

*République Algérienne Démocratique et Populaire*

*Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique*

**Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou**

Faculté des sciences biologiques et des sciences agronomiques

Département des Sciences biologiques



## ***MEMOIRE DE FIN D'ETUDE***

En vue de l'obtention du diplôme Master Académique en biologie

**Spécialité** : Oléiculture - Oléotechnie.

### ***Thème***

**Influence du type d'emballage et de la durée d'entreposage sur la qualité de l'huile d'olive vierge**

**Réalisé par** : M<sup>elle</sup> Hamouni Lilia.

**Devant le jury :**

Président : M<sup>r</sup> SADOUDI R.

Maitre de conférences à l'UMMTO.

Examineur : M<sup>me</sup> REMANE Y.

Maitre de conférences à l'UMMTO.

Promoteur. M<sup>r</sup> BENGANA M.

Maitre de conférences à l'UMMTO

**Année : 2016/ 2017**

## REMERCIEMENTS

*Nous remercions avant tout Dieu (Allah) le tout puissant de nous avoir accordé force et volonté pour terminer ce travail.*

*Monsieur BENGANA M., Maître de conférences à l'Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou (UMMTO), pour avoir voulu diriger ce travail, pour ses conseils, la correction du manuscrit malgré ses nombreuses obligations. Qu'il soit assuré de nos respectueuses et vives reconnaissances.*

*Monsieur SADOUDI R., Maître de conférences à l'UMMTO, nous a fait l'honneur de présider le jury de ce mémoire, qu'elle soit assurée de nos respectueuses et vives reconnaissances.*

*Madame REMANE Y., Maître de conférences à l'UMMTO, pour avoir accepté de juger ce travail ; qu'elle trouve ici l'expression de nos sincères remerciements.*

*Que nos familles, trouvent ici toute notre gratitude pour leurs encouragements opiniâtres à persévérer dans le travail, et pour leur soutien infailible qui nous a permis de finaliser ce mémoire.*

*Nous tenons également à remercier :*

*- L'institut Technique de l'Arboriculture Fruitière de Sidi-Aïche (ITAF).*

*Nos vifs remerciements vont également à toutes les personnes, qui de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce travail.*



# *Dédicaces*

*Je remercie tout d'abord le bon DIEU tout puissant qui m'a donné la force et le courage pour terminer ce travail.*

*Je dédie ce modeste travail à :*

*Mon très cher père AMAR, qui sans lui je ne serais pas arrivée jusqu'ici, qui m'a toujours encouragée, conseillée et soutenue dans mon travail. A ma très chère et douce mère ZAHIA pour m'avoir mise au monde et pour m'avoir accompagnée tout le long de ma vie.*

*A la mémoire de mes grands parents et mon oncle, j'aurais tant aimé que vous soyez présents. Que Dieu ait vos âmes dans sa sainte miséricorde.*

*Mes très chères sœurs : SAMIA, KAHINA, DAHBIA*

*Mes chers frères : SOFIANE et ALI que dieu les protèges.*

*Ma grand-mère : FARROUDJA.*

*Mes tantes : MALHA, YAMINA.*

*A tout que j'aime et m'aime.*

*Mes adorables amies de m'avoir soutenue et encouragée : TINA, ASMA, LYNDA, DJOHR, NINANE, NAWAL, TIDIA, RADIA, LIZA.*

*A tous ceux qui sont proches de mon cœur et dont je n'ai pas cité leur nom.*

*A tous mes enseignants et mes amis de la promotion  
Oléiculture Oléotechnie 2016/2017.*

