

**République Algérienne Démocratique 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 végétale et animale**



***Mémoire de fin d'études***

**En vue de l'obtention du Diplôme du Master académique en biologie**

**Option : Oléiculture et Oléotechnie.**

**THÈME**

**Effet du mode d'extraction et de la date de récolte sur les  
caractéristiques de l'huile d'olive de la région de  
Drâa-El-Mizane**

**Réalisé par :** M<sup>elle</sup> MAATKI Noura Assia

M<sup>elle</sup> BELKALEM Lydia

**Dirigé par :** Mme Hedjal-Chebheb M.

**Soutenu le 13/07/2016**

**Devant le jury composé de :**

**Président :** Mr Kellouche A.

Professeur à l'UMMTO.

**Promoteur :** Mme Hedjal-Chebheb M.

Maitre de conférences classe A à l'UMMTO.

**Co promoteur :** Mme Douzane.M

Maitre de recherche A à l'INRA d'Alger

**Examineur :** Mr Bengana M.

Maitre assistant chargé de cours à l'UMMTO.

**Examineur :** M<sup>me</sup> Sahmoune F.

Maitre assistante classe A à l'UMMTO.

**Promotion : 2015-2016**



# *Dédicaces*

*Je dédie ce travail à :*

*A la mémoire de ma grand-mère et mon oncle que j'aime beaucoup,  
que Dieu le tout puissant les accueille dans son vaste paradis et  
leur accorde sa miséricorde.*

*A mes chers parents en témoignage de ma reconnaissance pour leur  
patience, leur sacrifice et leur soutien tout au long de mes études. Que  
Dieu leur prête santé*

*A mes sœurs : Dyhia, Katia et Mazgha*

*A mes meilleures amies Saliha et Nora*

*A tous mes enseignants et mes amis de la promotion oléiculture-  
oléotechnie*

*A tous ceux qui ont contribué à la réalisation de ce travail*

*Et à toutes les personnes qui m'aiment*

*Lydia*

# Dédicaces

*Je dédie cet humble travail qui n'aurait jamais pu voir le jour que par la volonté de Dieu tout puissant.*

*A mon très cher père pour tous les efforts qu'il n'a cessé de consentir afin que je puisse mener à bien mes études, pour la confiance et la fierté qu'il a su investir en moi.*

*A ma chère mère que je me donne le plaisir de dédier ce mémoire pour sa patience et son soutien inestimable.*

*A ma très chère, adorable et seule sœur Lisa, que les mots nous sauront décrire. Merci sœurlette pour ton amour, ta gentillesse et ton soutien ainsi que ta présence permanente à mes côtés.*

*A mes très chers frères : M'hana et Zinedine qui m'ont soutenue et apporté du courage tout au long de mes études.*

*A mon binôme et au même temps sœur qui ma accompagnée tout au long de ce master. Merci pour ta présence dans ma vie, ton soutien, ton écoute.*

*A mon très cher camarade Youcef, qui a toujours su me conseillé, encouragé.*

*A mes copines : Tassadit, Souhila, Sonia, Hanene, Kaïssa, Fadhila et Samia avec qui j'ai partagé des moments mémorables. Je n'oublierai jamais votre soutien, vos encouragements et votre amour.*

*Nora*



<b>Figure 1</b> : Aire de répartition de l'olivier dans le monde (Moreaux, 1997).....	3
<b>Figure 2</b> : Les principaux stérols de l'huile d'olive (Benrachou, 2013).....	13
<b>Figure 3</b> : Les principaux composés phénoliques de l'huile d'olive (Benrachou, 2013).....	14
<b>Figure 4</b> : L'olivier de la variété Chamlal (Draa El Mizane) (Originale Décembre, 2015).....	18
<b>Figure 5</b> : Olives (stade véraison) récoltées au mois de Novembre (Originale, 2015). .....	19
<b>Figure 6</b> :Olives mures récoltées au mois de Décembre (Originale, 2015). .....	19
<b>Figure 7</b> : Système discontinu d'extraction par presse (CHIMI, 2006). .....	20
<b>Figure 8</b> : Broyage des olives à l'aide du broyeur a meules (huilerie traditionnelle d'Azazga)	21
<b>Figure 9</b> : Pate d'olive issue du broyage (huilerie traditionnelle d'Azazga) (Originale, 2015).	21
<b>Figure 10</b> : Escourtinage et pressage de la pate d'olive issue du broyage (Originale, 2015)...	22
<b>Figure 11</b> : Grignon d'olives sec obtenu après pressage de la pate d'olives (Originale, 2015).	22
<b>Figure 12</b> : Décantation de l'huile d'olive (Originale, 2015).....	23
<b>Figure 13</b> : Système continu d'extraction par centrifugation à trois phases (CHIMI, 2006)...	24
<b>Figure 14</b> : Effeuillage et lavage des olives (huilerie moderne de Draa El Mizane) (Originale, 2015).....	25
<b>Figure 15</b> : Broyage des olives à l'aide d'un broyeur à disk (huilerie moderne de Draa El Mizane) (Originale ,2015).....	25
<b>Figure 16</b> : Malaxage des olives (huilerie moderne de Draa El Mizane (Originale, 2015).....	26
<b>Figure 17</b> : centrifugation horizontale de la phase liquide (huilerie moderne de DEM) (Originale, 2015) ..	26
<b>Figure 18</b> : Les grignons d'olives (huilerie moderne de DEM) (Originale, 2015)..	26
<b>Figure 19</b> : Huile d'olive après centrifugation.....	27
<b>Figure 20</b> : Margines après centrifugation.....	27
<b>Figure 21</b> : Courbe d'étalonnage pour le dosage des composés phénoliques... ..	41
<b>Figure 22</b> : Chromatogrammes de la composition en acides gras des huiles d'olive des deux différentes dates de récolte et mode d'extraction : (a) ;(b) ;(c) ;(d).....	45
<b>Figure 23</b> : La variation des taux d'acide gras des quatre huiles d'olive analysées.....	47

**Figure 24** : Les variations en acides gras saturés (AGS), acide gras monoinsaturés (AGMI) et acide gras polyinsaturés (AGPI) des différentes huiles d'olives analysées. .... 48

<b>Tableau 1</b> : Variation des superficies d'oliveraies dans le monde et leurs rendements en olives depuis 1961 jusqu'à l'année 2013(Anonyme 3, 2014).....	4
<b>Tableau 2</b> : Résultats relatifs à la production, importation et exportation de l'huile d'olive....	5
<b>Tableau 3</b> : la production et la consommation nationale de l'huile d'olive (Anonyme 3, 2014).	6
<b>Tableau 4</b> : Production d'olive et de l'huile d'olive dans la wilaya de Tizi-Ouzou (Anonyme 2,2016).....	7
<b>Tableau 5</b> : Composition en acide gras d'une huile d'olive (Veillet, 2010) .....	9
<b>Tableau 6</b> : Composition en triglycérides des huiles d'olive vierge françaises (Ollivier D. et al, 2003). .....	11
<b>Tableau 7</b> : Les différentes étapes réalisées au cours de l'échantillonnage .....	19
<b>Tableau 8</b> : Conditions opératoires pour l'analyse des esters méthyliques.....	34
<b>Tableau 9</b> : Le taux d'acidité des huiles d'olive étudiées .....	35
<b>Tableau 10</b> : Taux moyen de l'indice de peroxydes des échantillons d'huiles d'olive analysées.....	36
<b>Tableau 11</b> : résultats de l'indice d'iode des échantillons d'huile d'olive analysés .....	37
<b>Tableau 12</b> : Résultats d'indice de saponification des échantillons analysés .....	38
<b>Tableau 13</b> : Les teneurs en chlorophylle des huiles d'olive étudiés :.....	39
<b>Tableau 14</b> : Teneur en caroténoïdes des huiles d'olive étudiées .....	40
<b>Tableau 15</b> : Taux moyen des polyphénols des huiles d'olive analysées .....	41
<b>Tableau 16</b> : Les valeurs moyennes de la viscosité des échantillons d'huiles analysées.....	42
<b>Tableau 17</b> : Valeurs moyennes de l'humidité des huiles d'olive analysées .....	43
<b>Tableau 18</b> : L'absorbance dans l'ultra violet à $K_{232}$ et $K_{270}$ pour les deux huiles étudiées .	44
<b>Tableau 19</b> : Composition en acides gras des quatre huiles d'olive analysées extraites par deux modes d'extraction en deux périodes de récoltes.....	46

**A.G.S** : Acides Gras Saturés.

**AG** : Acide Gras.

**AGI** : Acide Gras Insaturé.

**AGL** : Acide Gras Libre.

**AGMI** : Acide gras monoinsaturés.

**AGPI** : Acide gras polyinsaturés.

**AGS** : Acide gras saturé.

**CE**: Communauté Européenne.

**CEE** : Communauté Economique Européenne.

**cm** : centimètre.

**COI**: Conseil Oléicole International.

**CPG** : Chromatographie en Phase Gazeuse.

**CV** : Coefficient de variation.

**D.E.M** : Draa El Mizane.

**D.S.A** : Direction Des Services Agricoles.

**F1**: Facteur.

**FAO**: Food and Agricultural Organisation.

**Ha** : Hectare.

**HCl** : Acide chlorhydrique.

**HO** : Huile d'olive.

**I.P** : Indice de Peroxyde.

**IA** : Indice d'acide.

**I<sub>2</sub>** : Indice d'iode.

**IS** : Indice de saponification.

**ISO**: International Standard Organisation.

**KOH** : Hydroxyde de potassium.

**l/q** : Litre/ quintal.

**LLL** : trilinoleine.

**M.A.D.R** : Ministère de l'Agriculture et de Développement Rural.

**méq** : Milliequivalent.

**mg** : milligramme.

**ml** : millilitre.

**mn** : minute.

**NaOH** : Hydroxyde de sodium.

**OOL** : dioléolinoléine.

**OOO** : trioléine.

**PAL** : L-phénylalanine ammonia lyase.

**POL** : palmitooléolinoleine.

**POO** : dioléopalmitine.

**PPM** : Partie par million.

**qx** : quintaux.

**SOO** : dioléostéarine.

**UE** : Union Européenne.

**USA**: United Stats of America.

**UV** : UltraViolet.

**VAR** : Variance.

**°C** : Degrés Celsius

## 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 local et la protection de l'environnement.

L'olivier compte actuellement plus de 900 millions d'arbres cultivés à travers le monde, mais le bassin méditerranéen reste sa terre de prédilection, avec près de 95% des oliveraies mondiales (LAZZERI, 2009).

La production obtenue en Algérie durant la période 2013/2014 est de 4 828 600 qx dont 2 083 507 qx pour l'olive à huile et 2 745 093 pour la production d'olive de table (MADR, 2014).

La consommation algérienne a atteint les 48,5 mille tonnes durant la campagne oléicole 2013/ 2014 (Anonyme 3, 2014).

L'huile d'olive est extraite par des moyens mécaniques. Elle garde son patrimoine naturel en vitamines, acides essentiels et autres constituants naturels importants pour l'alimentation humaine. Elle doit ses caractéristiques et sa valeur à sa richesse en acide oléique et en composés mineurs (Jacotot, 1994).

Selon la norme du Conseil Oléicole International, la qualité de l'huile d'olive est un ensemble de caractéristiques physico-chimiques et organoleptiques permettant le classement des huiles en différentes catégories (Anonyme 5, 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 du stockage (Pinatel et *al*, 2004). Tous ces paramètres nécessitent une étude et une maîtrise approfondies afin d'aboutir à une huile de bonne qualité.

C'est dans cette option que s'inscrit notre travail, où nous avons étudié les caractéristiques physicochimiques de l'huile d'olive produite dans la région de Draa El Mizane en fonction de la date de récolte et le mode d'extraction.

La première partie de ce travail est consacrée à une synthèse bibliographique, décrivant les généralités sur l'olivier, la définition, la classification, et la composition de l'huile d'olive.

La partie expérimentale est consacrée à la détermination des indices de qualité de l'huile d'olive, l'étude des procédés d'extraction et la période de récolte, dont nous avons étudié l'effet sur sa composition physico-chimique.

### 1-1 Généralité sur l'olivier

#### 1-1-1 Origine et expansion de l'olivier

L'olivier fut l'un des premiers arbres cultivé avec le figuier et le dattier (BELAJ et al 2010). Sa domestication aurait débuté environs 6000 ans à l'est de la méditerranée (GALILI et al, 1997). Les Phéniciens, les Grecs, puis les Romains, ont disséminé cette culture dans tout le bassin méditerranéen (ZOHARY et al, 2012). Enfin, plus récemment, l'olivier a poursuivi son expansion au delà de la méditerranée, s'implantant en Afrique du Sud, en Australie, en Chine et au Japon, mais jamais l'olivier ne poussera aussi bien que sur sa terre de prédilection, la méditerranée (Henry, 2003 ; Leva, 2011).

#### 1-1-2 Description de l'olivier

L'olivier (*Olea europaea* L.) est un arbre méditerranéen par excellence, originaire d'un climat subtropical sec (Lavee, 1997), il s'adapte bien à des conditions d'environnement extrêmes telles que : la salinité, la chaleur et les basses températures (Fontanazza et Prezziosi, 1969). Il craint le gel et s'accommode à une pluviométrie d'environ 220mm par an. Il peut s'adapter à divers types de sols, parfois très pauvres et secs, bien aérés, mais il s'adapte mal aux terrains très humides. Son potentiel d'adaptation est dû à l'anatomie spéciale de ses feuilles, de son système racinaire et de son haut niveau de régénération morphologique (Lavee, 1992).

L'olivier peut atteindre en moyenne 10 à 15 m de hauteur et un tronc de 1,50 à 2 m de diamètre dans les régions relativement chaudes, à forte pluviométrie ou abondamment irriguées en été. Tandis que, dans les climats froids, les arbres sont généralement plus petits. A l'état naturel, il se maintient en boule compacte et épineuse.

L'olivier exige une forte luminosité pour la différenciation des bourgeons à fleurs et le développement des pousses. Dans la plupart des cultures, les fruits se retrouvent à la surface de la frondaison et sa fructification est bisannuelle dans toutes les conditions de croissance (Lavee, 1997).

### 1-1-3 Importance de l'olivier

#### 1-1-3-1 Dans le monde

##### 1-1-3-1-1 Superficie

Le patrimoine mondiale a été évalué par le conseil oléicole international (COI) en 2013 à 1,5 milliards d'olivier étendue sur une superficie de 10,3 million d'hectares, réparties essentiellement autour du bassin méditerranéen (figure 1). Sur l'ensemble de cette superficie, 53% reviennent aux pays de l'Union européenne, 27% aux pays du Maghreb, 18% aux pays du Moyen-Orient et 2% aux pays du continent américain et autres (Anonyme 4, 2013).



0 400 km

**Figure 1** : Aire de répartition de l'olivier dans le monde (Moreaux, 1997).

La superficie cultivée en olivier n'a cessé d'augmenter depuis 1961 (Tableau 1). Au cours des 15 dernières années, le secteur oléicole s'est fait accorder beaucoup d'importance en implantant plus d'olivier et en faisant des études sur le sujet.

**Tableau 1 :** Variation des superficies d'oliveraies dans le monde et leurs rendements en olives depuis 1961 jusqu'à l'année 2013 (Anonyme 3, 2014).

Année	Superficie cultivée (ha)	Production (tonnes)
1961	2608804,00	8205586,00
1970	3387293,00	7527383,00
1980	5129301,00	11217525,00
1990	7409538,00	9023906,00
2000	8349659,00	15623430,00
2010	9845398,00	19627471,00
2011	10089505,00	20415392,60
2012	10337167,00	16882025,30
<b>2013</b>	<b>10309274,70</b>	<b>20396699,53</b>

### 1-1-3-1-2 La production

D'après le Conseil Oléicole International (C.O.I), la production mondiale en 2013 est de 3408,5 tonnes pour l'huile d'olive et 2.0396.699 tonnes d'olives de table. Les dix premiers pays producteurs sont situés dans la zone méditerranéenne et fournissent 95% de la production mondiale (Tableau 2).

L'Espagne est le premier pays oléicole et sa production en 2013 est estimée à 1.613.400 tonnes d'huile d'olive. C'est également le premier pays producteur et exportateur d'olive de table, avec une production de 5206 tonnes (Anonyme 4, 2013).

### 1-1-3-1-3 La commercialisation

Les pays méditerranéens sont les plus grands producteurs et les plus grands exportateurs de cette denrée. Les principaux pays producteurs sont : l'Espagne, l'Italie, la Grèce, la Syrie et la Turquie, et la Tunisie. (Tableau 2).

