous pouvons dégager selon l'importance des acides gras trois groupes classés comme suit :

Le 1^{er} groupe comporte les acides gras majeurs formés par l'acide oléique, l'acide palmitique et l'acide linoléique.

Le 2^{ème} groupe comporte les acides gras mineurs dont les pourcentages obtenus pour la variété étudiée ne dépassent pas 4%. Ils sont formés par l'acide stéarique, palmitoléique, linoléique arachidique et gondoïque.

Le 3^{ème} groupe comporte les acides gras présents sous formes de traces dont les pourcentages sont inférieurs à 0,2% sont formés par l'acide margarique, et l'acide margaroléique.

2. Résultats et discussion

Tableau 15 : la composition en acides gras des échantillons d'huiles analysées.

Composition en acides gras de l'huile d'olive (%)						
Acide gras	Dénomination	Récolte décembre A la main (2	Récolte décembre au sol	Récolte Janvier à la main	Récolte Janvier au sol	Normes COI huile d'olive vierge
Acides gras saturés	Acide palmitique C16 :0	16.74%	17.81%	16.38%	16.57%	7.5-20%
	Acide margarique C17 :0	0.09%	0.14%	0.33%	0.09%	≤0.3%
	Acide stéarique C18 :0	2.94%	3.41%	2.62%	2.73%	0.5-5%
	Acide arachidique C20 :0	0.53%	0.57%	0.39%	0.52%	≤0.6%
	Totale	19.73%	21.93%	19.72%	19.91%	
Acides gras monoinsaturés	Acide oléique C18 :1ω9	62.80%	55.67%	60.33%	56.81%	55-83%
	Acide gondoïque C20 :1ω9	0.46%	0.41%	0.30%	0.42%	≤0.4%
	Totale	63.26%	56.08%	60.63%	57.23%	
Acide gras polyinsaturés	Acide linoléique C18 :1ω9	13.17%	17.28%	15.90%	18.87%	≤3.5-21%
	Acide linoléique C18 :3ω3	0.67%	0.82%	0.84%	0.71%	≤1%

2. Résultats et discussion

D'après les résultats obtenus nous constatons que toutes les huiles d'olive analysées, présentent des taux d'acides gras conformes aux normes de COI à l'exception de l'acide margarique C17 :0 qui présente un taux légèrement supérieur (0,33%) par rapport aux normes du COI ($\leq 0.3\%$).

L'acide oléique est majoritaire avec des taux qui varient entre 55,67 et 62,80%, suivi de l'acide linoléique (13,17 à 18,87%) et de l'acide palmitique (16,38 à 17,81%) (Figure 2)