*Lilia*

# Sommaire

Résumé

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

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

## Première partie: Synthèse bibliographique

### Chapitre I : Huile d'olive

I.1. Définition de l'huile d'olive.....	2
I.2. Différentes qualité de l'huile d'olive .....	2
I.2.1. L'huile d'olive vierge.....	2
I.2.2. Huile d'olive raffinée .....	2
I.2.3. L'huile d'olive .....	3
I.2.4. L'huile de grignon d'olive .....	3
I.2.4.1. Huile de grignon d'olive brute .....	3
I.2.4.2. Huile de grignon d'olive raffinée.....	3
I.2.4.3. Huile de grignon de l'huile d'olive .....	3
I.3. Caractéristiques de l'huile d'olive .....	3
1.3.1 Caractéristiques physico-chimiques .....	3
1.3.2 Caractéristiques organoleptiques.....	4
I.4. La composition chimique de l'huile d'olive .....	5
I.4.1. Fraction saponifiable (majeure) .....	5
I.4.1.1. Triglycérides .....	5
I.4.1.2. Les acide gras.....	6
I.4.2. Fraction insaponifiables(Mineurs) .....	7
I.4.2.1. Les composés phénoliques.....	7
I.4.2.2. Les yhydrocarbures .....	8
I.4.2.3. Les stérols .....	9
I.4.2.4. Les pigment.....	10
I.4.2.5. Les tocophérols .....	11
I.4.2.6. Les alcools .....	12
I.4.2.7. Les composés aromatiques.....	13

# Sommaire

1.4.2.8. Les contaminants .....	13
1.5. Evaluation physicochimiques de l'huile au cours de stockage .....	14
1.5.1. Altération chimiques des huiles .....	14
5.1.1.1. L'oxydation .....	14
A.L'auto-oxydation.....	14
B. L'oxydation enzymatique.....	15
C. La photo-oxydation .....	15
D. Les conséquences de l'oxydation sur les qualités alimentaires.....	16
E. 5.1.1.2. Hydrolyse / altération / hydrolytique / acidification .....	16
F. 5.1.1.3. Altération thermique .....	17
1.5.2. Facteurs influençant la stabilité de l'huile durant sa conservation .....	18
1.5.2.1. Influence de la température et de la concentration en oxygène .....	18
1.5.2.2. Effet de l'eau .....	18
1.5.2.3. Effet des métaux .....	18
1.5.2.4. Effet de la lumière .....	19
1.5.2.5. Teneur en acides gras libres .....	19
1.6. Conditionnement et emballage .....	19
1.7. Condition de stockage .....	19

## Chapitre II : Emballage alimentaire

II. Emballage alimentaire .....	21
II.1. Définition .....	21
II.2. Différents types d'emballage.....	21
• L'emballage de vente (emballage primaire).....	21
• L'emballage groupé (emballage secondaire) .....	21
• L'emballage de transport (emballage tertiaire.....	22
II.3. Les fonctions de l'emballage alimentaire .....	22
• Fonction de contenant .....	22
• Fonction de présentation .....	22
• Fonction d'information .....	22

# Sommaire

• Fonction de service.....	22
• Fonction de sécurité alimentaire .....	22
• Fonction de protection physique .....	22
• Fonction principale .....	22
II.4. Rôle technique de l’emballage alimentaire.....	23
II.5. Les interactions l’emballage et l’aliment.....	24
• La perméation .....	24
• La sorption .....	25
• La migration .....	25
✓ La migration globale .....	26
✓ La migration spécifique.....	26
• La résistance mécanique .....	26
• Les propriétés barrières au rayonnement.....	27
III. Matériaux d’emballage.....	27
III.1. Le plastique .....	27
III.1.1 Les différentes familles de plastique.....	27
III.1.1.1. Les thermoplastiques .....	27
III.1.1.2. Les thermodurcissable.....	27
III.1.1.3 Les élastomères .....	27
III.1.2. Matières plastiques utilisées dans l’industrie alimentaire .....	28
• Polypropylène (PP) .....	28
• Le polystyrène (PS).....	28
• Polyéthylène basse densité (PEBD) .....	28
• Polyéthylène haute densité (PEHD).....	28
• Polyéthylène téréphtalate (PET).....	28
• Le polychlorure de vinyle (PVC) .....	29
III.2. Le verre.....	29
III.2.1. Définition.....	29
III.2.2. Caractéristiques du verre .....	29
III.2.3. Utilisation du verre.....	29
IV. Les métaux .....	30