L'UE seule fournit une quantité annuelle de 509 000 tonnes d'huile d'olive et 243 900 tonnes d'olives de table, ce qui représente respectivement 66,36% et 45,47% des exportations totales mondiales.

## 1. Synthèse bibliographique

<b>Pays</b>	<b>Production</b>	<b>Importations</b>	<b>Consommation</b>	<b>Exportations</b>
<b>Albanie</b>	7.0	1.0	8.0	00
<b>Algérie</b>	54.4	0.0	57.0	0.5
<b>Argentine</b>	32.0	0.0	6.0	23.5
<b>Australie</b>	19.0	31,5	44.5	7.0
<b>Brésil</b>	-	68,0	68.0	0.0
<b>Canada</b>	-	38.5	38.5	0.0
<b>U.E/27</b>	2.444,0a)	107.5b)	1.917,0	509.0 b)
<b>Croatie</b>	4.0	2.5	6.0	0.0
<b>Egypte</b>	10.0	0.0	8.0	1.0
<b>Etats-Unis</b>	6.0	294,0	294.0	4.0
<b>Iran</b>	7.0	4.5	11.0	0.0
<b>Israël</b>	12.0	6.0	17.0	0.0
<b>Japon</b>	-	42.0	42.0	0.0
<b>Jordanie</b>	35.5	0.0	37.5	1.0
<b>Liban</b>	18.0	0.0	20.0	3.5
<b>Libye</b>	15.0	0.0	15.0	0.0
<b>Maroc</b>	120.0	0.0	90.0	11.0
<b>Palestine</b>	15.5	0.0	13.5	3.5
<b>Syrie</b>	198,0	0.0	135.5	25.0
<b>Tunisie</b>	180,0	0.0	40.0	140.0
<b>Turquie</b>	191,0	0.0	150.0	20.0
<b>Autres pays</b>	40.1	149.0	191.5	18.0
<b>Totale</b>	3.408,5	744.5	3.210,0	767 ,0

**Tableau 2** : Résultats relatifs à la production, importation et exportation de l'huile d'olive (1,000 tonnes) (Anonyme 4, 2013).

Quant aux importations, les USA, l'UE, le Brésil, le Japon, le Canada et l'Australie sont les principaux pays avec 78,1 % des importations mondiales de l'huile d'olive.

Les Etats Unis est le premier importateur de l'huile d'olive avec une moyenne annuelle de 294 000 tonnes qui représentent 39% des importations totales mondiales (Tableau 2). 80% de la production en huile est consommée dans le bassin méditerranéen, soit 2,4 millions tonnes en 2010/11 (Anonyme 2, 2011).Cependant, la demande ne cesse d'augmenter et de se diffuser au-delà de l'aire d'origine de l'olivier. A titre d'exemple, la consommation de l'huile d'olive au États-Unis est passée de 88,000 en 1990 à 294,000tonnes en 2013, au Japon de 4000 à 42,000 tonnes et en Australie de 13,500 à 44,500 tonnes (Anonyme 1, 2013).

### 1-1-3-2 En Algérie

L'olivier occupe la première place avant le figuier, le dattier et les agrumes avec une superficie de 383 443 ha soit 44% de la superficie arboricole totale. Cette surface est répartie notamment sur trois zones oléicoles : Centre, Est et Ouest du pays.

Il s'agit des vergers extensifs occupant les zones de montagne à forte déclivité, ce qui rend difficile l'entretien des arbres et la modernisation de la filière. Quant aux vergers intensifs, ils se situent en zones de plaines où les possibilités d'entretien des arbres et la mécanisation sont favorables.

La production obtenue durant la période 2013/2014 est de 4 828 600 qx dont 2 083 507 qx pour l'olive à huile et 2 745 093 pour la production d'olive de table(MADR, 2014).

D'après le Conseil Oléicole International (C.O.I) (Tableau 3), la production et la consommation nationale en huile d'olive durant la campagne 2013/2014, ont chuté respectivement de 33% et 20%, par rapport à la campagne 2012/2013 (Anonyme 3, 2014).

**Tableau 3:** la production et la consommation nationale de l'huile d'olive (Anonyme 3, 2014).

Compagne	2010/2011	2011/2012	2012/2013	2013/2014
<b>Production (tonnes)</b>	67 000	39 500	66 000	48 280
<b>Consommation (tonnes)</b>	59 000	42 500	60 500	48 500

Avec ces nouvelles mesures, et la modernisation des industries d'extraction d'huile d'olive, l'Algérie peut développer son secteur oléicole, et ainsi se placer parmi les premiers pays producteurs d'huile d'olive (FILAHA, 2009).

### 1-1-3-3 Dans la wilaya de Tizi-Ouzou

D'après les statistiques recueillies de la Direction des Services Agricoles de la Wilaya de Tizi-Ouzou nous constatons une augmentation en matière d'exploitation des surfaces destinés à la plantation des oliviers, ainsi que la production de l'huile d'olive (Tableau 4).

**Tableau 4 :** Production d'olive et de l'huile d'olive dans la wilaya de Tizi-Ouzou (Anonyme 2, 2016).

Campagne	Superficie totale (ha)	Superficie en rapport (ha)	Production olive (qx)	Rendement d'olive (qx/ha)	Production d'huile (hl)	Rendement d'huile (l/q)
2013/2014	34 315	28 621	288 000	10	49 000	17
2014/2015	35 176	29 405	382 457	13	75 862	20
2015/2016	35 912	30 295	534 642	18	102 710	19

(Source : DSA Tizi-Ouzou, 2016)

La totalité de la production est destinée à la production de l'huile d'olive. La filière olive de table est insignifiante à cause de la nature de la variété utilisée (à dominance Chamlel) qui est une variété d'huile d'olive.

La production et le rendement sont très fluctuants d'une année à une autre à cause du phénomène de l'alternance aggravé par l'absence de l'entretien et les mauvaises conditions climatiques (Anonyme 2, 2016).

### 1-2 L'huile d'olive

#### 1-2-1 Définition et classification des huiles d'olive

D'après (Anonyme 1, 2015), L'huile d'olive est l'huile provenant uniquement du fruit de l'olivier (*Olea europaea* L.) à l'exclusion des huiles obtenues par solvant ou par des procédés de réestérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature. Elle est commercialisée selon les dénominations et définitions ci-après :

Les huiles d'olive vierges sont les huiles obtenues du fruit de l'olivier uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions, thermiques notamment, qui n'entraînent pas d'altération de l'huile, et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration.

➤ **Les huiles d'olive vierges propres à la consommation en l'état comportent :**

- **L'huile d'olive vierge extra** : c'est l'huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,8 gramme pour 100 grammes.
- **L'huile d'olive vierge** : c'est l'huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 2 grammes pour 100 grammes.
- **L'huile d'olive vierge courante** : c'est huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 3,3 grammes pour 100 grammes.

➤ **Les huiles d'olive vierge non propre à la consommation en l'état :**

Cette huile est dénommée **huile d'olive vierge lampante** dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est supérieure à 3,3 grammes pour 100 grammes. Elle est destinée aux industries du raffinage ou à des usages techniques (Anonyme 1, 2015).

#### 1-2-2 Composition chimique de l'huile d'olive

Selon Angerosa et *al* (2004) et Kiritsakis (1993), L'huile d'olive vierge est un système chimique complexe constitué de plus de 250 composés. La composition de l'huile d'olive change selon la variété, les conditions climatiques et l'origine géographique. Les composés peuvent être classés en deux grands groupes :

- ✓ Les substances saponifiables (triglycérides, acides gras,) (de 96 à 98% de l'huile) ;
- ✓ Les substances insaponifiables (de 2 à 4% de l'huile).

### 1-2-2-1 Fraction saponifiable

#### 1-2-2-1-1 Les acides gras

Selon la norme européenne, les acides gras présents dans l'huile d'olive se trouvent sous forme d'ester de glycérol ou sous forme libre. Ce sont des monoacides linéaires à nombre pairs (majoritaires) et impairs d'atomes de carbone dont le nombre varie de 14 à 24. Se sont des molécules organiques comprenant une chaîne carbonée terminée par un groupement carboxyle. Cette chaîne carbonée peut être dépourvue de toute double liaison carbone-carbone, dans ce cas les acides gras sont dits « saturés ». Elle peut également contenir une double liaison (Acides Gras Monoinsaturés (AGMI) ou plusieurs doubles liaisons (Acides Gras Polyinsaturés AGPI).

L'acide gras majoritaire est l'acide oléique qui représente à lui seul près de 70% des acides gras. La prédominance de cet acide constitue la principale originalité de l'huile d'olive et lui confère les caractéristiques d'un corps gras mono-insaturé. Dans on trouve aussi de l'acide linoléique (oméga 6) et alpha-linolénique (oméga 3). Ces derniers sont dits « essentiels » car ils ne peuvent pas être synthétisés par l'homme et doivent donc être apportés par l'alimentation.

La composition en acide gras est très variable et dépend de la variété d'olives, la région de production et de l'année de la récolte (influence des conditions environnementales) (Daoudi et *al*, 1981).

Des normes telles que celle du Codex Alimentarius régulent cependant cette variabilité en plaçant des limites hautes et basses sur les proportions de chacun des acides gras (Tableau 5).

**Tableau 5** : Composition en acide gras d'une huile d'olive (Veillet, 2010)

Acides gras	Formule brute	Olivier et al (2003) (%)	Codex alimentarius (2003) (%)
Acide myristique	C14 :0	Tr	<0,1
Acide palmitique	C16 0	7,5-15,6	7,5-20
Acide palmitoléique	C16 :1n-7	0,3-1,9	0.3-3.5
Acide margarique	C17 :0	<0,3	<0,5
Acide margaroléique	C17 :1n-8	<0,5	<0,6
Acide stéarique	C18 :0	1,4-3,4	0,5-5

Acide oléique	C18 :1n-9	60,9-82,1	55-83
Acide vaccinique	C18 :1n-7	0,7-3,6	-
Acide linoléique	C18 :2n-6	4,5-16,1	3,5-21
Acide linoléique	C18 :3n-3	0,4-1,2	<1,5
Acide arachidonique	C20 :0	0.3-0.5	<0,8
Acide gadoléique	C20 :1n-9	0,2-0,5	-

### 1-2-2-1-2 Les triglycérides

Les triglycérides sont les véritables constituants de l'huile d'olive vierge. Ils représentent 97 % de la fraction saponifiable. Ils proviennent de l'estérification des trois fonctions alcools du glycérol par des acides gras. La présence d'une part des différents acides gras et d'autre part des trois possibilités d'estérification sur le glycérol conduit à un grand nombre de combinaisons possibles pour les triglycérides de l'huile d'olive. Les triglycérides sont couramment désignés par trois lettres correspondant aux abréviations des acides gras qui estérifient le glycérol (Tableau 6).

Les triglycérides qui se trouvent dans des proportions significatives dans l'huile d'olive sont: OOO (40-59%), POO (12-20%), OOL (12,5-20%), POL (5,5-7%) et SOO (3-7%) (Tiscornia E., Fiorina N., (1982). Aucune norme ne fixe de limite quant aux proportions de triglycérides présents dans les huiles d'olive vierge.

**Tableau 6 :** Composition en triglycérides des huiles d'olive vierge françaises (Ollivier D. et *al*, 2003).

Triglycérides	Limites (%)	Moyenne (%)
LLL	0.01-0.90	0.13
OLnL+PoLL	0.02-0.85	0.24
PLnL	0.00-0.29	0.06
LOL	0.13-6.20	1.90
OLnO+PoOL	0.52-2.46	1.36
PLnO+PPoL	0.25-1.35	0.64
LOO+LnPP	7.48-23.27	13.93
PoOO	0.14-3.21	1.10
PLO+SLL	2.16-11.71	5.57
PLP	0.00-1.53	0.46
OOO+PoPP	27.32-58.76	44.69
SLO	0.00-1.77	0.52
POO	14.69-27.65	20.03
POP	0.45-5.38	3.08
SOO	0.49-7.22	3.72
POS+SLS	0.37-3.47	0.85
PPS	0.23-1.03	0.52

### 1-2-2-2 Fraction insaponifiable

Les substances insaponifiables représentent l'ensemble des constituants (naturels) qui ne réagissent pas avec un hydroxyde alcalin pour donner des savons et qui, après saponification restent solubles dans des solvants classiques des corps gras (hydrocarbures saturés, éthers diéthylique, solvants chlorés, etc.). Ces substances représentent 2% de l'huile et constituent un mélange complexe de composés appartenant à des familles chimiques diverses.

- Les hydrocarbures.
- Les tocophérols (vitamine E).
- Les alcools triterpéniques et aliphatiques.
- Les stérols.
- Les composés phénoliques (antioxydants).
- Les chlorophylles et carotène.

L'huile d'olive se caractérise par son parfum délicat et unique. Cet arôme très particulier est dû à toute une gamme de composants présents à très faibles concentrations tels les composés aromatiques. (Ollivier. D et *al*, 2007).

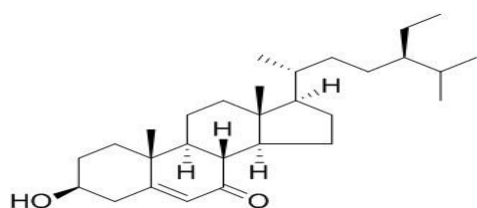
#### 1-2-2-2-1 Les stérols

Les stérols végétaux appelés phytostérols occupent la plus grande partie de la matière insaponifiable de l'huile. Constituants non glycéridiques, ils représentent en poids environ 50% de l'insaponifiable.

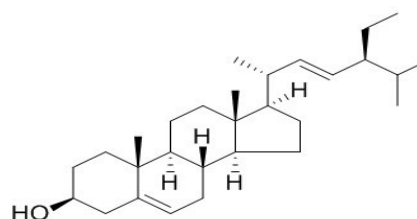
Le patrimoine en phytostérols de l'huile d'olive est singulier. En effet, c'est la seule huile qui contient un taux particulièrement élevé de  $\beta$ -sitostérol, substance qui s'oppose à l'absorption intestinale du cholestérol (Osland, 2002).

Les stérols, qui sont des composés tétracycliques, sont présents dans l'huile d'olive sous forme libre et estérifié (Graille, 2003).

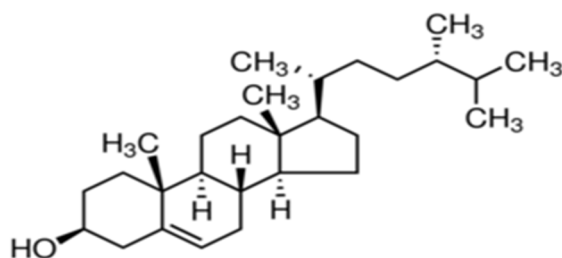
La quantité totale de stérols dans l'huile d'olive vierge extra varie de 113 à 265 mg/100g (Assman et Warburg, 2000). Nous représentons dans la Figure 2 les principaux stérols de l'huile d'olive



$\beta$ - sitostérol



Stigmastérol



Campesterol

**Figure 2** : Les principaux stérols de l'huile d'olive (Benrachou, 2013).

### 1-2-2-2-2 Les alcools

- **Les dialcools triterpéniques**

La fraction insaponifiable de l'huile d'olive contient deux composés alcooliques triterpéniques pentacycliques : l'erythrodiol et l'uvaol. La détermination de ces deux composés peut être utile pour la détection de l'huile de grignon dans l'huile d'olive vierge (Sánchez Casas. J et *al*, 2004). D'après la réglementation CE, le taux de l'erythrodiol + uvaol ne doit pas excéder 4.5% pour une huile d'olive vierge.

- **Les alcools terpéniques**

La présence d'alcools cycliques dans l'huile d'olive se limite à des taux très faibles (généralement inférieur à 5 ppm).

Ils sont présents dans l'huile d'olive à l'état libre ou bien estérifiés avec les acides gras. Parmi ces alcools nous pouvons citer, le cycloarthénol qui revêt un intérêt particulier ; il augmente l'excrétion des acides biliaires, favorisant ainsi l'élimination fécale du cholestérol.

- **Les alcools tri terpéniques**

Le composant dominant de cette famille est le 24-méthylène-cycloarthénol. On trouve aussi le cycloarthénol et la bêta-amirine.

Le premier triterpène synthétisé chez l'olivier est le cycloarthénol qui est obtenu suite à une cyclisation du squalène (López-López. A et *al*, 2008).

### 1-2-2-2-3 Les composés phénoliques

L'une des caractéristiques les plus importantes de l'huile d'olive est sa richesse en composés phénoliques (Tuck et Hayball, 2002). Ces derniers sont originaires du fruit.