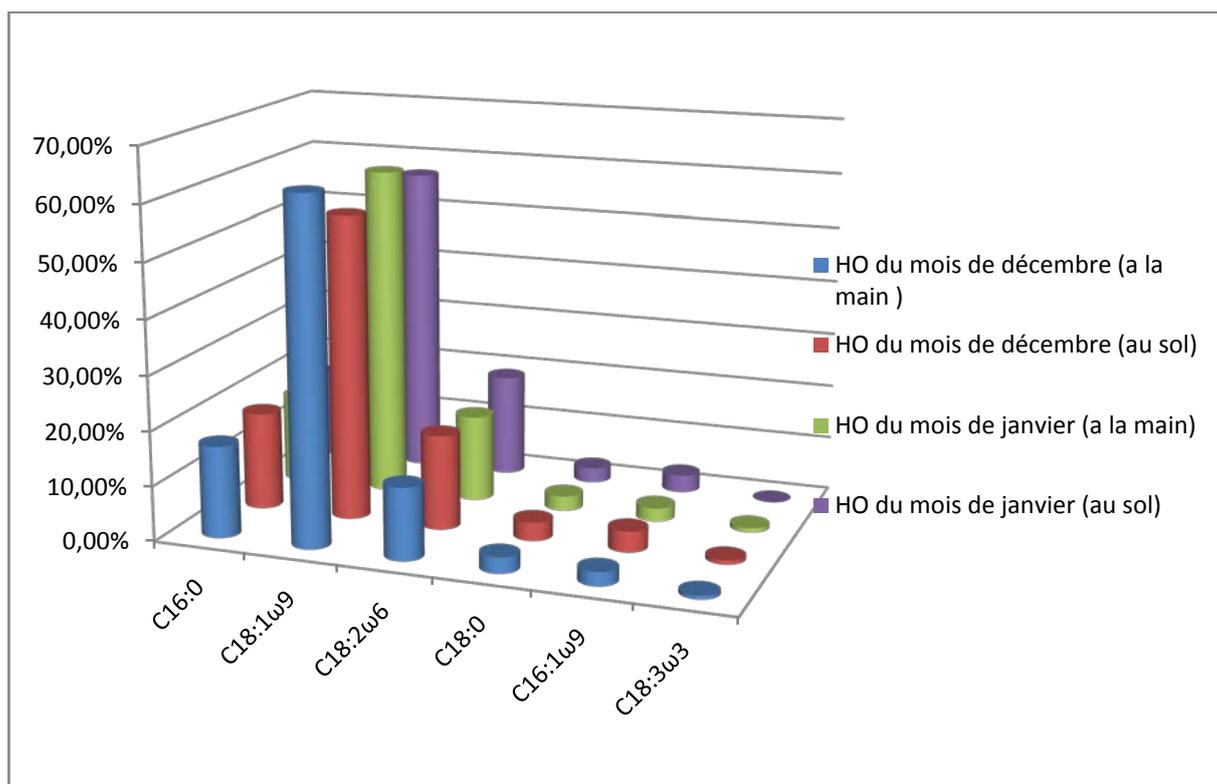


Figure 2 : Taux des acides gras des différentes huiles d'olive analysées.

Les acides gras monoinsaturés sont les plus présentés dans l'ensemble des huiles d'olive analysées, avec des taux de l'ordre de 53,23% à 63,26%, le taux d'acide gras saturés et polyinsaturés sont présentés respectivement de 19,91 à 21,93% et de 13,84 à 19,58.

Les résultats des valeurs des acides gras saturés et insaturés sont présentés dans la figure 3