# Sommaire

• L'aluminium .....	30
• L'acier .....	30
IV.1. Matériaux cellulosiques .....	30
IV.1.1. Le papier et le carton.....	30
IV.1.2. Le bois.....	31
IV.1.3. L'argile .....	31
IV.1.3.1. Caractéristiques de l'argile .....	32
V. L'étiquetage.....	33
V.1. Mentions obligatoires .....	33
V.2. Dénomination de vente.....	33
V.3. Intérêt de l'étiquetage .....	34
VI.4. La fermetures .....	35

## Deuxième partie: Matériel et Méthodes

### Chapitre I: Matériel et Méthodes

I. Echantillonnage .....	36
I.1. Date et types de récolte.....	36
I.2. Extraction de l'huile d'olive.....	36
I.3. Emballage et mode de conservation .....	37
I.4. Mode de conservation.....	37
I. Méthodes d'analyses.....	38
I.1. Analyses physiques.....	38
• Teneur en eau et en matières volatiles .....	38
• Absorbance en ultraviolet.....	38
I.2. Analyses chimiques .....	39
• Acidité .....	39
• Indice de peroxyde .....	39
• Teneur en indice d'iode.....	40
• Test de Schall .....	40
• Teneur en phénol totaux.....	40
• Teneure en ortho-diphénol .....	41

# *Sommaire*

- Teneur en chlorophylle et des caroténoïdes ..... 41
- Composition en acides gras ..... 41

## **Chapitre II: Résultats et discussion**

I. Indice de qualité .....	42
1.1. Acidité .....	42
1.2. Indice de peroxyde .....	43
1.3. L'indice d'iode.....	44
1.4. Absorbance dans l'UV .....	44
a. Abs 232.....	45
b. Abs 270.....	46
1.5. Teneur en eau et en matière volatile.....	46
1.6. Pigments .....	48
a. chlorophylles .....	49
b. caroténoïdes.....	59
1.7. Composés phénoliques .....	50
1.8. Test de shall.....	51
1.9. Composition en acides gras.....	52
Conclusion .....	55
Références bibliographiques	
Annexes	

## **Résumé**

L'huile d'olive vierge occupe parmi tous les corps gras alimentaires une place particulière en raison de son image et sa consommation à l'état vierge ; il s'agit d'un produit protecteur et contrôleur de l'équilibre de notre santé.

Dans la présente étude, nous avons mis en évidence l'influence du type d'emballage et de la durée d'entreposage sur la qualité de l'huile vierge obtenue à partir des olives de la variété Chemlal. Deux types d'emballage ont fait l'objet d'étude : le plastique et le verre opaque. La durée de conservation est de six mois. Les paramètres physico-chimiques analysés sont les indices de qualité (humidité, acidité, indice de peroxyde, abs à 232 et 270 nm), les composés mineurs (pigments), les antioxydants phénoliques, le test de stabilité oxydative de shall.

Les résultats obtenus montrent une augmentation légère des indices de qualité au cours de stockage de l'huile, parallèlement les composés mineurs (les pigments et les composés phénoliques) diminuent. La stabilité oxydative, estimée par le test de shall, révèle une baisse au cours de stockage de l'huile. Toutefois, les différences enregistrées entre les deux types d'emballage sont minimales.

## **Mots clés :**

Huile d'olive, qualité, altération, conservation, emballage.