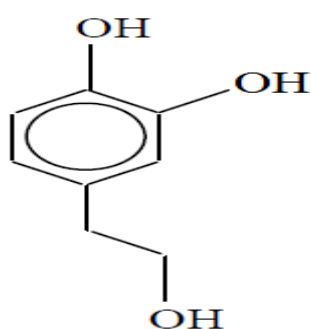
La classe des phénols regroupe toute une gamme de substances diverses dont des composés phénoliques simples comme le tyrosol et l'hydroxytyrosol (4.2 mg/100g dans l'huile d'olive vierge) (Figure 3).

Par ailleurs, l'huile d'olive contient des secoiridoïdes comme l'oleuropéine et le ligstroside (2.8mg/100g dans l'huile vierge extra), mais aussi des molécules plus complexes comme les lignanes (4.15mg/100g dans l'huile vierge extra) et des flavonoïdes comme l'apigénine ou la lutéoline (Owen *et al*, 2000).

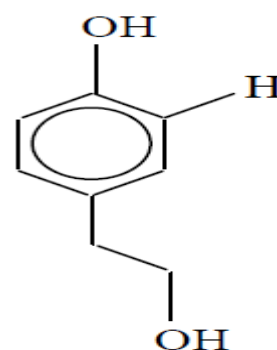
Les composés phénoliques sont transférés dans l'huile durant le processus de trituration. Ce passage se fait au niveau des tissus du fruit, mais le processus d'extraction ne fait que réduire leur concentration dans l'huile.

Ces composés sont généralement liés aux goûts amer et astringent de l'huile. D'autre part, ils contribuent largement à la stabilité de l'huile. Cette propriété trouve des applications très intéressantes dans le domaine culinaire.

Des études montrent aussi qu'ils ont des propriétés bénéfiques sur la santé humaine. En effet, ils permettent la prévention des phénomènes de vieillissement (Fedeli E, 1977).



**Hydroxytyrosol**



**Tyrosol**

**Figure 3** : Les principaux composés phénoliques de l'huile d'olive (Benrachou, 2013).

### 1-2-2-2-4 Les tocophérols

Les tocophérols appelés aussi vitamine E, sont des composés importants de l'huile d'olive. Ils contribuent à la stabilité oxydative et à la qualité nutritionnelle de l'huile. Leurs concentrations varient entre 5 et 300 ppm (Douzane et Bellal, 2005).

Parmi les tocophérols présents dans l'huile d'olive, il existe quatre formes ( $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ,  $\delta$ ) dont l' $\alpha$ -tocophérol est le plus dominant avec un pourcentage près de 88 % des tocophérols totaux. Cette forme possède la plus forte activité vitaminique et la plus active (Assman et Wahrburg, 2000).

### 1-2-2-2-5 Les hydrocarbures

Ce sont les principaux composants de la fraction insaponifiable. Le composant majeur est le squalène qui constitue 30 à 50 % de cette fraction. C'est un hydrocarbure polyénique dont la teneur est plus élevée que dans n'importe quelle autre huile végétale ou animale. Le squalène est un précurseur métabolique du cholestérol et autres stérols (Samaniego-Sanchez C. et al, 2010).

### 1-2-2-2-6 Les substances aromatiques

Les composés responsables de l'arôme délicat et unique de l'huile d'olive proviennent du fruit, et sont formés durant le broyage et le malaxage des olives (Salas et al, 2000; Angerosa et al, 2001).

Ces arômes sont un mélange de composés volatils : les aldéhydes saturés et insaturés, les alcools, les esters et les cétones (Kiritsakis, 1998; Morales et al, 2005).

La formation de certains composés volatils notamment, les composés aliphatiques en C<sub>6</sub>, se fait à partir de l'oxydation des acides gras polyinsaturés (linoléique et linoléique) grâce à l'action d'une lipoxygénase (Salas et al, 2000).

D'autres composés volatils se forment durant le métabolisme des acides gras et des acides aminés (désamination) aboutissant à la production des acides acétique et propionique, d'aldéhydes, d'alcools et d'esters (Luna et al, 2006).

### 1-2-2-2-7 Les pigments colorants

La coloration de l'huile d'olive vierge est due essentiellement à la présence de pigments colorants appartenant à la famille des caroténoïdes et chlorophylle.

#### ✓ Les pigments caroténoïdes

Les pigments caroténoïdes présent dans l'huile d'olive est le  $\beta$ -carotène (provitamine A). Ce dernier se transforme en vitamine A au cours de l'absorption intestinale (Kataja-Tuomola. M., 2008).

Le  $\beta$ -carotène présente une action vitaminique et antioxydante. Certains auteurs ont noté que les facteurs biologiques et technologiques, le système d'extraction, le mode et la durée de conservation et particulièrement la maturation du fruit influent sur la composition en pigments caroténoïdes de l'huile d'olive (Nieves Criado. M et al, 2008).

#### ✓ Les chlorophylles

L'huile d'olive est riche en pigments chlorophylliens : chlorophylles a et b qu'on retrouve naturellement dans les olives fraîches et les phéophytines a et b qui sont formés durant l'extraction de l'huile (Guandual-Rojas et Minguez-Mosquera, 1996; Schoefs, 2004). Leur présence dans l'huile

## 1. Synthèse bibliographique

---

d'olive dépend de la variété, du degré de maturité, des conditions environnementales, des procédés d'extraction et des conditions de stockage (Giuffrida *et al*, 2007).

Les travaux de Minguez-Mosquera *et al.* (1990), et Criado *et al.* (2007), montrent que la teneur en chlorophylles totaux diminue au cours de la maturation des olives et selon Garcia *et al.* (1996), ces pigments sont remplacés par les anthocyanes.

### 2-1 Matériel végétal

#### ✚ L'olivier (variété chemlal)

##### ❖ Systématique

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

Règne : Plantae

Sous règne : Tracheobionta.

Division : Magnoliophyta.

Classe : magnoliopsida

Sous-classe : Asteridae.

Ordre : Scrophulariales.

Famille : Oleaceae.

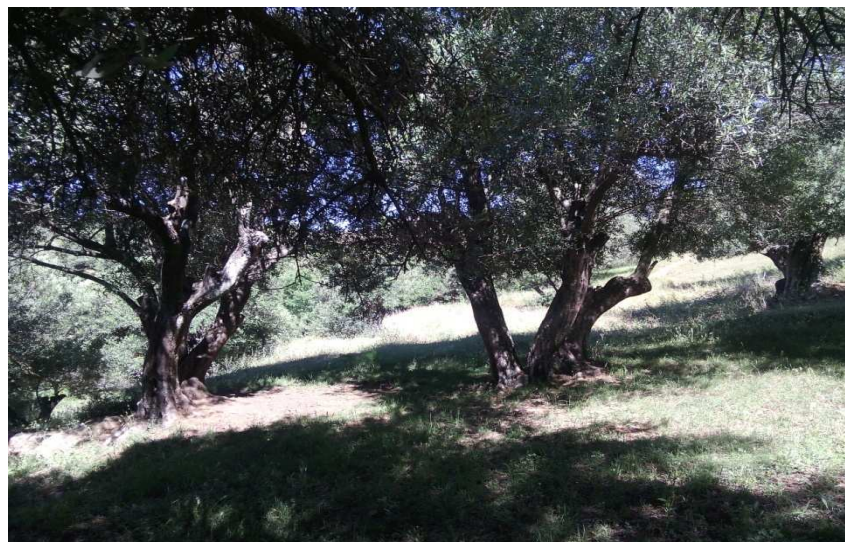
Genre : *Olea*.

Espèce : *Olea europaea*(L).1753.

##### ❖ Description de la variété chemlal

L'olivier de la variété chamlel est un arbre rustique au feuillage persistant, aux branches noueuses, à l'écorce claire et au port buissonnant. La taille peut atteindre en moyenne jusqu'à 7 mètres de hauteur, et un tronc de 1,50 mètre de diamètre. C'est un arbre à tronc droit souvent fissuré. Les feuilles de cette variété sont opposées, simples, coriaces, de forme elliptique lancéolées, de longueur moyenne, dont la couleur est verte grisâtre avec des marges lisses et un pédoncule court .Le fruit est une drupe charnue de forme allongée, asymétrique dont le sommet est pointu et sa longueur peut atteindre jusqu'à 3.5cm (Loussert et brousse, 1978).

C'est une variété tardive, autostérile. Elle est associée à d'autres variétés qui assurent sa pollinisation comme Azeradj et Sigoise. Elle est Originnaire de la Kabylie, et elle occupe 40% du verger oléicole national. C'est une Variété destinée à la production d'huile dont le rendement varie entre 18 à 22 % .Sa Productivité est élevée et peu alternante (Figure 4).



**Figure 4:** L'olivier de la variété Chamlal (Draa El Mizane) (Originale Décembre, 2015).

### **2-1-1 Récolte des olives**

Les olives de la variété chamlel ont été récoltées durant la campagne 2015-2016 dans un verger privé (altitude 700 mètres) de la daïra de Draa-El-Mizane, Wilaya de Tizi-Ouzou.

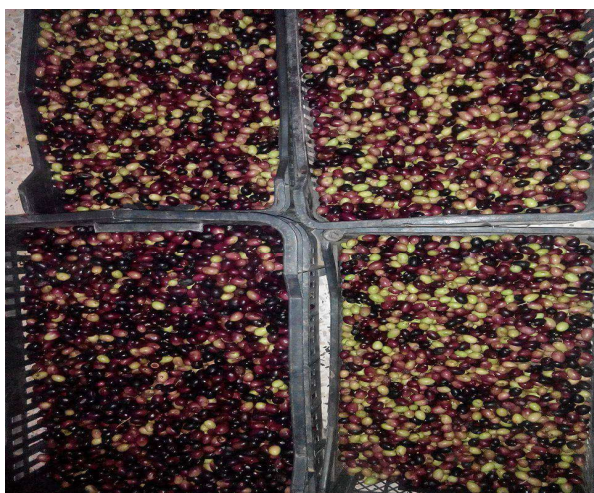
Ces olives proviennent de 11 arbres choisis aléatoirement, nous avons récolté 80 kilogrammes d'olives, à la main, et par utilisation du peigne et du filet. Les périodes de récoltes sont : la fin du mois de novembre et la fin du mois de décembre. Le transport des olives a été effectué dans des caisses en plastiques bien aérées, après triage et stockage durant 5 jours avant trituration.

## 2. Matériel et méthode

Le tableau suivant récapitule les différentes étapes de l'échantillonnage réalisé durant les deux périodes de récoltes (Tableau 7).

**Tableau 7** : Les différentes étapes réalisées au cours de l'échantillonnage

<b>Les périodes</b> <b>Etapes réalisées</b>	<b>Première période</b>	<b>Deuxième période</b>
Date de récolte des olives	29-30 Novembre	29-30 décembre
Nombre d'arbres exploités	11 arbres	11 arbres
Quantité d'olives récoltées / arbres	8kg	8 kg
moyens utilisés	A la main, avec le peigne, filet	A la main, avec le peigne, filet
Quantité d'olives destinées à la trituration	40 kg pour traditionnelle 40 kg pour moderne	40 kg pour traditionnelle 40 kg pour moderne
Durée de stockage des olives avant trituration	5 jours	5 jours



**Figure 5** : Olives (stade véraison) récoltées au mois de Novembre (Originale, 2015).



**Figure 6** : Olives mures récoltées au mois de Décembre (Originale, 2015).

### 2-1-2 Systèmes d'extraction de l'huile d'olive

Pour extraire notre huile, nous avons utilisé deux modes d'extractions : mode traditionnel et mode moderne.

#### 2-1-2-1 L'extraction traditionnelle (système discontinu) par pression

Les différentes étapes de l'extraction traditionnelle de l'huile d'olive sont illustrées dans la figure 7.

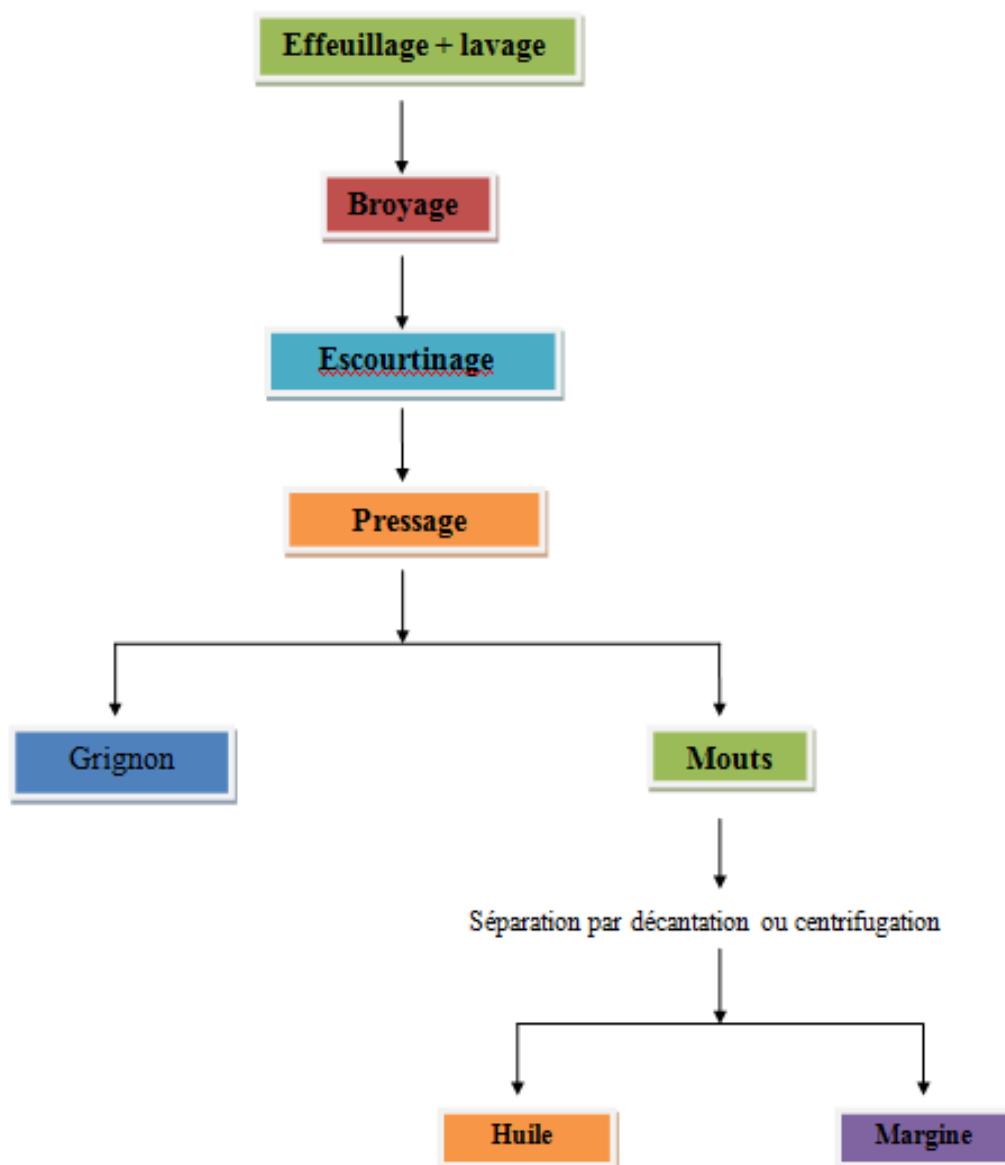


Figure 7 : Système discontinu d'extraction par presse

### 2-1-2-1-1 L'effeuillage et lavage

Cette opération a pour but de débarrasser les olives de toutes impuretés d'origine végétale (feuilles, brindilles....) ou minérale (terre, poussières, pierres et d'autres matières solides). Ces impuretés contribuent à augmenter le taux d'acidité des huiles et déprécier leurs qualités organoleptiques (odeur, saveur) (Benrachou, 2013).

### 2-1-2-1-2 Le broyage

Le broyage a pour objectif la rupture des parois cellulaires des olives. Il permet la libération des gouttelettes d'huile à l'aide d'un broyeur à meule (deux meules en granit) (figure 8). Il écrase les olives pendant 20 à 30 minutes.

La vitesse à laquelle tourne les meules est de 14 tour / minutes. Cette dernière, permet d'écraser la pulpe des olives, les noyaux mais aussi à réaliser le début du malaxage de l'ensemble de la pâte de façon simultanée (figure 9). Elle assure une homogénéité qui permet d'obtenir une finesse uniforme (Aissam, 2003 ; Sifoune, 2008).