2. Résultats et discussion

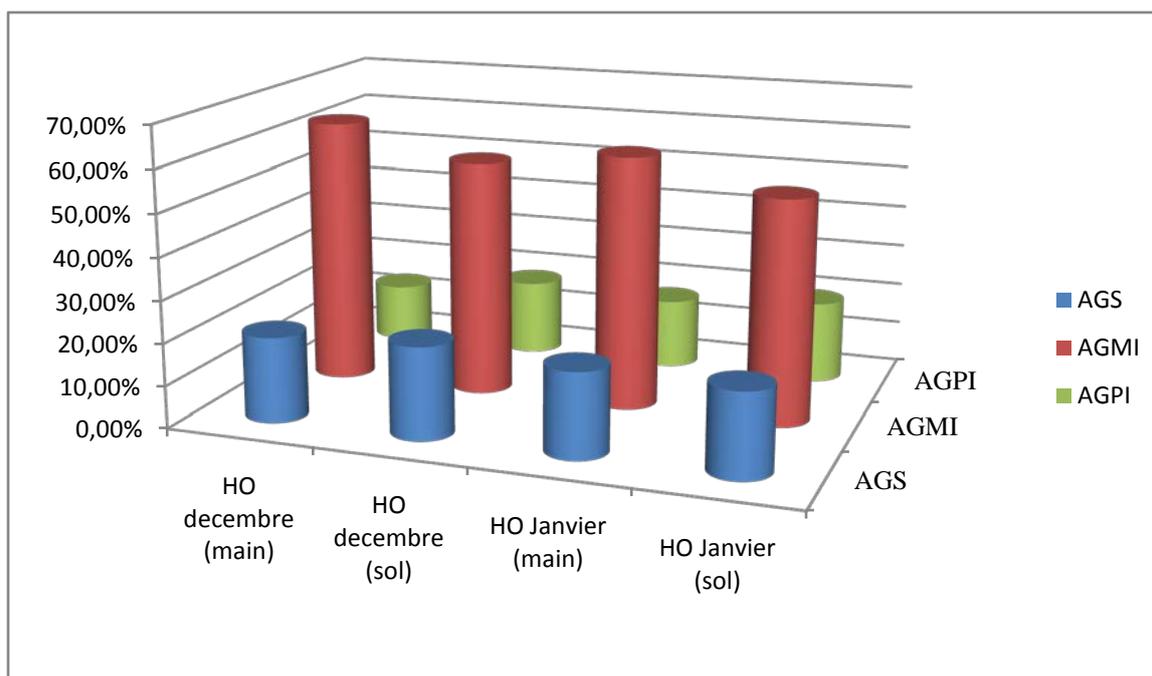


Figure 3: le taux des acides gras saturés et insaturés des huiles d'olive analysées

3. Discussion

L'indice de peroxyde est inférieur à 20meq qui reprend aux normes de (COI ,2003) nos résultats sont similaire à ceux de (MAATKI et BELKALEM ,2016). Ou le taux a varie entre 14 et 20meq d'O₂ actif/kg selon la période récolte.

KADI et HASSAINE (2016) signalent que l'indice de peroxyde varie de 8,5 à 14,5meq pour la récolte à la main et de 19 mg pour la récolte au sol.

Les valeur de L'indice d'acidité sont comprise entre 0,168 et 0,899 ce qui répond aux norme de (COI ,2003) fixé pour les huiles d'olive vierge .

En comparant les résultats de KADI et HASSAINE qui ont obtenu des résultats compris entre [0,9 et 2,1] pour le mode de récolte ; ainsi que ceux les travaux de MAATKI et BELKACEM (2016) nous pourrions déduire que la période de récolte influe sur l'indice d'acidité car il varie de 1,117 à 3,23 pour l'extraction moderne et de 1,83 à 1,93 pour extraction traditionnelles selon (Garcia et al ,1996) les conditions de stockage et le mode de récolte influe sur l'acidité.

2. Résultats et discussion

Les résultats de l'indice de saponification sont conformes à ceux de (MAATKI et BELKALEM ,2016), ou ces taux varient entre 184 et 186. Ces différents auteurs montrent une variation de l'indice de saponification en fonction de la date de récolte, mode d'extraction et la technique de récolte. Le taux varie entre 1,02 et 1,69 ces résultats sont similaires à ceux de kadi et HASSAINE 2016 et MAATKI et BELKALEM 2016.

Le taux d'humidité de notre huile d'olive est classé dans la catégorie de l'huile d'olive vierge quel que soit le mode et la période de récolte. Nos résultats sont similaires à ceux de MAATKI et BELKALEM (2016) ou le taux varie de 0,19 à 0,22% avec la variété Chemlal. Cette variation du taux d'humidité peut être dû à l'addition d'une quantité d'eau qui n'a pas été éliminé lors de la décantation, selon GARCIA et al 1996, les conditions du stockage des olives (température et humidité favorise une hydrolyse des triglycérides et l'apparition des acide gras libre BENRACHON (2013).

L'huile d'olive extraite des olive récoltées à la main possède une teneur en composé phénolique plus élevée que celle récoltée au sol mais dans les deux cas sont conforme aux normes de (COI ,2003). Selon DUGO et al(2004) et EL ANATRI *etal*(2003) le faible taux en ces composés dépend de la variété et dans une certaine mesure des conditions liées à l'environnement (GARCIA et al 1996).

L'acide oléique (AG mono saturé) est considéré comme étant le composé majoritaire, ou le taux varie entre 56 et 62%. Quant aux acide gras poly insaturé le taux d'acide linoléique varie entre 13,17 et 18,87%. L'acide palmitique (AGS) de l'huile d'olive de la variété Chemlal extraite à différentes périodes à la main et au sol varie entre 16,38 et 16,57%.

Nos résultats sont similaires aux travaux réalisés par KADI et HASSAINE (2016) ainsi que MAATKI et BELKALEM (2016), sur la variété Chemlal ou les composés majoritaires sont l'acide oléique (64-67%), l'acide linoléique (12-13%) et l'acide palmitique (14-15%), avec respectivement, l'acide oléique, linoléique et l'acide palmitique. La teneur en caroténoïdes de la variété étudiée varie entre 2 et 3 ppm, elles sont conformes aux normes de COI. PSOMIADON et al (2011) ont rapporté que la présence de pigment dans l'huile d'olive dépend de plusieurs facteurs comme la variété, le sol, les conditions climatiques, la nature des fruits.