## Liste des abréviations

**°C** : Degrés Celsius

**A.G.M.I** : Acide gras monoinsaturés ;

**A.G.P.I** : Acide gras polyinsaturés

**C.O.I** : Conseil Oléicole International.

**C.P.G** : Chromatographie en phase gazeuse ;

**CE**: Communauté Européenne ;

**D** : Durée de stockage des échantillons ;

**IA** : Indice d'acide ;

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

**Ip** : Indice de peroxyde ;

**Kg**: Kilogram

**KOH** : Hydroxyde de potassium ;

**L** : Liter ;

**Méq** : Méliéqivalent ;

**Mg** : Milligramme ;

**NaOH** : Hydroxyde de sodium ;

**O<sub>2</sub>** : Dioxygène ;

**OOL** : dioléolinoléine ;

**OOO** : trioléine ;

**POL** : palmitooléolinoléine ;

**POO** : dioléopalmitine ;

**PPM** : Partie Par Million ;

**SOO** : dioléostéarine ;

**UE** : Union Européenne.

**UV** : Ultra Violet ;

**PP** : Polypropylène ;

**PS** : polystyrène ;

**PEBD** : Polyéthylène basse densité ;

**PEHD** : Polyéthylène haute densité ;

**PET** : Polyéthylène téréphtalate ;

**PVC** : polychlorure de vinyle ;

**SiO<sub>2</sub>** : Silice ;

**Na<sub>2</sub>O** : d'oxyde de sodium ;

**CaO** : d'oxyde de calcium;

**PVDC** : Chlorure de polyvinylidène ;

**K<sub>232</sub>** : Coefficient d'extraction spécifique à 232nm ;

**K<sub>270</sub>** : Coefficient d'extraction spécifique à 270nm ;

**VO** : Verre opaque ;

**P** : Plastique ;

**R•** : Radical libre d'acide gras

**R-H**: Acide gras.

**ROO•**: Radical hydroperoxyde.

**ROOH**: Radical hydroperoxyde.

## Liste des figures

<b>Figure 01</b> : principaux composés phénoliques de l'huile d'olive. Aucune entrée de table des matières n'a été trouvée. ....	7
<b>Figure 02</b> : Structure générale d'un squalène.....	8
<b>Figure 03</b> : Principaux stérols de l'huile d'olive.....	8
<b>Figure 04</b> : Structure chimique du $\beta$ - carotène.....	10
<b>Figure 05</b> : Principaux stérols de l'huile d'olive.....	10
<b>Figure 06</b> : Principaux dialcools tritérpeniques de l'huile d'olive.....	11
<b>Figure 07</b> : Intensité de l'oxydation en fonction du temps.....	15
<b>Figure 08</b> : Hydrolyse du glycérol et libération des acides gras .....	16
<b>Figure 09</b> : Différents types d'interaction entre la matrice alimentaire et l'emballage plastique	23
<b>Figure 10</b> : Exemple de migrations possibles dans le cas d'une bouteille en PET .....	24
<b>Figure N°11</b> : Valeurs moyenne d'indice d'acidité en % pour les huiles d'olive analysées en fonction de l'emballage et la durée de stockage.....	42
<b>Figure 12</b> : Valeurs moyenne d'indice de peroxyde en meq d'O <sub>2</sub> /kg pour les huiles d'olive analysées en fonction de l'emballage et la durée de stockage.....	43
<b>Figure 13</b> : Valeurs moyenne d'indice d'iode en g / 100g pour les huiles d'olive analysées en fonction de l'emballage et la durée de stockage.....	44
<b>Figure N° 14</b> :Valeurs moyenne d'extinction spécifique à 232 nm pour les huiles d'olive analysées en fonction de l'emballage et la durée de stockage. ....	45
<b>Figure N°15</b> Valeurs moyenne d'extinction spécifique à 270 nm pour les huiles d'olive analysées en fonction de l'emballage et la durée de stockage.....	46
<b>Figure N° 16</b> : Valeurs moyennes de la teneur en eau et en matières volatiles (%) de l'huile d'olive en fonction de l'emballage et la durée de stockage .....	47
<b>Figure 17</b> : Valeurs moyenne en chlorophylles (ppm) d'huiles d'olive analysées en fonction de l'emballage et la durée de stockage. ....	48

<b>Figure 18 :</b> Valeurs moyenne en caroténoïdes (ppm) d'huiles d'olive analysées en fonction de l'emballage et la durée de stockage. ....	49
<b>Figure : 17</b> Valeurs moyenne en phénols totaux pour les huiles d'olive analysées en fonction de l'emballage et la durée de stockage. ....	50
<b>Figure N°19 :</b> Valeurs moyenne en ortho-diphénols (ppm) de huile d'olive analysées en fonction de l'emballage et la durée de stockage. ....	51
<b>Figure 20 :</b> Valeurs moyenne de teste de schall d'huiles d'olive analysées en fonction de l'emballage et la durée de stockage. ....	52