**Figure8:** Broyage des olives à l'aide du broyeur a meules (huilerie traditionnelle d'Azazga)

(Originale, 2015).



**Figure 9:** Pate d'olive issue du broyage (huilerie traditionnelle d'Azazga) (Originale, 2015).

### 2-1-2-1-3 L'Escourtinage et pressage

La pâte issue du broyage est étalée sur les scourtins (à raison de 5 à 10 kg par scourtin) (figure 10). Ces derniers sont empilés sur le chariot du pressoir. L'application de la pression est réalisée de manière progressive (la pression est de 200 à 400 bars), elle dure au moins 45 minutes.

Le mélange eau / huile sort de l'empilement des scourtins soit par le bord extérieur, ou par l'aiguille centrale. Il est entraîné directement dans les bacs de décantation (figure 14). La phase solide, sèche, contenant 4 % d'huile, appelée aussi grignon d'olive, reste quant à elle emprisonnée dans les fibres de nylon (figure 11) (Ben hassine et *al*, 2014).



**Figure 10:** Escourtinage et pressage de la pâte d'olive issue du broyage (Originale, 2015).



**Figure 11:** Grignon d'olives sec obtenu après pressage de la pâte d'olives (Originale, 2015).

### 2-1-2-1-4 Séparation des phases liquides (décantation)

La phase liquide (huile + margine) obtenue après Escourtinage et pressage, subit une décantation dans des bacs de décantation (figure 12). Elle est basée sur la différence de densité entre les deux liquides. La phase supérieur constitué d'huile, est récupérée dans des bouteilles en plastiques et conservé à l'abri de la lumière (Ben hassine, 2014).



**Figure 12:** Décantation de l'huile d'olive (Originale, 2015)

### 2-1-2-2 Extraction par centrifugation en trois phases (système continu)

Les différentes étapes de l'extraction par centrifugation sont présentées dans la figure 13 :

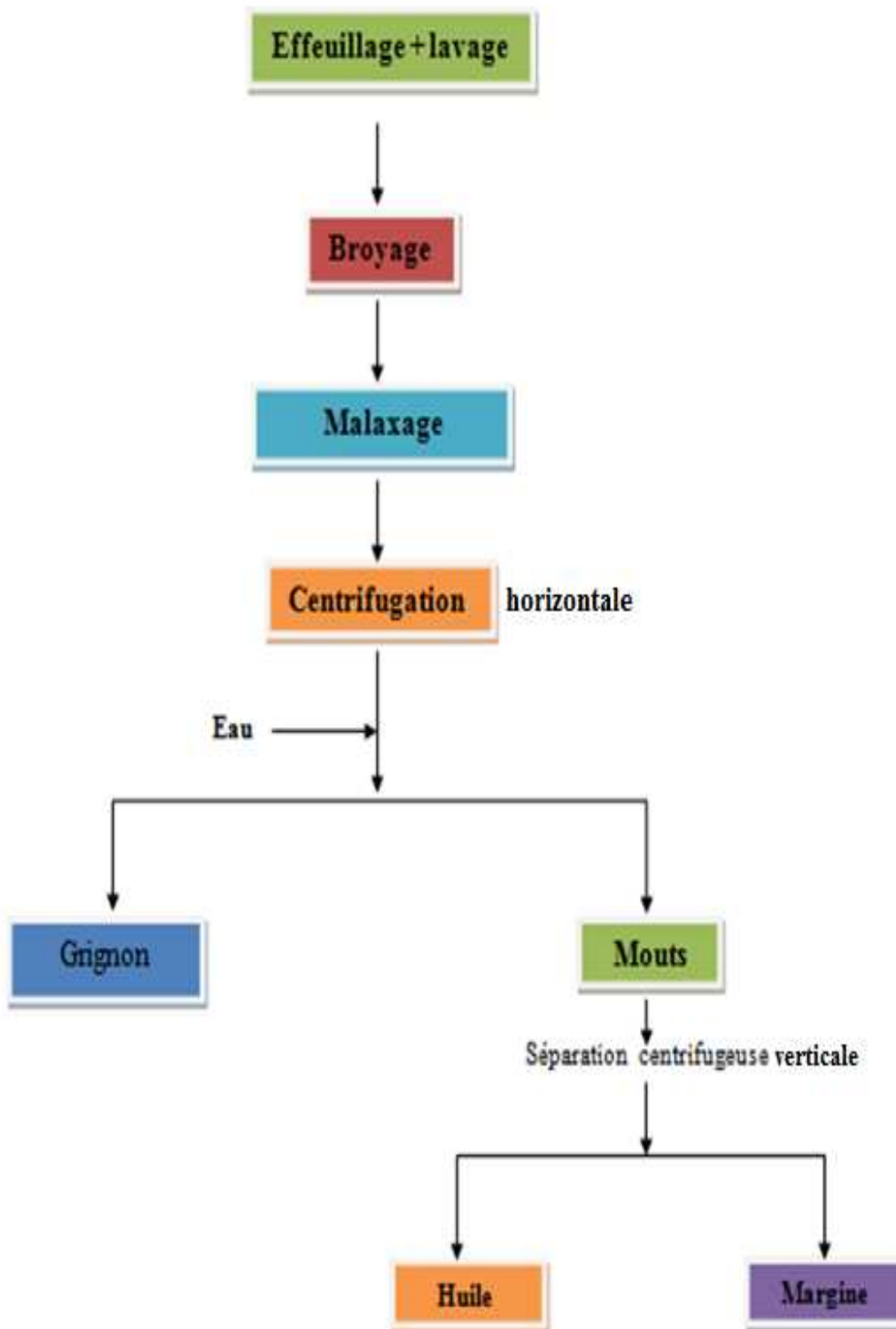


Figure 13 : Système continu d'extraction par centrifugation à trois phases.

### 2-1-2-2-1 L'effeuillage et lavage

Le procédé est le même que l'extraction par voie traditionnelle, sauf que pour l'extraction moderne, il s'effectue dans des appareils appelés effeuilleuses- laveuses (figure 14).



**Figure 14:** Effeuillage et lavage des olives (huilerie moderne de Draa El Mizane) (Originale, 2015).

### 2-1-2-2-2 Le broyage

Il est réalisé dans une cavité (non hermétique entourée d'une grille) dans laquelle tourne les bras métalliques. Le diamètre des trous de la grille est variable, il détermine la granulométrie de pâte d'olive.

Une fois broyée, les olives passent à travers la grille avant de tomber dans le bac de malaxage (Sifoun, 2008) (figure 15).



**Figure15:** Broyage des olives à l'aide d'un broyeur à disk (huilerie moderne de Draa El Mizane) (Originale ,2015).

### 2-1-2-2-3 Le malaxage

Il a pour but d'homogénéiser la pâte d'olive. Il permet la coalescence des gouttelettes d'huile.

Le malaxage se fait par rotation lente d'une vis sans fin qui va retourner continuellement la pâte. Le temps de malaxage varie en général entre 15 et 30 minutes (Figure 16).

Une fois la pâte d'olive homogénéisée et la coalescence effectuée, l'étape suivante consiste à séparer la phase solide de la phase liquide (Aissam, 2003).



**Figure 16** : Malaxage des olives (huilerie moderne de Draa El Mizane) (Originale, 2015).

### 2-1-2-2-4 Séparation des phases solides/ liquide

- **Séparation de la phase solide de la phase liquide par centrifugation horizontale**

La pâte est soumise à une centrifugation horizontale. Elle permet de séparer les grignons de la phase liquide (huile + margine) (figure 17, 18).



**Figure 17** : Centrifugation horizontale de la phase liquide (huilerie moderne de Draa El Mizane) (Originale, 2015)



**Figure 18** : Les grignons d'olives (huilerie moderne de Draa El Mizane) (Originale, 2015).

- **Séparation des deux phases liquides par centrifugation verticale**

Les deux phases n'ayant pas été bien séparées dans la centrifugeuse horizontale, sont envoyées à la centrifugeuse verticale. La densité différente des deux liquides (huile + margine) permet la séparation des deux phases pour obtenir en final : L'huile, les margines, et le grignon (figures 19 et 20) (Aissam, 2003).



**Figure 19** : Huile d'olive après centrifugation

(Huilerie moderne de D.E.M)

(Originale, 2015)



**Figure 20** : Margines après centrifugation

(Huilerie moderne de D.E.M)

(Originale, 2015)

### 2-2 Méthode d'analyses physico-chimiques de l'huile d'olive

#### 2-2-1 les caractéristiques chimiques

##### 2-2-1-1 Indice d'acide (IA)

L'acidité est le pourcentage d'acides gras libres contenus dans un corps gras. Elle s'exprime en pourcentage d'acide oléique pour les huiles d'olive. Elle est déterminée selon la méthode décrite dans le règlement CEE /2568/91 relatifs aux caractéristiques des huiles d'olives. Après dissolution de 2 g d'huile dans 50 ml de solvants organiques (25 ml d'éthanol et 25 ml d'éther éthylique) et d'un indicateur coloré (phénolphaléine). La solution vire au rose persistant pour un volume de NaOH correspondant à l'équilibre acido-basique. Un essai témoin (sans matières grasses) a été réalisé dans les mêmes conditions.

L'acidité est exprimée en pourcentage en poids d'acide oléique, elle est égale à :

$$A(\%) = \frac{282.5 * N * V * 100}{P * 1000}$$

**282.5** : masse molaire de l'acide oléique.

**N**: normalité de la solution titrer NaOH (0.1N).

**V** : volume ml de NaOH titré.

**P**: masse (g) de la prise d'essaie.

##### 2-2-1-2 Indice de peroxyde (IP)

L'indice de peroxyde d'un corps gras représente le nombre de milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme de corps gras. Il est utilisé pour évaluer le degré d'oxydation des huiles. Il est déterminé conformément à la norme AFNOR NF T60-220 de décembre 1968.

Une prise de 2 g d'huile est mise en solution dans 10 ml de chloroforme, 15 ml d'acide acétique et 1ml d'une solution saturée d'iodure de potassium sont ajoutés. Après réaction pendant 5 min à l'obscurité, 75 ml d'eau distillée sont ajoutés et l'iode libéré est titré par une solution de thiosulfate de sodium 0,01 N en présence d'empois d'amidon comme indicateur. Un essai témoin (sans matières grasses) est réalisé dans les mêmes conditions.

L'indice de peroxyde IP est déterminé selon la formule :

$$IP = \frac{(V - V_0) * N}{P} * 1000 \text{ en milliéquivalents/kg}$$

V<sub>0</sub> : volume (ml) de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (0.01N) nécessaire pour titrer l'essai à blanc.

V : volume (ml) de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (0.0 IN) nécessaire pour titrer l'échantillon.

P : prise d'essai (g) de l'échantillon

### 2-2-1-3 Indice d'iode (I<sub>2</sub>)

L'indice d'iode est la masse d'iode en gramme nécessaire pour saturer les doubles liaisons contenues dans 100 g de matière grasse. Cette méthode est utilisée pour déterminer quantitativement l'insaturation globale d'huile d'olive.

La détermination de l'indice d'iode a été effectuée selon la méthode décrite par Thyrsine en 1980.

Pour cela, Une prise de 0,2 g d'huile est mise dans un ballon à fond plat à laquelle on ajoute 10 ml d'éthanol pur suivi d'une agitation. Puis nous additionnons 10ml d'iode 0.2 N et nous agitons afin de bien dissoudre. Nous ajoutons ensuite 30 ml d'eau distillée puis nous fermons le ballon par son bouchon en verre et nous agitons pendant 5 min. Puis nous ouvrons le bouchon et nous rinçons les parois du ballon avec très peu d'eau distillée contenue dans une pissette.

Nous titrons alors le contenu du ballon placé sous une burette graduée remplie de thiosulfate de Na 0,1 N jusqu'à l'apparition d'une coloration jaune ensuite en verse 1ml de la solution d'empois d'amidon au mélange dont la couleur vire au bleu violet foncé. La titration se poursuit jusqu'à la disparition de cette coloration bleu violet foncé. En parallèle un essai à blanc est réalisé sans le corps gras.

Indice d'iode est donnée par la formule:

$$Ii_2 = \frac{(V_1 - V) * 0.0127}{M} * 100$$

V<sub>1</sub> : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc en ml.

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

M : poids de la prise d'essai.

0.0127: nombre de gramme d'iode correspondant à 1 ml de thiosulfate.

### 2-2-1-4 Indice de saponification (IS)

L'indice de saponification correspond aux nombres de milligrammes de potasse nécessaires pour saponifier les acides gras contenus dans un gramme de matière grasse. Il est déterminé suivant la norme NF T60 – 206 de novembre 1975, dont le principe est le suivant :

Une saponification de 2 g d'huile avec 25 ml de KOH éthanolique (0.5 N), le tout est porté sous ébullition à reflux pendant une heure. L'excès d'alcalis est dosé par le chlorure de sodium (HCL 0.5 N) avec l'utilisation de phénophtaléine comme indicateur coloré.

L'indice de saponification est calculé en utilisant la relation suivante :

$$IS = \frac{(VT - VE) * C * M}{P}$$

VT : Volume en ml de HCL utilisé pour l'essai à blanc.

VE : Volume en ml de HCL utilisé pour l'échantillon à analyser.

C : concentration de la solution d'acide chlorhydrique en mol/l (0.5mol/l).

M : masse molaire du KOH en g/mol (56.1g/mol).

p : prise d'essai en g.

### 2-2-1-5 Teneur en chlorophylle et en caroténoïdes

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

La détermination de la teneur en chlorophylle et en caroténoïde a été effectuée conformément à la méthode décrite par Minguez-mosquera et al (1996). Elle consiste à dissoudre 7,5 g d'huile dans 25 ml de cyclohexane. A la fin, nous avons effectué une lecture sur le spectrophotomètre à 670 nm et à 470 nm.

Les teneurs en chlorophylles et en caroténoïdes exprimées en mg/kg, sont données par les formules suivantes :

$$\text{Chlorophylle en (mg/kg)} = \frac{A(670) \cdot 10^6}{613 \cdot 100 \cdot d}$$

$$\text{Caroténoïdes en (mg/kg)} = \frac{A(470) \cdot 10^6}{2000 \cdot 100 \cdot d}$$

**A** : absorbance à la longueur d'onde indiquée.

**d** : épaisseur de la cuve en cm (1 cm).

### 2-2-1-6 Détermination de la teneur en composés phénoliques

Le dosage des composés phénoliques a été effectué à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible. La concentration en composés phénoliques est déterminée en utilisant le réactif de Folin-Ciocalteu. Ce dernier est constitué de phosphomolybdique et d'acide phosphorique qui sont réduits par les composés phénoliques pour donner une coloration bleue (en milieu alcalin). L'intensité de la coloration est directement proportionnelle à la concentration des polyphénols présents dans l'échantillon. L'absorbance est mesurée à 750 nm.

Les résultats sont exprimés en mg d'acide gallique par kg de l'huile en se référant à une courbe étalon obtenue à partir des concentrations croissantes d'acide gallique allant de 0mg/kg à 10mg/kg .

L'extraction et l'estimation de la teneur en composés phénoliques a été réalisée selon la méthode utilisée par Favati et *al* (1994).elle est décrite comme suit :

Nous avons pesé 2,5 g d'huile, et ajouté 5 ml d'hexane et 5 ml de la solution méthanol/eau (5/95)

Nous avons agité vigoureusement pendant 2 mn et nous avons laissé reposer jusqu'à séparation de deux phases (environ 5 mn).

Nous avons récupéré 5 ml de la phase aqueuse, à l'aide d'une pipette, dans laquelle se trouvent les composés phénoliques.

Nous avons ajouté 0,5 ml du réactif de folin- ciocalteu, et nous l'avons laissé reposer 3 mn, puis nous avons introduit 5 ml d'eau distillé et 1 ml de la solution de bicarbonate de Sodium, puis nous l'avons laissé reposer environ 1 heure à l'abri de la lumière.

Dans des fioles de 20 ml, nous avons introduit 2ml d'extrait phénolique, 5 ml d'eau distillée et 0,5 ml de réactif de Folin-Ciocalteu. Après 3 min, 4 ml de solution de carbonate de sodium (10%) sont ajoutés et ajuster à 20 ml avec de l'eau distillée. Après 90 min

d'incubation à l'obscurité, le mélange est filtré et l'absorbance est mesurée au spectrophotomètre à 750 nm.

La concentration en composés phénoliques des extraits de l'huile est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage (Figure 27) obtenue en utilisant l'acide gallique.