Conclusion

L'étude réalisée a pour but l'évaluation de l'effet du mode et le période de récolte sur les caractéristiques de l'huile d'olive de la variété CHEMLAL de la région de MAATKAS

Le suivi de la variabilité de la composition chimique de nos échantillons d'huile en fonctions de deux facteurs étudiées, nous a permis de conclure que la maturité des olives et le mode de récolte sont des facteurs déterminants de la qualité de l'huile.

La détermination de l'acidité des échantillons d'huile d'olive récolté à la main (décembre et janvier) permet de classer ces derniers dans la catégorie des huiles d'olives extra vierge (0.168 et 0.224%) ainsi que l'huile extraite à partir des olives récolté mois de décembre à la main (0.562%). Quant à l'huile d'olive extraite le mois de janvier à partir des olives ramassée au sol (0.899%) elle est classer dans la catégorie d'huile d'olive vierge .

L'huile extraite le mois de janvier à partir des olives récolté au sol ; enregistre des valeurs d'indice de peroxyde proche de la limite établie par le COI (17.75) . Cela peut être du à l'existence de composés peroxydés dans l'huile, car l'oxydation de l'huile d'olive commence après la chute du fruit de l'arbre et continue pendant le stockage des fruits et leur traitement

Concernant l'indice de saponification, toutes les huiles extraite ont enregistré des valeurs situées dans l'intervalle de la norme (184-196). Cependant ce paramètre est très influencer par la composition en acides gras de l'huile particulièrement par la présence d'acides à longue chaîne.

L'analyse de l'indice d'iode montrent que les valeurs des résultats enregistrés, sont conforme à la norme établie par le COI (75-96g/100g d'olive). Ainsi nous pouvons déduire que les huiles étudiées sont probablement riches en acide gras mono et polyinsaturés.

L'analyse par chromatographie en phase gazeuse a relevé que notre huile est très riche en acide gras insaturés, les acides gras monoinsaturés sont les plus présentés, avec des taux allant de 53,23% à 63,26%. Les acides gras saturés et polyinsaturés (de 13,84% à 21,91%)

L'acide oléique est majoritaire avec des taux qui varient entre 55,67% à 62,80%), suivi de l'acide linoléique (13,17% à 18,87%) et l'acide palmitique (16,74% à 17,81%).

Les résultats montrent aussi que le mode de récolte influe sur les caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive . En effet, nous avons enregistré des

valeurs élevées de l'humidité et de la viscosité pour l'huile d'olive extraite à partir des olives extraite des olives ramassées au sol.

Pour valoriser d'avantages l'huile d'olive, il est nécessaire de sensibiliser les agriculteurs pour améliorer les techniques culturales, car la maîtrise de la récolte est un paramètre clé dans l'obtention d'une huile d'olive de qualité.

Références bibliographiques

Achouri Y. et Charikh K. (2007). Analyses physico-chimiques de deux huiles finies (soja et tournesol) au niveau de CO.G.B-Labelle /UP 07. Thèse d'ingénieur, université Abderrahmane mira, Bejaia, p36.

AGUILERA et al ,(2005) composés phénoliques

Angerosa F., servili M., selvaggini R., taticchi A., esposto S.,Montedoro G.F. (2004). Volatile compounds in virgin olive oil: occurrence and their relationship with the quality .J. chromatogr.A 1054, 17-31.

ANNONYME 1,2016 – la direction des service agricoles de la wilaya de tizi –ouzou .

ANONYME 2,2014- norme oléicole international (14 -10-2013).

[http : www.internationaloliveoil.org/web/aafrances/corp/areasActivitiee/economics/areasactivitie.html](http://www.internationaloliveoil.org/web/aafrances/corp/areasActivitiee/economics/areasactivitie.html) Nom de la page d'accueille : conseil oléicole international.

ANONNYME 4 ,2011- norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux l'huiles de grignons d'olive.T. 15/NC n°3/rév.6.