## Liste des tableaux

<b>Tableau I :</b> Caractéristiques physico-chimique de l'huile d'olive vierge .....	3
<b>Tableau II :</b> La composition de l'huile d'olive en triglycérides .....	5
<b>Tableau III:</b> La composition moyenne de l'huile d'olive en acide gras.....	8
<b>Tableau IV :</b> limites de la composition stérolique des huiles d'olives .....	10
<b>Tableau V:</b> Structure des principaux tocophérols.....	10
<b>Tableau VI:</b> Rôle de l'emballage .....	22
<b>Tableau VII:</b> Avantages et inconvénients des principaux matériaux d'emballage.. .....	30
<b>Tableau VIII:</b> caractéristiques principales et les paramètres utilisés de ce système d'extraction	31
<b>Tableau IX :</b> Composition en acides gras (%) des l'huiles d'olive analysées .....	53



# ***Introduction***

## Introduction

L'huile d'olive est une des principales composantes du régime dit « méditerranéen », connu pour son action bénéfique sur la santé. Elle est caractérisée par sa composition particulière en acides gras, en composés mineurs appartenant à la fraction insaponifiable des huiles végétales. Ses caractéristiques physicochimiques et organoleptiques sont définies par la norme commerciale du Conseil Oléicole International (**COI, 2009**)

Elle contient une forte teneur en acide gras mono-insaturés représentée par l'acide oléique de la famille oméga-9 (65 à 80 %), 15 % d'acides gras saturés et 10 % d'acides gras polyinsaturés représentés par l'acide linoléique oméga-6 dominant et des traces de l'acide  $\alpha$ -linoléique oméga-3, acides gras essentiels, indispensables car non synthétisables par l'organisme humain. Les composés mineurs sont représentés par les phénols, tocophérols, caroténoïdes et les stérols (**AMCHA, 2012**)

Parmi les huiles végétales les plus consommées par l'homme, l'huile d'olive est la plus appréciée sa saveur caractéristique, sa valeur nutritionnelle et ses vertus thérapeutiques.

Malheureusement, la qualité de cette huile est souvent affectée non seulement par les facteurs agronomiques et techniques, mais aussi par les conditions et la durée de son stockage, qui sont à l'origine des attaques de type oxydatif résultats de l'auto oxydation et la photo oxydation qui conduisent à la dégradation organoleptique avec l'apparition d'une saveur de rance caractéristique des huiles oxydées.

La conservation de la qualité de l'huile d'olive est intimement liée aux techniques employées pour le stockage ainsi qu'à l'emballage utilisé pour le conditionnement. A cet effet la pratique d'emballage occupe une place de plus en plus grande dans la vie du consommateur ; c'est une matière indispensable pour la protection, la conservation, le transport, l'information et l'usage des aliments.

Un bon emballage doit assurer une bonne protection du produit alimentaire pendant toute sa durée de vie, cette dernière dépend de la perméabilité du matériau d'emballage à l'humidité, aux rayonnements, aux gaz (particulièrement à l'oxygène) ainsi que l'inertie chimique de l'emballage lui-même vis-à-vis de son contenu.



***Partie Bibliographique***

***Chapitre I : L'huile  
d'olive***

## I.1. Définition de l'huile d'olive

Le conseil oléicole international (COI, 2015) définit l'huile d'olive comme étant huile provenant uniquement du fruit de l'olivier (*Olea europaea L*) à l'exclusion des huiles obtenues par solvants ou par des procédés de réestérification et de tout mélange avec des huiles d'autres natures.

## I.2. Différentes qualité de l'huile d'olive

Parmi les huiles végétales alimentaires, l'huile d'olive occupe un rang privilégié notamment par le fait que cette huile, soit consommée surtout à l'état vierge. Le conseil oléicole international (2015) a classé l'huile d'olive en quatre catégories.