### 2-2-2 Les caractéristiques physiques

#### 2-2-2-1 L'absorbance par spectrophotomètre

Cette méthode consiste à déterminer les absorbances à 232 nm et à 270 nm qui correspondent au maximum d'absorbance des hydroperoxydes et des produits secondaires d'oxydation.

L'extinction spécifique est déterminée selon la méthode décrite par le COI (1996).

Après filtration des échantillons d'huiles à travers le sulfate de sodium anhydre, une masse de 0,25 g est introduite dans une fiole de 25 ml et le cyclohexane est ajouté jusqu'au trait de jauge. L'absorbance des échantillons d'huiles filtrées est mesurée à deux longueurs d'ondes 232 et 270 nm.

Les coefficients d'extinction à 232 et 270 nm sont exprimés par l'équation suivante :

$$A = \frac{E\lambda}{C \times S}$$

$A_{\lambda}$  = Extinction spécifique à la longueur d'onde  $\lambda$ .

$E_{\lambda}$  = Densité optique à la longueur d'onde  $\lambda$ .

C = Concentration de la solution. (g/100 g)

S = Epaisseur de la cuve (1 cm).

#### 2-2-2-2 La Teneur en eau (humidité)

Le principe consiste à chauffer une prise d'essai à  $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$  dans une étuve isothermique jusqu'à un poids constant.

La détermination de la teneur en eau a été effectuée conformément à la norme ISO 662, 1996. Nous avons d'abord procédé au séchage d'un bécher dans l'étuve à  $103^{\circ}$  pendant 30 mn. Après refroidissement, Nous avons pesé m0. 20g d'huile sont ensuite introduites dans un

bécher préalablement taré (m1). Ce dernier, contenant l'huile d'olive, est placé dans une étuve pendant 1 heure à 103°C. Puis, laisser refroidir dans un dessiccateur et peser (m2). Enfin, cette opération est répétée jusqu'à l'obtention d'un poids constant.

La teneur en eau est calculée selon la formule suivante :

$$H\% = \frac{m1 - m2}{m1 - m0} * 100$$

m0: masse (g) du bécher vide.

m1: masse (g) du bécher avec la prise d'essai avant le chauffage à l'étuve.

m2 : masse (g) du bécher avec la prise d'essai après le chauffage à l'étuve.

### 2-2-2-4 La viscosité

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

La détermination de la viscosité a été effectuée conformément à la norme ISO 662, 1996. Le principe consiste à remplir le tube du viscosimètre d'huile d'olive tout en évitant la formation des bulles d'air. Puis nous avons mis le tube en position horizontale. Ensuite redresser le viscosimètre en position verticale doucement en faisant attention à la bille et mettre le chronomètre en position de démarrage. Une fois la bille atteint le trait supérieur dans le viscosimètre, nous avons déclenché le chronomètre et nous avons suivi la chute de la bille. Dès qu'elle avait atteint le trait inférieur du viscosimètre, nous avons arrêté le chronomètre et nous avons enregistré le temps en secondes (t).

La viscosité est exprimée par la formule suivante :

$$\mu = K (p_f - p) * t$$

$\mu$  : la viscosité en Centipoise.

$p_f$  : la densité de la balle de métal qui est égale à 8,02g/ml

$p$  : densité de l'huile (g/ml).

t : le temps de descente en minute.

K : constante du viscosimètre qui est égale à 35.

### 2-3 Analyse des esters méthyliques des acides gras

## 2. Matériel et méthode

L'analyse des esters méthyliques des acides gras a été effectuée à l'E.N.S.A d'El Harrach, par chromatographie en phase gazeuse (CPG) à l'aide d'un chromatographe Chrompack CP 9002.

Les esters méthyliques sont préparés selon la norme internationale E.C. (2002), relative aux corps gras d'origine animale et végétale. Un échantillon de 0,5 g d'huile est dissout dans 5 ml d'hexane. Puis nous avons ajouté 0,5 ml d'une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium 2 N préalablement préparée. Nous avons agité pendant 30 secondes, puis centrifugeons à 3000 tours/min. 2 gouttes du surnageant sont prélevées et mélangées avec 1 ml d'hexane.

Un volume de 1 µl des esters méthyliques est injecté dans un chromatographe en phase gazeuse de type Chrompack C 9002 dont les conditions d'analyses sont décrites dans le tableau 8.

**Tableau 8** : Conditions opératoires pour l'analyse des esters méthyliques

Chromatographe	Chrompack CP 9002
Détecteur FID	280°C
Injecteur SPLIT1/100	250°C
Gaz vecteur	Azote
Colonne Capillaire Cp	Sil 8 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
Quantité injectée	0.5ul
Four	190°C

Les acides gras sont identifiés en fonction de leur temps de rétention au niveau de la colonne par comparaison à des acides gras étalons. La détermination de la teneur de chaque acide gras identifié est faite par le calcul des aires des pics correspondant.

### **2-4 Analyse statistique des données**

Chaque test est réalisé en trois essais et les résultats représentent la moyenne des trois mesures. Une étude statistique a été réalisée pour la comparaison des résultats et la mise en évidence des différences significatives entre les échantillons, et ce, pour chaque paramètre en appliquant une analyse de la variance (ANOVA) suivie du test de Newman-Keuls à l'aide d'un logiciel STATISTICA 5.5. Le degré de signification des résultats est pris à la probabilité  $p < 0,05$ .

### 3- Résultats et discussion

#### 3-1 Caractéristiques physico-chimiques des huiles d'olive

##### 3-1-1 Les paramètres chimiques

##### 3-1-1-1 L'indice d'acidité

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

Les valeurs moyennes de l'indice d'acidité des huiles d'olive étudiées sont présentées dans le Tableau 9.

Les résultats montrent que les huiles d'olive issue de l'extraction traditionnelle ont enregistré des taux d'acidité élevée pour les deux périodes de récolte (4.17et 3,2%). Selon le C.O.I (2003), ces huiles sont lampante, courante puisque leurs taux d'acidité est supérieur à 3,3 et l'autre  $\leq 3,3\%$  respectivement.

**Tableau 9** : Taux d'acidité des huiles d'olive étudiées

Huiles / paramètre	Décembre traditionnelle	Janvier traditionnelle	Décembre moderne	Janvier moderne
Acidité (%)	4.17±0.29	3.23±0.06	1.83±0.06	1.93±0.06
Normes C.O.I	$\leq 0,8$ pour l'huile extra vierge. $\leq 2$ pour l'huile vierge. $\leq 3.3$ pour l'huile courante. $> 3.3$ pour l'huile lampante.			

L'acidité élevée de ces huiles peut être expliqué par le système de trituration utilisé. Les huiles provenant des systèmes de pression ont une acidité plus élevée que celles du système de centrifugation.

Ceci peut être dû à un contact de l'huile en formation avec les margines ; ce qui favorise le processus d'hydrolyse des triglycérides et libération des acides gras (Sifi et *al.*, 2001 ).

Nous pouvons également relier cette acidité élevée à l'état sanitaire des scourtins utilisés. En effet, les fibres des scourtins retiennent toujours des résidus de pate. Ces derniers s'altèrent facilement sous l'effet des moisissures ou de l'oxydation.

Par contre les huiles extraites par le système de centrifugation présentent des taux d'acidités de 1.83 % pour le mois de décembre et de 1.93 % pour le mois de Janvier. Ces huiles

d'olive présentent une acidité inférieure à 2%. Elles sont classées dans la catégorie des huiles d'olive vierges.

Nous remarquons une légère augmentation de l'acidité durant la maturation. Elle résulte d'une hydrolyse des triglycérides provoquée par l'action des enzymes libérées lors de la maturation des fruits (Salvador *et al*, 2001; Matos *et al*, 2007b).

Les résultats de l'analyse de la variance à deux critères de classification ont montré qu'il ya un effet très hautement significatif pour le facteur date de récolte ( $P=0.0005$ ) et mode d'extraction ( $P=0.0000$ ), et un effet hautement significatif pour l'interaction des deux facteurs ( $P=0.0016$ ) (Annexe 1).

Le Test de NEWMAN et KEULS, au seuil de signification de 5%, classe les huiles analysés en deux groupes homogènes : l'huile extraite par le système traditionnelle est classée dans le groupe (A) et celle extraite par le système moderne dans le groupe (B). Pour le facteur date de récolte, l'huile extraite en mois de décembre est classée dans le groupe (A) et celle extraite en mois de janvier dans le groupe (B) (Annexe 2).

#### 3-1-1-2 L'indice de peroxyde

Les valeurs de l'indice de peroxyde, représentées dans le tableau 10 sont variables allant de 14,5 meq O<sub>2</sub> /kg pour l'huile d'olive de janvier moderne à 20,83meq O<sub>2</sub>/kg pour l'huile d'olive de décembre traditionnelle (Tableau 10).

**Tableau 10** : Taux moyen de l'indice de peroxydes des échantillons d'huiles d'olive analysées

Huiles / Paramètre	Décembre traditionnelle	Janvier traditionnelle	Décembre moderne	Janvier moderne
Indice de peroxyde (meq O <sub>2</sub> /kg)	20.83±0.29	18.67±1.15	18±0.00	14.50±0.87
Normes C.O.I	≤20 méq d'O <sub>2</sub> actif/kg			

Les huiles d'olive extraite par le système moderne durant les deux périodes de récolte (décembre et janvier) et celle extraite par le système traditionnel durant la première période de récolte présentent un indice de peroxyde qui répond aux normes du C.O.I (2003) ( $\leq 20$  meq O<sub>2</sub>/kg). Tandis que l'huile extraite en décembre par voie traditionnelle présente un degré d'oxydation légèrement élevée (20,83 meq d'O<sub>2</sub>/kg,) et non conforme aux normes établies par le C.O.I (2003). L'augmentation de l'indice de peroxyde peut être attribuée à la teneur élevée en

acides gras libres, qui s'oxydent en présence de l'oxygène pour donner des peroxydes (produits primaires d'oxydation) (Ben Tekaya, 2005).

Les résultats de l'analyse de la variance à deux critères de classification ont montré qu'il ya un effet très hautement significatif pour les deux facteurs (la date de récolte ( $P=0.0001$ ) et le mode d'extraction ( $P=0.0002$ )), et un effet significatif pour l'interaction de ces deux facteurs ( $P=0.0102$ ) (Annexe 3).

Le Test de NEWMAN et KEULS, au seuil de signification de 5%, classe les huiles analysés en deux groupes homogènes, l'huile extraite par le système traditionnelle est classée dans le groupe (A) et celle extraite par le système moderne dans le groupe (B), et pour le facteur date de récolte, l'huile extraite en mois de décembre est classée dans le groupe (A) et celle extraite en mois de janvier dans le groupe (B) (Annexe 4).

#### 3-1-1-3 L'indice d'iode

L'indice d'iode des échantillons d'huiles analysées, sont conformes à la norme établie par le COI, 2003 (75-96g/100g d'olive) (Tableau 11).

**Tableau 11:** Résultats de l'indice d'iode des échantillons d'huile d'olive analysés

Huiles Paramètre	Décembre traditionnelle	Janvier traditionnelle	Décembre moderne	Janvier moderne
Indice d'iode (g/100gd'olive)	93.56±0.73	80.85±5.90	95.46±0.36	74.29±0.64
Normes C.O.I	75-96g/100g d'olive			

Nous pouvons déduire que les huiles étudiés 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.

Les résultats de l'analyse de la variance à deux critères de classification ont montré qu'il n'ya pas d'effet significatif pour le facteur mode d'extraction ( $P=0.213$ ), et un effet très hautement significatif pour le facteur date de récolte ( $P=0.0000$ ), ainsi un effet significatif pour leurs interactions ( $P=0.0390$ ) (Annexe 5).

Le Test de NEWMAN et KEULS, au seuil de signification de 5%, classe les huiles analysées en deux groupes homogènes : l'huile extraite par le système traditionnelle est classée dans le groupe (A) et celle extraite par le système moderne dans le groupe (B) (Annexe2).

Concernant le facteur date de récolte, l'huile extraite en mois de décembre est classée dans le groupe (A) et celle extraite en mois de janvier dans le groupe (B) (Annexe 6).

#### 3-1-1-4 L'indice de saponification

Les résultats des indices de saponification ont montré que les huiles extraites en décembre par les deux modes d'extraction (moderne et traditionnel) et celle obtenue en Janvier par le système d'extraction moderne sont conforme aux normes de C.O.I (184-196). Par contre l'indice de saponification de l'huile d'olive extraite au mois de Janvier par le système traditionnel, est très élevées (202,42) (Tableau 12).

**Tableau 12** : Résultats d'indice de saponification des échantillons analysés

Huiles Paramètre	Décembre traditionnelle	Janvier traditionnelle	Décembre moderne	Janvier moderne
Indice de saponification	184,24±2,81	202,42±1,62	184,59±8,13	196,35±1,41
Normes C.O.I	184-196			

Selon (LION, 1955), l'indice de saponification d'un corps gras est d'autant plus élevé que la chaîne carbonée des acides gras est courte.

Les résultats de l'analyse de la variance à deux critères de classification ont montré qu'il n'ya pas d'effet significatif pour le facteur mode d'extraction ( $P=0,9584$ ), un effet très hautement significatif pour le facteur date de récolte ( $P=0,0001$ ). Et un effet significatif pour l'interaction des deux facteurs ( $P=0,0401$ ) (Annexe 7).

Le Test de NEWMAN et KEULS, au seuil de signification de 5%, classe les huiles analysées en deux groupes homogènes : l'huile extraite par le système traditionnelle est classée dans le groupe (B) et celle extraite par le système moderne dans le groupe (A) (Annexe2), pour le facteur date de récolte, l'huile extraite en mois de décembre est classée dans le groupe (B) et celle extraite en mois de janvier dans le groupe (A) (Annexe 8).

**3-1-1-5 La teneur en pigments chlorophylliens**

Les teneurs les plus élevée en chlorophylle sont enregistrées par les huiles issues des olives récoltés au mois de décembre (3,78 ppm et 2,02 ppm). Les huiles issues des olives récoltées au mois de Janvier, donnent quant à elles, des valeurs très faibles (1,82 ppm, 1,44 ppm) (Tableau 13).

**Tableau 13** : Les teneurs en chlorophylle des huiles d’olive étudiés

Huiles Paramètre	Décembre traditionnelle	Janvier traditionnelle	Décembre moderne	Janvier moderne
Chlorophylle (ppm)	3,78± 0.18	1,44±0.05	2,08± 0.18	1.82±0.17
Normes C.O.I	1-27ppm			

Cette diminution est due à la dégradation de la chlorophylle sous l’action des chlorophyllases en phéophytines qui confère à l’huile sa couleur jaune. Des études ont démontré que ces chlorophylles pigments majoritaires dans les olives, se dégradent rapidement au cours de la maturité des olives (Benrachou, 2013).

Les résultats de l’analyse de la variance à deux critères de classification ont montré qu’il ya un effet très hautement significatif pour les deux facteurs (la date de récolte (P=0.0004) et le mode d’extraction (P=0.00004)), et de même pour l’interaction des deux facteurs (P=0.0000) (Annexe 9).

Le Test de NEWMAN et KEULS, au seuil de signification de 5%, classe les huiles analysées en deux groupes homogènes : l’huile extraite par le système traditionnelle est classée dans le groupe (A) et celle extraite par le système moderne dans le groupe (B).Concernant le facteur date de récolte, l’huile extraite en mois de décembre est classée dans le groupe (A) et celle extraite en mois de janvier dans le groupe (B) (Annexe 10).

**3-1-1-6 La teneur en caroténoïdes**

La teneur en caroténoïdes des huiles d’olive étudiées sont faibles. Nous avons enregistré des valeurs de l’ordre de 1,11mg/Kg à 2.75 mg/Kg, respectivement, pour l’huile de décembre traditionnelle et l’huile de janvier moderne (Tableau 14).