Aranda F.,Gomez –Alonso S. ,Rivera Del – Alamo R.M., Salvador M.D. ,Fregapane G.(2004)- triglyceride,total and 2-position fatty acid composition of cornicabra virgin olive oil : comparison with other Spanish cultivars Food Chemistry 86,485-492.

Ben Tekaya I. Hassouna .M (2005) Etude de la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge.

Benrachou N. (2013).Etude des caractéristiques physicochimiques et de la composition biochimique d'huile d'olive issue de trois cultivars de l'est algérien. Thèse de doctorat, option : biochimie appliquée 45.

Brunton J. (1999) pharmacognosie. Photochimie, plantes médicinales ,3ème édition, tec et doc .p 45

C.E.(2002) Commission Européenne Direction Générale de l'agriculture . le secteur de l'huile d'olive dans l'union européenne : 1-8.

C.O.I.1996.Analyse spectrophotometrique dans l'ultraviolet .conseil Oléicole International / T20/Doc 19 6 juin 1996, Madrid.Espagne.81.

CEE 2568/91 Communauté économique européenne .Règlement (CEE) N° 2568/91 de la commission du 11 juillet 1991.relatif aux caractéristiques des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive ainsi qu'aux méthodes d'analyse y afférentes : 27-30.

Chimi H. (2006). Technologie d'extraction de l'huile d'olive et gestion de sa qualité bulltin mensuel d'information et de liaison du programme national de transfert de technologie en agriculture ,141 :1-4.

COI. Conseil Oléicole Internationale. Détermination de l'absorbance spécifique aux rayonnements ultraviolets, 1996, T.20/DOC.N° 19.

Références bibliographiques

Darian *al* (1998) indice d'acide et l'acidité

Direction des Services Agricoles (DSA) de Tizi-Ouzou (2016).

Douzane M. et Bellal M.M. (2005) contribution a la caractérisation des huiles de quelque variétés, populations d'olive algériennes : étude de quelque composés mineurs de la fraction insaponifiable. *Olivae*. n °103. 33-41.

DUGO .G .LOTURC POLLICINU D. (2004) caractérisation d'huile d'olive, vierge, sicilienne variation des huiles des fruits des cultivars BIANCOLILLA NOCULLARA D ET BLICE cerosnollonda iblea et crastu en fonction des technique et l'époque de récolte des olive N 101. pp44-52

EL ANTARI .A, EL MOUNDIR A. ;(2003) évolution comparative de la qualité et de la composition acide de l'huile d'olive chez quelque variété méditerranéenne cultivars Maroc .*olivaie* .95.26-31

Fakourelis N. Lee E.C and Min D.B (1987). Effect of chlorophyll and β -carotene on the oxidation stability of olive oil. *Journal of Food science* .52 (1):234-235.

Fantanazza G. Preziosi P. (1969). l'olivo e le basse temperature. osservazioni su 37 cultivar dell'olio e 20 cultivar da tavola. *l'italia agricola*. 106 :7-8.

Fedeli E. (1977) – Lipides of olives, *Prog Chem* ,Fats other lipides ,15p57-74.

Filaha. 2009- le trait d'union des opérateurs économiques pour le renouveau du monde agricole et rural .issn n°1111-4762.

Gandul –Rojas B. and minguez-Mosquera M. 1996- Chlorophyllase activity in olive fruits and its relationship with the loss of chlorophyll pigments in the fruits and oils. *Journal of science and Food Agriculture* ,72 :31-291-294.

Garcia J.M., Seller S. and Perez-camino C. 1996- Influence of fruit ripening on olive oil quality. *Journal of Agriculture Food Chemistry*, 44:3516-3520.

Henry S., 2003- l'huile d'olive ; son intérêt nutritionnel, ses utilisations en pharmacie et en cosmétique. These de doctorat en pharmacie. Université Henri Poincaré Nancy 1.p :127.

Jacotot. 1994- huile d'olive, et prévention. *clinical nutrition et metabolic* ; 10 :7-9.

KADI.K, HASSAINE, N (2016) étude des caractéristique physico chimique de quelque variété d'huile d'olive de deux régions de la wilaya de TIZI –OUZOU. Master biologie, spécialité oléiculture oléotechnie p51

Kiritsakis A.K. 1998- composition de l'huile d'olive et son effet alimentaire et de santé *Food and Nutrition press* .502 :6p.