**Tableau 14:** Teneur en caroténoïdes des huiles d'olive étudiées

Huile Paramètre	Décembre traditionnelle	Janvier traditionnelle	Décembre moderne	Janvier moderne
Caroténoïdes (ppm)	1.11± 0.06	2±0.14	2,7±0.15	2.75±0.13
Normes C.O.I	2-14 ppm			

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

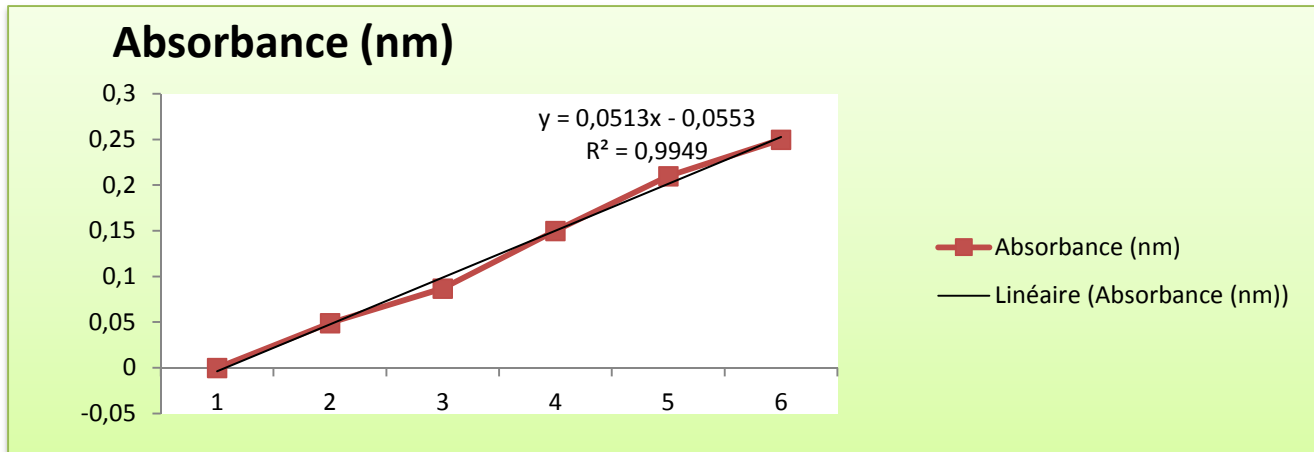
La teneur en caroténoïdes pour l'ensemble des échantillons est très faible (1,1-2,75 ppm). Ceci peut être lié au caractère variétal. Les travaux de Roca et Minguez-Mosquera (2001), notent que la teneur en caroténoïdes dépend de la variété. Elle entraîne une perte graduelle qui devient plus prononcée avec l'augmentation de la synthèse des anthocyanes.

Les résultats de l'analyse de la variance à deux critères de classification ont montré qu'il ya un effet très hautement significatif pour les deux facteurs (la date de récolte ( $P=0.0000$ ) et le mode d'extraction ( $P=0.0003$ )). Et de même pour l'interaction des deux facteurs ( $P=0.0005$ ) (Annexe 11).

Le Test de NEWMAN et KEULS, classe les huiles analysées en deux groupes homogènes : l'huile extraite par le système traditionnelle est classée dans le groupe (B) et celle extraite par le système moderne dans le groupe (A). Pour le facteur date de récolte, l'huile extraite en mois de décembre est classée dans le groupe (B) et celle extraite en mois de janvier dans le groupe (A) (Annexe 12).

3-1-1-7 La teneur en polyphénols

Avant de procéder à la détermination de la teneur en composés phénoliques, nous avons établi la courbe d'étalonnage en utilisant l'acide gallique comme composé de référence. Cette courbe est présentée dans la Figure 21.



**Figure 21:** Courbe d'étalonnage pour le dosage des composés phénoliques.

D'après les résultats obtenus, la teneur en composés phénoliques des huiles d'olive analysées est faible, le taux varie entre (28.60 et 50,86 mg/kg). Selon Anonyme 3, (2013), l'huile d'olive extra vierge doit contenir 153 à 694 mg/kg (Tableau15).

**Tableau 15 :** Taux moyen des polyphénols des huiles d'olive analysées

Huile / Paramètre	Décembre traditionnelle	Janvier traditionnelle	Décembre moderne	Janvier moderne
Teneur en polyphenols(ppm)	50.86± 2.37	33.56±2.48	36.43±2.79	28.13±8.60
Normes C.O.I	153-694 ppm			

Les teneurs les plus élevées en polyphénols sont enregistrées dans l'huile extraite par le système traditionnel. Nous pensons que cette variation est due au mode d'extraction. Cette technique (extraction traditionnelle), utilise beaucoup moins d'eau pour la dilution de la pâte contrairement au système moderne qui a enregistré de faibles valeurs (28,13 ppm).

Le taux des polyphénols au cours de la maturation a révélé une diminution (soit 50 ppm en décembre à 33 ppm en janvier). Ceci peut être dû à la diminution de l'activité de la PAL durant le processus de maturation des olives, tel rapporté par Tavor et al (2002).

Les résultats de l'analyse de la variance à deux critères de classification ont montré qu'il ya un effet très hautement significatif pour les deux facteurs étudiés : (la date de récolte (P=0.0078) et le mode d'extraction (P=0.0020)), et un effet non significatif pour l'interaction des deux facteurs (P=0.1504) (Annexe 13).

Le Test de NEWMAN et KEULS, au seuil de signification de 5%, classe les huiles analysées en deux groupes homogènes, l'huile extraite par le système traditionnelle est classée dans le groupe (A) et celle extraite par le système moderne dans le groupe (B) (Annexe2). Concernant le facteur date de récolte, l'huile extraite en mois de décembre est classée dans le groupe (A) et celle extraite en mois de janvier dans le groupe (B) (Annexe 14).

#### 3-1-2 Les paramètres physiques

##### 3-1-2-1 La viscosité

La viscosité des huiles extraites par le système moderne pour les deux périodes de récoltes sont dans les normes établis par le COI (79 centpoise). Contrairement à ceux obtenus pour les huiles extraites par le système traditionnel qui présente des valeurs non conforme à la norme du COI (89,67 centpoise) (Tableau 16).

**Tableau 16** : Les valeurs moyennes de la viscosité des échantillons d'huiles analysées.

Huile / Paramètre	Décembre traditionnelle	Janvier traditionnelle	Décembre moderne	Janvier moderne
Viscosité (centipoise)	89.67 ± 0.58	80.33 ± 1.53	79 ± 0.31	79 ± 1.15
Normes C.O.I	75-79 centpoise			

Les résultats de l'analyse de la variance à deux critères de classification ont montré qu'il n'ya pas d'effet significatif pour le facteur date de récolte (P= 0.0931), et un effet très hautement significatif pour le facteur mode d'extraction (P=0.0008), et de même pour l'interaction des deux facteurs (P=0.0008) (Annexe 15).

Le Test de NEWMAN et KEULS, au seuil de signification de 5%, classe les huiles analysés en deux groupes homogènes : l'huile extraite par le système traditionnelle est classée dans le groupe (A) et celle extraite par le système moderne dans le groupe (B). Pour le facteur date de récolte, l'huile extraite en mois de décembre est classée dans le groupe (A) et celle extraite en mois de janvier dans le groupe (B) (Annexe 16).

3-1-2-2 l'humidité

Les résultats de l'humidité des huiles d'olive analysées sont représentés dans le Tableau 17.

**Tableau 17** : Valeurs moyennes de l'humidité des huiles d'olive analysées

Huile Paramètre	Décembre traditionnelle	Janvier traditionnelle	Décembre moderne	Janvier moderne
Humidité (%)	0.22±0.01	0.11±0.02	0.07±0.02	0.10±0.01
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 vierge lampante : ≤0,3			

D'après les résultats obtenus dans le Tableau 17, nous remarquons des teneurs en eau conforme aux normes d'huile d'olive vierge fixées par le C.O.I (2003), mis à part celle extraite au mois de décembre par le système traditionnel (0.22%), cette dernière à un taux d'humidité non conforme aux normes du COI (≤0,2). Cette variation peut être dû à l'addition de quantités élevées d'eau au cours du pressage. L'eau ajoutée n'a donc pas été complètement éliminé lors de la décantation de l'huile (Benrachou, 2013).

Les résultats de l'analyse de la variance à deux critères de classification ont montré qu'il ya un effet très hautement significatif pour les deux facteurs (la date de récolte (P=0.0000) et le mode d'extraction (P=0.0005)), et un effet très hautement significatif pour leur interaction (P=0.0016) (Annexe 17).

Le Test de NEWMAN et KEULS, au seuil de signification de 5%, classe les huiles analysées en deux groupes homogènes : l'huile extraite par le système traditionnelle est classée dans le groupe (A) et celle extraite par le système moderne dans le groupe (B). Pour le facteur date de récolte, l'huile extraite en mois de décembre est classée dans le groupe (A) et celle extraite en mois de janvier dans le groupe (B) (Annexe 18).

#### 3-1-2-3 L'absorbance dans l'ultraviolet

Les valeurs minimales du coefficient  $K_{232}$  sont obtenues pour l'huile extraite en moins de décembre et janvier extraite par le système moderne (2,544-2,541), qui sont conforme à la norme du COI ( $\leq 2,6$ ) et les valeurs maximales pour l'huile de décembre et janvier extraite par le système traditionnelle (2,956-2,633).

Quant au coefficient  $K_{270}$ , les valeurs se situent entre 0,251 et 0,185 pour les huiles extraites par le système moderne et entre 0,492 et 0,310 pour les huiles extraites par le système traditionnel. Elles présentent une absorbance à 270 nm supérieur aux normes fixées pour les huiles d'olive vierge ( $\leq 0,26$ ) (Tableau 18).

**Tableau 18** : L'absorbance dans l'ultraviolet à K 232 et K 270 pour les deux huiles étudiées

Huile Paramètre	Décembre traditionnelle	Janvier traditionnelle	Décembre moderne	Janvier moderne
L'absorbance dans l'UV à K232 nm	2.956	2.633	2.544	2.541
L'absorbance dans l'UV à K270 nm	0.492	0.310	0.251	0.185

Les valeurs élevées du coefficient  $K_{232}$  des huiles extraites par le système traditionnel sont le résultat d'une oxydation de l'huile conduisant à la formation d'hydroperoxydes conjugués.

Les valeurs élevées du coefficient  $K_{270}$  se justifient par la décomposition des hydroperoxydes et de la formation des diènes conjugués. Ce qui confirme par les taux élevés des indices de peroxyde élevés, comparés à ceux des huiles extraire par le système moderne.

#### 3-2 Détermination de la Composition en acides gras des huiles d'olive

Les résultats de l'analyse des esters méthyliques des acides gras totaux, par chromatographie en phase gazeuse (C.P.G) sur colonne capillaire, des huiles d'olive analysées sont présentés sous forme de chromatogramme dans la Figure 22.

D'après les chromatogrammes (Figure 22), nous remarquons, que la présentation et le nombre des pics, qui représentent les acides gras des huiles d'olive des différentes date de récolte et mode d'extraction sont similaires.

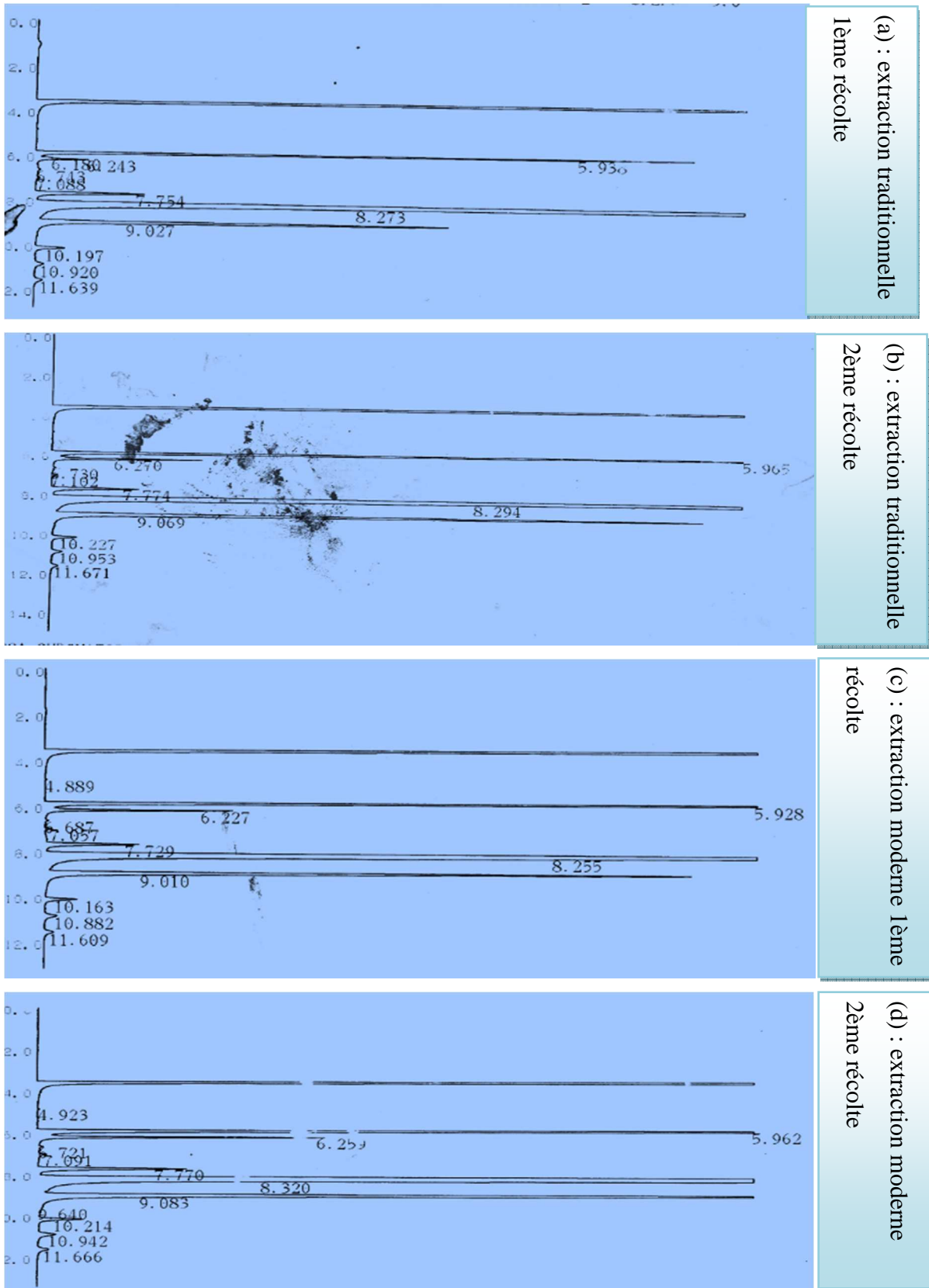


Figure 22: Chromatogrammes de la composition en acides gras des huiles d'olive des deux différentes dates de récolte et mode d'extraction : (a) ;(b) ;(c) ;(d).

### 3. Résultats et discussion

L'analyse des esters méthyliques des acides gras totaux, par chromatographie en phase gazeuse (C.P.G), nous a permis d'identifier 10 composés d'acides gras dans chaque huile d'olive analysée (Tableau 19).

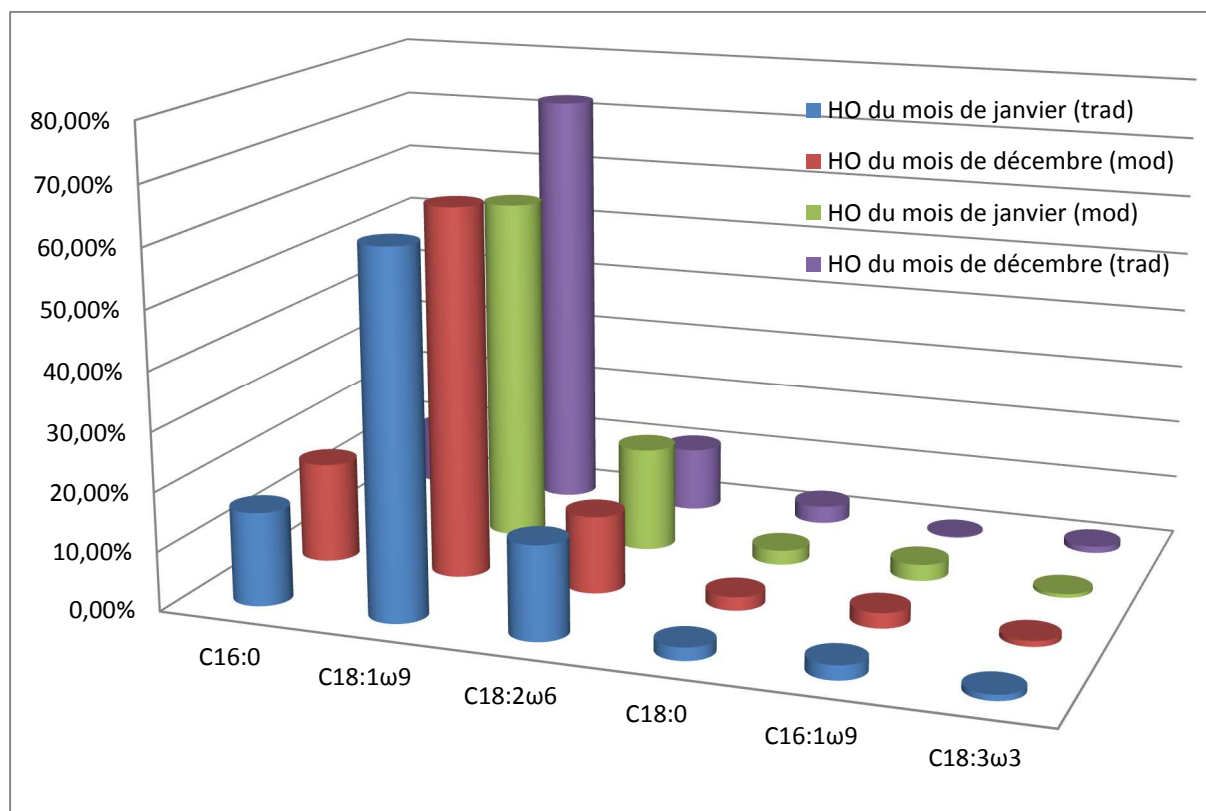
**Tableau 19** : Composition en acides gras des quatre huiles d'olive analysées extraites par deux modes d'extraction en deux périodes de récoltes.

Acide gras	Dénomination	Huile de Décembre traditionnelle	Huile de Janvier traditionnelle	Huile de Décembre (moderne)	Huile de Janvier (moderne)	Normes de COI Huile d'olive vierge
Acides gras saturés	Acide palmitique C16:0	15,801 %	16,93 %	16,73 %	10,25 %	7,5-20%
	Acide margarique C17:0	0,09 %	0,13 %	0,09 %	0,15 %	≤0,3%
	Acide stéarique C18:0	2,23 %	2,29 %	2,47 %	2,97 %	0,5-5%
	Acide arachidique C20:0	0,50 %	0,48 %	0,40 %	0,48 %	≤0,6%
	<b>Totale</b>	<b>18,621%</b>	<b>19,83%</b>	<b>19,69%</b>	<b>13,85%</b>	-
Acides gras monoinsaturés	Acide hypogéique C16:1ω9	2,49 %	2,60 %	2,80 %	0,19 %	≤0,2
	Acide margaroléique C17:1ω8	0,10 %	0,13 %	0,19 %	0,09 %	≤0,6
	Acide oléique C18:1ω9	61,44 %	62,99 %	68,72 %	72,51 %	55-83%
	Acide gondoïque C20:1ω9	0,35 %	0,31 %	0,24 %	0,34 %	≤0,4%
	<b>Totale</b>	<b>64,38%</b>	<b>66,03%</b>	<b>61,95%</b>	<b>73,13%</b>	-
Acides gras polyinsaturés	Acide linoléique C18:2ω6	15,92 %	13,10 %	17,67 %	10,96 %	≤ 3,5-21%
	Acide linoléique C18:3ω3	1,01 %	0,99 %	0,62 %	1,10 %	≤1%
	<b>Totale</b>	<b>16,93%</b>	<b>14,09%</b>	<b>18,29%</b>	<b>12,06%</b>	-

### 3. Résultats et discussion

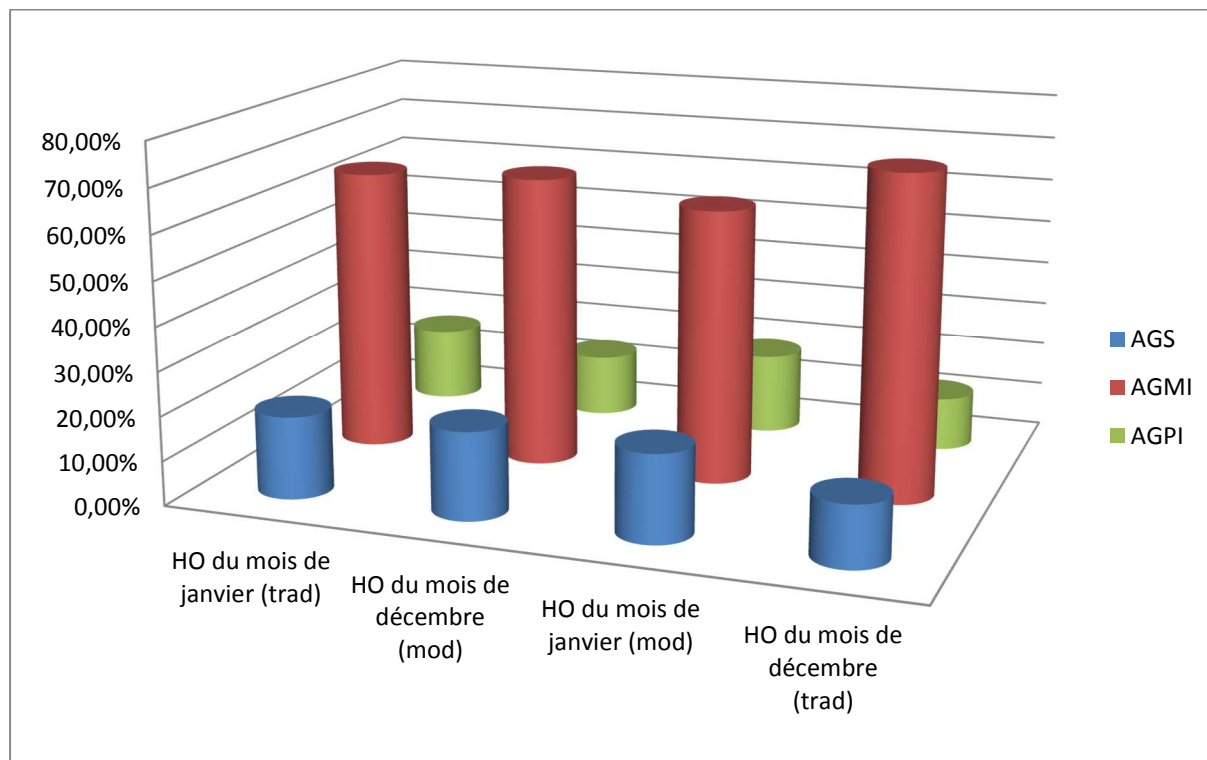
D'après les résultats obtenus, nous constatons que toutes les huiles d'olive analysées, présentent des taux d'acides gras conformes aux normes de C.O.I, à l'exception de l'acide linoléique (C18:3 $\omega$ 3), qui présente des taux légèrement supérieurs (1,10 ; 1,01%) aux normes du C.O.I. ( $\leq 1\%$ ) pour les deux huiles extraites par le système traditionnel aux deux périodes de récolte. De même pour l'acide hypogéique (C16:1 $\omega$ 9), qui présente des valeurs de (2,49 ; 2,60 ; 2,80%) dépassant aussi les normes du COI ( $\leq 0,2$ ) à l'exclusion de l'huile traditionnelle de la première récolte qui présente un taux de (0,19%) (Tableau 20).

L'acide oléique est majoritaire avec des taux qui varient entre 58,72 à 72,51%, suivi de l'acide linoléique (10,96 à 17,67%) et de l'acide palmitique (10,25 à 16,93%) (Figure 23).



**Figure 23** : Taux des acides gras des différentes huiles d'olive analysées.

Les acides gras mono insaturés sont les plus représentés dans l'ensemble des huiles d'olives analysées, avec des taux de l'ordre de 61,95 à 73,13%. Le taux acides gras saturés et polyinsaturés sont présentés respectivement de l'ordre de 13,85 à 18,62% et de 12,06 à 18,29% (Figure 24).



**Figure 24** : Taux des acides gras saturés (AGS), acide gras mono insaturés (AGMI) et acide gras polyinsaturés (AGPI) des différentes huiles d'olives analysées.

## *Conclusion générale*

---

L'étude réalisée a pour but l'évaluation de l'effet du mode d'extraction et de la date de récolte sur les caractéristiques de l'huile d'olive de la variété chamlel de la région de Draa El Mizane.

Le suivi de la variabilité de la composition chimique de nos échantillons d'huile en fonction des deux facteurs étudiés, nous a permis aussi de conclure que la maturité des olives et le mode d'extraction sont des facteurs déterminant de la qualité de l'huile.

La détermination de l'acidité des échantillons d'huile d'olive des deux périodes de récolte (décembre et janvier) pour l'extraction moderne permet de classer cette dernière dans la catégorie des huiles d'olives vierges (1,83% et 1,93%). Quant aux échantillons d'huiles d'olive des deux périodes de récolte (décembre et janvier) pour l'extraction traditionnelle (3,23 et 4,19%), elles sont classées dans la catégorie d'huile d'olive vierges lampantes.

L'huile extraite au mois de décembre par le système traditionnel, enregistre des valeurs d'IP assez proches de la limite établie par le COI (20,83 meq O<sub>2</sub>/kg). Cela peut être dû à l'existence de composés peroxydés dans l'huile, car l'oxydation de l'huile d'olive commence après la cueillette des olives de l'arbre, et continue pendant le stockage des fruits et leurs traitements.

Concernant l'indice de saponification, les huiles extraites au mois de décembre par les deux systèmes d'extraction), et celle obtenue au mois de Janvier par l'extraction moderne ont enregistrés des valeurs situées dans l'intervalle de la norme du COI (184-196). Cependant l'huile extraite au mois de Janvier par le système traditionnel, donne une valeur supérieures à celles établies par le COI(202,42). Ce paramètre est très influencé par la composition en acides gras de l'huile particulièrement par la présence d'acide à longues chaîne.

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

L'analyse par chromatographie en phase gazeuse, a révélé que notre huile est très riche en acides gras insaturés. Les acides gras mono insaturés sont les plus représentés, avec des taux allant de 61,95 % à 73,13%. Les acides gras saturés et polyinsaturés (12 et 18 %). L'acide oléique est majoritaire avec des taux qui varient entre 58,72 à 72,51%, suivi de l'acide linoléique (10,96 à 17.67%) et l'acide palmitique (10,25 à 16,93).

## *Conclusion générale*

---

Nos résultats montrent aussi que le mode d'extraction influe sur les caractéristiques physiques de l'huile d'olive. En effet, nous avons enregistré des valeurs élevées de l'humidité et de la viscosité pour l'huile extraite avec le système traditionnel.

Les teneurs en composés mineurs (polyphénols, chlorophylles et carotènes) diminuent au cours de la maturation et dans les huiles extraites traditionnel. Ce qui porte préjudice à la qualité de l'huile. Généralement c'est dans le système moderne qu'on n'a pas de polyphénols puisque la majorité des composés phénoliques sont hydrosolubles et sont perdus dans les margines.

Pour valoriser d'avantage l'huile d'olive, il est nécessaire de sensibiliser les agriculteurs pour améliorer les techniques culturales, les conditions de stockage, de transformation et de conservation des huiles.

En conclusion, l'obtention d'une huile de qualité, possédant de bonnes caractéristiques chimiques, physiques et organoleptiques, nécessite la réalisation de la cueillette des olives à des dates précoces et une extraction immédiate de l'huile après une courte durée de stockage.

Les innovations technologiques, apportées au procédé de trituration des olives par centrifugation, permet, avec une conduite appropriée du matériel, une amélioration qualitative de l'huile d'olive. En effet, ce procédé nécessite moins de main d'œuvre, et les rendements en huiles sont meilleurs par rapport au système traditionnel.

L'utilisation d'une centrifugeuse à deux phases permettrait d'obtenir des teneurs plus élevées en polyphénols que les huiles extraites par le système centrifuge à trois phases et le système traditionnel.

Le décanteur économiseur d'eau pourrait améliorer la qualité de l'huile. C'est une construction spéciale utilisant moins d'eau par rapport aux autres systèmes, il produit un faible volume de margine et une huile plus riche en polyphénols, permettant ainsi une meilleure stabilité et conservation 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.
- Aissam.H (2003).** Etude de la biodégradation des effluents des huileries (margines) et leur valorisation par production de l'enzyme tannase. Thèse de Doctorat National. Université Sidi Mohamed Ben Abdellah FES.
- 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. 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.
- 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.
- 2015).** Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. COI/T.15/NC n°3/R2V.8 : 1-3.
- Anonyme 2 (2016).** La Direction des Services Agricoles de la Wilaya de Tizi-Ouzou.
- Anonyme3 (2014)** Norme Oléicole International (COI), l'huile d'olive. NESLERTER Marché. N°75, p1.
- Anonyme 4 (2013) Conseil Oléicole International(14-10-2013).** Activite.html Nom de la page d'accueil : Conseil oléicole international.
- Anonyme 5(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.
- Assman A. et Wahburg U(2000)** Effet des composants mineurs de l'huile d'olive sur la santé (2ème partie).
- Ben Haassine K. Beladj A. Muñoz-Diez C. Baldoni L. Satovic Z. Barranco D. Bouchoucha S, Kamoun N(2014)** Impact de la variété et du système d'extraction de l'huile d'olive sur les préférences consommateurs : Institut de l'olivier de Sfax et Institut national Agronomique de Tunisie. <http://www.denmatidalila.Blogspot.com/2008>.
- Ben Tekaya I. Hassouna. M (2005)** Etude de la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge

## Références bibliographiques

---

- Benrachou N. (2013).** Etude des caractéristiques physicochimiques et de la composition biochimique d'huiles d'olive issues de trois cultivars de l'Est algérien. Thèse de doctorat, option : biochimie appliquée. p 45
- Brunton J. (1999)** pharmacognosie. Photochimie, plantes médicinales, 3ème édition, tec & doc. p 1120.
- 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 spectrophotométrique 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 11juillet 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).** Technologies d'extraction de l'huile d'olive et gestion de sa qualité. Bulletin 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.
- Criado M.N, Motilva M.J, Goni M. and Romero M.P. (2007).**Comparative study of the effect of the maturation process of the olive fruit on the and carotenoid fractionsn of drupes and virgin oils from Arbequina chlorophyll and Farga cultivars. Food Chemistry, 100: 748 755.
- Daoudi F.D., Cherif A. (1981)** Etude comparative des acides gras de quelques huiles d'olives tunisienne – Influence du procédé technologique d'extraction sur la qualité des huiles obtenues, Revue Française des Corps gras, Vol. 5, p.236-245.
- Direction des Services Agricoles (DSA) de Tizi-ouzou (2016).**
- Douzane M.et Bellal M.M. (2005)** Contribution à la caractérisation des huiles de quelques variétés, populations d'olive algériennes : étude de quelques composés mineurs de la fraction insaponifiable. Olivae,n°103. 33-41.
- Dugo G. Lo Turco V. Pollicino D. Mavrogeni E. and Pipitone F. (2004).**Caractérisation d'huiles d'olive vierges siciliennes. Variation qualitative des huiles des fruits des cultivars « Biancolilla , Nocellara del Belice , Cerasuola , Tonda Iblea et Crastu » en fonction des

## Références bibliographiques

---

techniques et de l'époque de récolte des olives. *Olivae*, 101: 44-52.eas Activitie.html Nom de la page d'accueille : Conseil oléicole international.Eur. J. Biol. 6(3) • 2011 • 352-358.

**Fakourelis N. Lee E.C. and Min D.B. (1987).** Effect of chlorophyll and  $\beta$ -carotène 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.

**Favati, F. Caporale, G et Bertuccioli, M. (1994)** Rapide détermination of phénols content in extra Virgin olive oil, *Grasas y aceites*,

**Fedeli E. (1977)**- Lipides of olives, *Prog, Chem, Fats other lipids*, 15 p 57- 74.

**Filaha.2009-** Le trait d'union des opérateurs économiques pour le Renouveau du Monde Agricole et Rural. issn n°1111- 4762.

**Galili E., Stanley DJ., Sharvit J., Weinstein-Evron M.,(1997).** Evidence for earliest olive-oil production in submerged settlements off the Carmelcoast, Israel. *Journal of Archaeological Science* 24:1141-1150.

**Gandul-Rojas B. and Minguéz-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 Agricultural Food Chemistry*, 44: 3516-3520.

**Giuffrida D., Salvo F. Salvo A. La Pera L. and Dugo G(2007)** Pigments composition in monovarietal virgin olive oils from various Sicilian olive varieties. *Food chemistry*, 101 (2): 833-837.

**Graille J, léger CL .et al. (2003)** L'huile d'olive: sa place dans l'alimentation. In : lipides et corps gras alimentaire. Ed. Tec and Doc, Lavoisier, paris, 81-101.