Kiritsakis A.K. (1993)- la chimie de l'arome de l'huile d'olive .*olivae* ,45(2),28-33.

Références bibliographiques

- Lavee S., 1992-** evolution of cultivation techniques in olive growing, in olive oil quality.Florence .pp .37-44.
- Lavee S., 1997-** Biologie et physiologie de l'olivier .in : Encyclopédie mondiale de l'olivier .COI (Ed), Madrid, Espagne.pp.60-110.
- Lazzeri Y, (2009)** .les défis de la mondialisation pour l'oléiculture méditerranéenne. L'olivier en mediterrannée.Conférence centre culturel français de Tlemcen-Algérie.
- Luna g.,morales M .T .and aparicio R.2006-** characterisation of 39 varietal virgin olive oils by their volatile compositions Food chemistry.98 :243-252
- Matos L.C, Cunha S.C.,Amaral J.S.,Pereira J.A., Andrade P.B.,Seabra R.M.andOliveira B.P.2007a-** Chemometric characterization of three varietal olive oils (Cvs.cobrançosa, madural and verdeal transmontana) extracted from olives with different maturation indices.Food Chemisty ,102:406-414.
- MAATKI, BELKALEM** (2016) effet du mode d'extraction et de la date récolte sur les caractéristiques de l'huile d'olive de la région de DRAA EL MIZANE, master biologie, option oléiculture et oléotechnie
- Minguez –Mosquera M.I,Gandul-Rojas B.Garrido –Fernandez J., and Gallardo-Guerrero L.1990.** Pigments present in virgin olive oil. Journal of American oil chemist's Society, 67(3):192-196.
- Ministere de l'agriculture est de development rural (M.A.D.R), 2014-morales M.T., Luna G. and Aparicio R .2005** comparative study of virgin olive oil sensory defects .food chemistry, 91:293-301.
- Moreaux S. (1997)**-l'Oliver. Acte Sud .France.
- Nieves Riando M.paz Romeo M.,Casanovas M.,Motilva M.J.(2008)**- pigment profile and color of monovarietal virgin olive oils from arbequina cultivar obtained during two consecutive crop seasons Food Chemistry 110,873
- Ollivier D.,pinatel C .,Dupuy N.,Guerere M. ,Artaud J., (2007)** – caractérisation sensorielle et chimique d'huile d'olive de six aoc française , O.C.L ,vol .14 Issue 2, p.141-149.
- Pintal C., petit C., Ollivier D et Artaud J. (2004)**- outil pour l'amélioration organoleptique des huiles d'olive vierges .oléagineux, corps Gars, Lipides. 11 (3) :217-222.
- PERRIN (1992)** teneur en chlorophylles
- Ribereau-gayon P.1968** – Les composés phénoliques des végétaux .Ed .dunod .173-201.
- Rahmani M. (1989).**critères d'évaluation de l'époque optimal de récolte des olives, IX cours international sur l'alimentation de la qualité de l'huile d'olive , 1-8.

Références bibliographiques

Salvador M.D., Aranda F., Gomez-Alonso S. and Fregapane G. (2003). Influence of extraction system, production year and area on cornicabra virgin olive oil: a study of five crop seasons. *Food chemistry*, 80:359-366.

Sivakumar G., Briccoli Bati C., Perri E. and Uccella N. (2006), gas chromatography screening of bioactive phytosterols from mono-cultivar olive oils. *Analytical, nutritional and clinical Methods. Food chemistry*, 95:525-528.

Schoefs B. 2004- determination of pigments in vegetables. *Journal of Chromatography A*, 1054:217-226.

TAN et al (1994) détermination de la chlorophylle

Uzzan A. (1994). olive et huile d'olive. in : manuel des corps gras. ed. Paris : Lavoisier tec et doc. 1:221-228.

VAN DEN BERG et al., (2000) détermination des caroténoïdes

Vasquezroncero et al (1973) technique d'extraction du composé phénolique

Vincan (2006) les huiles reçoivent différentes dénominations correspondant à des critères fixés par la réglementation.