**Henry S.(2003).** L'huile d'olive, son intérêt nutritionnel, ses utilisations en pharmacie et encosmétique. Thèse de doctorat en Pharmacie. Université Henri Poincare Nancy 1. P :127

**Jacotot. 1994-** Huile d'olive et prévention. *Clinical Nutrition & Metabolic*, 10: 7-9.

**Kataja-Tuomola M., Sundell J.R.(2008)**- Effect of alpha-Tocopherol and beta-carotene supplementation on the incidence of type 2 diabetes. *Diabetologia*. Jan; 51(1):47-53.

**Kiritsakis A. K. (1998)** Composition del'huile d'olive et son effet alimentaire et de santé. *Food and Nutrition press*. 502 : 6p.

**Kiritsakis A.K., (1993)** La chimie de l'arôme 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 méditerranée. Conférence centre culturel Français de Tlemcen – Algérie.
- Leva A.(2011)** Innovative protocol for “ex vitro rooting” on olive micropropagation. Cent.2010-Genetic diversity and relationships of wild and cultivated olives at regional level in Spain. Scientia Horticulturae 124:323–330.
- Lion PH., (1955)-** Travaux pratiques de chimie organique, Ed.Dunod, Paris.
- Loussert R., Brousse G. (1978).** L'olivier ; Ed. G.P. Maisonneuve et Larose. Paris, 462 p.
- López-López A., Montaña. A., Ruíz-Méndez M. V., Garrido-Fernández A. (2008)** Sterols, fatty alcohols, and triterpenic alcohols in commercial table olives. Journal of the American Oil Chemists' Society, 85, 253–262.
- 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.P.(2007) a-** Chemometric characterization of three varietal olive oils (Cvs.*Cobrancosa*, *Madural* and *Verdeal Transmontana*) extracted from olives with different maturation indices. Food Chemistry, 102: 406–414.
- 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'sSociety, 67 (3):192-196.
- Ministère de l'Agriculture et de Développement 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'Olivier. Actes Sud. France.
- Nieves Criado M., Paz Romero 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, 873–880.
- Ollivier D., Artaud J., Pinatel C., Durbec J. P., Guerere M., (2003)-** Triacylglycerol and Fatty Acid Compositions of French Virgin Olive Oils. Characterization by Chemometrics. J. Agric. Food Chem., 51 (19), 5723 -5731.

## Références bibliographiques

---

- Ollivier D., Pinatel C., Dupuy N., Guerere M. , Artaud J., (2007)-** Caractérisation sensorielle et chimique d'huile d'olive vierge de six AOC française, O.C.L, Vol. 14, Issue 2, p.141-149.
- Osland R.E., (2002)-** Phytosterols in human nutrition. Annual Review of Nutrition 22, 533-549.
- Owen R W, Spiegelhalder B, et Bartsch H.2000-** Phenolic compounds and squalene in olive oils: the concentration and antioxidant potential of total secoiridoids, lignans and squalene. Food and chemical Toxicology. 38: 647-559.
- Pinatel C., Petit C., Ollivier D et Artaud J. (2004)-** Outil pour l'amélioration organoleptique des huiles d'olive vierges. Oléagineux, Corps Gras, Lipides .11(3) : 217-222..
- Ribereau-Gayon P. 1968-** Les composés phénoliques des végétaux. Ed. Dunod. 173-201.
- Roca M. and Minguez-Mosquera M.I.(2001)-** Changes in Chloroplast Pigments of Olive Varieties during Fruit Ripening. Journal Agricultural and Food Chemistry, 49: 832-939.
- Ryan D., Antonovitch M., Prenzel P. and Lavee S. (2002)-** Biotransformation of phenolic compounds in *Olea europea* L. Scientia Horticulturae, 92: 147-176.
- Saad D.,(2009)-** Etude des endomycorhizes de la variété Sigoise d'olivier (*Olea europea* L) et essai de leur application à des boutures semi-ligneuses. Mémoire de Magister. Université d'Oran. P : 98.
- Salas J.J., Sanchez J., Ramli U.S., Manaf A.M., Williams M. and 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. and Fregapane G. 2001-** Influence of fruit ripening on Cornicabra' virgin olive oil quality: A study of four successive crop seasons. Food Chemistry, 73: 45-53.
- Samaniego-Sanchez C., Quesada-Granados J.J., Lopez-Garcia H., De La Serrana M.C., Lopez-Martinez J.,(2010)-** Beta-Carotene, squalène and waxes determined by chromatographic method in Picual extra virgin olive oil obtained by a new cold extraction system. Journal of Food Composition and Analysis 23, 671–676.
- Sanchez Casas J., Osorio Bueno E., Montañó Garcia A. M., Martínez Cano M. (2004)-** Sterols and erythrodiol + uvaol content of virgin olive oils from cultivars of Extremadura (Spain). Food Chemistry, 87, 225–230.
- Schoefs B. (2004)-** Determination of pigments in vegetables. Journal of Chromatography A, 1054 : 217-226.

## Références bibliographiques

---

- Sifi. S. Ben Hamida J. et Amamou T. (2001)**-Impact du système de trituration des olives sur la qualité d'huile d'olive obtenue .*Olivae*, 2001, N°84 : 33-38.
- Sifoun.N (2008)**- Traitement des effluents des huileries d'olive par oxydation au H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Mémoire de magister. Université M'hamed Bouguera Boumerdes.P :154.
- Stavros Lalas a, Vasilios Athanasiadis a, Olga Gortzi a, Maria Bounitsi a, Ioannis Giovanoudis a, John Tsaknis b, Filippos Bogiatzis (2011)** - Enrichment of table olives with polyphenols extracted from olive leaves.
- Tiscornia E., Fiorina N., (1982)**- Pattern-recognition methods in the prediction of Italian olive oil origin by their fatty-acid content. *Annali Di Chimica*, 72(3-4), 143-155.
- Tovar M J., Paz Romero M., Girona J. and Motilva M J. (2002)**- L-Phenylalanine ammonia-lyase activity and concentration of phenolics in developing olive (*Olea europaea*\_L cv Arbequina) fruit grown under different irrigation regimes. *Journal of Science of Food and Agriculture*, 82:892-898.
- Tuck K.L.et Hayball P.T(2002)**- Major phenolic compounds in olive oil: metabolism and health effect. *Journal of Nutritional Biochemistry*.13:636-644.
- Veillet S. (2010)**- Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : Entre Tradition et Innovation. Thèse/ Académie d'Aix-Marseille Université d'Avignon et des pays de Vaucluse– sciences des procédés – sciences des aliments.
- Zohary D et Hopf M., Weiss E., (2012)**- Domestication of plants in the Old World. Fourth edition, Oxford Clarendon Press.237 p.

## Annexe 1

**Tableau 9** : Résultats de l'analyse de la variance à deux critères de classification pour l'indice d'acidité des huiles d'olive (selon la date de récolte et le mode d'extraction).

	DAL	CM	TestF	Proba	ET	CV(%)
VAR TOTALE	11	1.04				
VAR F <sub>1</sub>	1	9.90	244.32	0.0000		
VAR F <sub>2</sub>	1	0.80	34.32	0.0005		
VAR INTER F <sub>1</sub> *F <sub>2</sub>	1	0.52	22.32	0.0016		
VAR résiduelle	8	0.02			0.15	5.5%

**F1 : Facteur mode d'extraction.****F2 : Facteur date de récolte.**

## Annexe 2

**Tableau 10** : Test de Newman et Keuls au seuil de signification de 5% pour l'indice d'acidité des huiles d'olive (selon la date de récolte et le mode d'extraction).

	Moyenne	Groupes homogènes	
<b>F1</b> (Traditionnelle)	3.70	A	
<b>F1</b> (Moderne)	1.88	B	
<b>F2</b> (Décembre)	3.05		A
<b>F2</b> (Janvier)	2.53		B

## Annexe 3

**Tableau11** : Résultats de l'analyse de la variance à deux critères de classification pour l'indice de peroxyde des huiles d'olive (selon la date de récolte et le mode d'extraction).

	DAL	CM	TestF	Proba	ET	CV(%)
VAR TOTALE	11	6.51				
VAR F <sub>1</sub>	1	22.69	41.88	0.0002		
VAR F <sub>2</sub>	1	38.52	71.12	0.0001		
VAR INTER F <sub>1</sub> *F <sub>2</sub>	1	6.02	11.12	0.0102		
VAR résiduelle	8	0.54			0.74	4%

**F1 : Facteur mode d'extraction.**

**F2 : Facteur date de récolte.**

## Annexe 4

**Tableau 12** : Test de Newman et Keuls au seuil de signification de 5% pour l'indice de peroxyde des huiles d'olive (selon la date de récolte et le mode d'extraction).

	Moyenne	Groupes homogènes	
<b>F1</b> (Traditionnelle)	19.75	A	
<b>F1</b> (Moderne)	17.00	B	
<b>F2</b> (Décembre)	20.17		A
<b>F2</b> (Janvier)	16.58		B

## Annexe 5

**Tableau 13 :** Résultats de l'analyse de la variance à deux critères de classification pour l'indice d'iode des huiles d'olive (selon la date de récolte et le mode d'extraction).

	DAL	CM	TestF	Proba	ET	CV(%)
VAR TOTALE	11	91.10				
VAR F <sub>1</sub>	1	16.26	1.81	0.2136		
VAR F <sub>2</sub>	1	860.38	95.88	0.0000		
VAR INTER F <sub>1</sub> *F <sub>2</sub>	1	53.72	5.99	0.0390		
VAR résiduelle	8	8.97			3.00	3.5%

**F1 : Facteur mode d'extraction.**

**F2 : Facteur date de récolte.**

## Annexe 6

**Tableau 14 :** Test de Newman et Keuls au seuil de signification de 5% pour l'indice d'iode des huiles d'olive (selon la date de récolte et le mode d'extraction).

	Moyenne	Groupes homogènes	
<b>F1</b> (Traditionnelle)	93.65	A	
<b>F1</b> (Moderne)	80.36	B	
<b>F2</b> (Décembre)	94.51		A
<b>F2</b> (Janvier)	77.57		B

## Annexe 7

**Tableau 15** : Résultats de l'analyse de la variance à deux critères de classification pour l'indice de saponification des huiles d'olive (selon la date de récolte et le mode d'extraction).

	DAL	CM	TestF	Proba	ET	CV(%)
VAR TOTALE	11	144.70				
VAR F <sub>1</sub>	1	0.05	0.00	0.9584		
VAR F <sub>2</sub>	1	1318.80	67.17	0.0001		
VAR INTER F <sub>1</sub> *F <sub>2</sub>	1	115.76	5.10	0.0401		
VAR résiduelle	8	19.63			4.43	2.3%

**F1 : Facteur mode d'extraction.**

**F2 : Facteur date de récolte.**

## Annexe 8

**Tableau 16** : Test de Newman et Keuls au seuil de signification de 5% pour l'indice de saponification des huiles d'olive (selon la date de récolte et le mode d'extraction).

	Moyenne	Groupes homogènes	
<b>F1</b> (Traditionnelle)	175.25	B	
<b>F1</b> (Moderne)	195.36	A	
<b>F2</b> (Décembre)	178.42		B
<b>F2</b> (Janvier)	199.39		A

**Annexe 9**

**Tableau 17** : Résultats de l'analyse de la variance à deux critères de classification pour les chlorophylles des huiles d'olive (selon la date de récolte et le mode d'extraction)

	DAL	CM	TestF	Proba	ET	CV(%)
VAR TOTALE	11	0.9				
VAR F <sub>1</sub>	1	5.07	134.63	0.00004		
VAR F <sub>2</sub>	1	1.33	35.41	0.0004		
VAR INTER F <sub>1</sub> *F <sub>2</sub>	1	3.24	86.16	0.0000		
VAR résiduelle	8	0.04			0.19	8.5%

**F1 : Facteur mode d'extraction.**

**F2 : Facteur date de récolte.**

**Annexe 10**

**Tableau 18** : Test de Newman et Keuls au seuil de signification de 5% pour les chlorophylles des huiles d'olive (selon la date de récolte et le mode d'extraction).

	Moyenne	Groupes homogènes	
<b>F1</b> (Traditionnelle)	2.61	A	
<b>F1</b> (Moderne)	1.95	B	
<b>F2</b> (Décembre)	2.93		A
<b>F2</b> (Janvier)	1.63		B

## Annexe 11

**Tableau 19** : Résultats de l'analyse de la variance à deux critères de classification pour les caroténoïdes des huiles d'olive (selon la date de récolte et le mode d'extraction).

	DAL	CM	TestF	Proba	ET	CV(%)
VAR TOTALE	11	0.49				
VAR F <sub>1</sub>	1	0.67	41.77	0.0003		
VAR F <sub>2</sub>	1	4.11	255.21	0.0000		
VAR INTER F <sub>1</sub> *F <sub>2</sub>	1	0.53	32.89	0.0005		
VAR résiduelle	8	0.02			0.13	5.9%

**F1** : Facteur mode d'extraction.

**F2** : Facteur date de récolte.

## Annexe 12

**Tableau 20** : Test de Newman et Keuls au seuil de signification de 5% pour les caroténoïdes des huiles d'olive (selon la date de récolte et le mode d'extraction).

	Moyenne	Groupes homogènes	
<b>F1</b> (Traditionnelle)	1.56	B	
<b>F1</b> (Moderne)	2.73	A	
<b>F2</b> (Décembre)	1.91		B
<b>F2</b> (Janvier)	2.38		A

**Annexe 13**

**Tableau 21** : Résultats de l'analyse de la variance à deux critères de classification pour les polyphénols des huiles d'olive (selon la date de récolte et le mode d'extraction)

	DAL	CM	Test F	Proba	ET	CV(%)
VAR TOTALE	11	92.77				
VAR F <sub>1</sub>	1	484.89	20.74	0.0020		
VAR F <sub>2</sub>	1	290.88	12.42	0.0078		
VAR INTER F <sub>1</sub> *F <sub>2</sub>	1	58.34	2.50	0.1504		
VAR résiduelle	8	23.37			4.83	13.0%

**F1** : Facteur mode d'extraction.

**F2** : Facteur date de récolte.

**Annexe 14**

**Tableau 22** : Test de Newman et Keuls au seuil de signification de 5% pour les polyphénols des huiles d'olive (selon la date de récolte et le mode d'extraction).

	Moyenne	Groupes homogènes	
<b>F1</b> (Traditionnelle)	42.12	A	
<b>F1</b> (Moderne)	32.28	B	
<b>F2</b> (Décembre)	43.56		A
<b>F2</b> (Janvier)	30.84		B

**Annexe 15**

**Tableau 23** : Résultats de l'analyse de la variance à deux critères de classification pour la viscosité des huiles analysés (selon la date de récolte et le mode d'extraction).

	DAL	CM	TestF	Proba	ET	CV(%)
VAR TOTALE	11	14.33				
VAR F <sub>1</sub>	1	65.33	28	0.0008		
VAR F <sub>2</sub>	1	8.33	3.57	0.0931		
VAR INTER F <sub>1</sub> *F <sub>2</sub>	1	65.33	28	0.0008		
VAR résiduelle	8	2.33			1.53	1.8%

**F1 : Facteur mode d'extraction.**

**F2 : Facteur date de récolte.**

**Annexe 16**

**Tableau 24** : Test de Newman et Keuls au seuil de signification de 5% pour la viscosité des huiles analysés (selon la date de récolte et le mode d'extraction).

	Moyenne	Groupes homogènes	
<b>F1</b> (Traditionnelle)	3.70	A	
<b>F1</b> (Moderne)	1.88	B	
<b>F2</b> (Décembre)	88.17		A
<b>F2</b> (Janvier)	83.50		B

**Annexe 17**

**Tableau 25** : Résultats de l'analyse de la variance à deux critères de classification pour l'humidité des huiles d'olive (selon la date de récolte et le mode d'extraction).

	DAL	CM	TestF	Proba	ET	CV(%)
VAR TOTALE	11	0.00				
VAR F <sub>1</sub>	1	0.00	22.15	0.0000		
VAR F <sub>2</sub>	1	0.02	89.71	0.0005		
VAR INTER F <sub>1</sub> *F <sub>2</sub>	1	0.02	80.35	0.0016		
VAR résiduelle	8	0.00			0.01	11.9%

**F1** : Facteur mode d'extraction.

**F2** : Facteur date de récolte.

**Annexe 18**

**Tableau 26** : Test de Newman et Keuls au seuil de signification de 5% pour l'humidité des huiles analysés (selon la date de récolte et le mode d'extraction).

	Moyenne	Groupes homogènes	
<b>F1</b> (Traditionnelle)	0.17	A	
<b>F1</b> (Moderne)	0.08	B	
<b>F2</b> (Décembre)	0.14		A
<b>F2</b> (Janvier)	0.10		B