Annexe 1

Appareillage :

- Spectrophotomètre UV visible de type SHIMADZU ;
- Etuve ;
- Balance analytique de type SARTORIUS ;
- Plaque chauffante ;
- Chronomètre ;
- Rota vapeur (évaporateur rotatif)
- Agitateur magnétique ;
- Dessiccateur.

Petits matériels :

- Ampoule à décanter ;
- Burette graduée ;
- Fioles d'ermen Mayer ;
- Fioles jaugées ;
- Ballons à col rond muni d'un bouchon et à fond plat ;
- Pipettes ;
- Béchers ;
- Spatules ;
- Tubes à essai.

Réactifs :

- Etherdiéthylique ;
- Ethanol 95% ,96%
- Solution d'hydroxyde de potassium (KOH), 0,1N ;
- Solution phénolphaléine ,10 g /l dans l'éthanol à 95% (V/V) ;
- Chloroforme ;
- Acide acétique cristallisable ;
- Solution aqueuse saturée d'iodure (KI), exempte d'iode et d'iodates ;
- Thiosulfate de sodium de 0,01N et de 0,1N ;
- Solution d'empois d'amidon (1%) récemment préparée à partir d'amidon actif ;
- Hexane pur ;
- Méthanol pur et méthanol dilué à 40% ;
- Réactif de Folin Denis ;
- Solution de sodium(Na_2CO_2), 35 g de Na_2CO_2 anhydre dans 100ml d'eau distillée ;
- Acide gallique ;
- Eau distillée.

Annexe 2

MÉTHODES POUR LA PRÉPARATION DES ESTERS MÉTHYLIQUES D'ACIDES GRAS

1. MÉTHODE A: Transestérification à froid au moyen d'une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium

1.1. Application

Cette méthode rapide est applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive ayant une teneur en acides gras libres inférieure à 3,3%. Les acides gras libres ne sont pas estérifiés par l'hydroxyde de potassium. Les esters éthyliques d'acides gras se transestérifient plus lentement que les esters glycéridiques et il est possible qu'ils ne se méthylient que partiellement.

1.2. Principe

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

1.3. Réactifs

- Méthanol ne contenant pas plus de 0,5% (m/m) d'eau
- Heptane pour chromatographie
- Hydroxyde de potassium, solution méthanolique d'environ 2 N : dissoudre 11,2 g d'hydroxyde de potassium dans 100 ml de méthanol

1.4. Matériel

- Éprouvettes à bouchon vissant (de 5 ml de capacité) avec un bouchon muni d'un joint de

PTFE.

- Pipettes graduées ou automatiques de 2 ml et 0,2 ml.

1.5. Mode opératoire

Dans une éprouvette à bouchon vissant de 5 ml, peser environ 0,1 g de l'échantillon d'huile. Ajouter 2 ml d'heptane ou Hexane et agiter. Ajouter 0,2 ml de la solution méthanolique 2 N d'hydroxyde de potassium, boucher à l'aide du bouchon muni d'un joint en PTFE, bien fermer et agiter énergiquement pendant 30 secondes. Laisser reposer jusqu'à ce que la partie supérieure de la solution devienne claire. Décanner la couche supérieure, qui est celle qui contient les esters méthyliques. La solution d'heptane est prête pour l'injection dans le chromatographe. Il est conseillé de maintenir la solution au réfrigérateur jusqu'au moment de l'analyse chromatographique. Il n'est pas recommandé de stocker la solution pendant plus de 12 heures.

2. conditions chromatographiques d'estérification.

Composition chromatographique pour esters méthylique des huiles	
Chromatographe	Chrompack CP 9002
Détecteur	FID (250 C°)
Injecteur	SPLIT 1/100 (250°)
Gaz vecteur	azote
Colonne capillaire	Cp sil 88 CB (5% phenyl + 95% dimethylpolysiloxane)
Longueur	30 m
Diamètre intérieur	0.32 mm*0.25 UM
Epaisseur	0.25 µm
Injecteur	250 °C
Détecteur	280 °C
Four	190 °C
Quantité injectée	0.8 ul
Vitesse du papier	0.5 cm / mn