### I.2.1. L'huile d'olive vierge

C'est l'huile obtenue du fruit de l'olivier uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions, thermiques notamment, qui n'entraînent pas l'altération de l'huile, et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage, broyage, la décantation, la centrifugation et la filtration (COI, 2015).

#### Les huiles d'olives vierges propres à la consommation en l'état comportent

- **Huile d'olive vierge extra** : huile d'olive vierge libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,8 g /100g ;
- **Huile d'olive vierge** : huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 2g / 100g ;
- **Huile d'olive courante** : huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est maximum de 3,3g / 100g.

**Les huiles d'olives vierges non propre à la consommation en l'état ; dénommée huile d'olive vierge exprimée en acide oléique est supérieurs à 3,3g /100g.**

Elle est destinée aux industries du raffinage ou à des usages techniques (COI, 2015).

### I.2.2. Huile d'olive raffinée

Huile d'olive obtenue à partir des huiles d'olive vierges par des techniques de raffinage qui n'entraînent pas de modification de la structure glycérique initiale. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,3g/100g (COI, 2015).

### **I.2.3. L'huile d'olive**

Commercialisée comme telle, elle est constituée par le mélange d'huile d'olive raffinée et d'huile d'olive vierge, propres à la consommation en l'état, son acidité libre exprimée en acide oléique est maximum 1g /100g (COI, 2015).

### **I.2.4. L'huile de grignon d'olive**

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

#### **I.2.4.1. Huile de grignon d'olive brute**

Elle est destinée au raffinage en vue de son utilisation pour la consommation humaine ou destinée à des usages techniques (COI, 2015).

#### **I.2.4.2. Huile de grignon d'olive raffinée**

L'huile obtenue à partir d'huile de grignon d'olive brute par des techniques de raffinage n'entraînant pas de modification de la structure, soit en mélange avec l'huile d'olive vierge, son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,3g/100g (COI,2015).

#### **I.2.4.3. Huile de grignon**

L'huile constituée par le mélange d'huile de grignon d'olive raffinée et d'huile d'olive vierge propres à la consommation en l'état, son acidité libre exprimée en acide oléique est maximum de 1g /100g (COI, 2015).

## **I.3. Caractéristiques de l'huile d'olive**

### **1.3.1 Caractéristiques physico-chimiques**

Les principales caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive sont rassemblées dans le tableau I.

**Tableau I :** Caractéristiques physico-chimique de l'huile d'olive vierge (COI, 2015 ; CE, 2002).

<b>Caractéristiques physico-chimique de l'huile d'olive vierge</b>	
Teneur en eau (%)	$\leq 0,2$
Densité relative (20°C/eau à 20°C)	0,910 – 0,916
Acidité(%)	$\leq 2,0$
Indice de réfraction ( $n_D$ 20°C)	1,4677 – 1,4705
Indice de peroxyde (még O <sub>2</sub> kg d'huile)	$\leq 20$
Indice d'iode (g d'iode /100g d'huile)	75 – 94
Indice de saponification (mg KOH d'huile)	184 – 196
Absorbance ultraviolet à 270 nm	$\leq 0,25$
Absorbance ultraviolet à 232 nm	$< 2,60$
$\Delta K$	$\leq 0,01$
Insaponifiable (g kg)	15

### 1.3.2 Caractéristiques organoleptiques

L'huile d'olive est un liquide limpide, transparent, jaune ou jaune vert, d'odeur caractéristique, pratiquement insoluble dans l'alcool, miscible à l'éther diéthylique et à l'éther de pétrole (BOUHADJA, 2011).

L'évolution organoleptique de l'huile d'olive vierge est fonction des attributs positifs et négatifs et le classement de ces huiles est déterminé par un jury de dégustateurs sélectifs. (OUAOUICH et CHIMI, 2007).

#### ❖ Attributs positifs

- **Fruits :** Ensemble des sensations olfactives caractéristiques de l'huile, dépendante de la variété des olives, provenant de fruits sains et frais, vert ou mûrs ;
- **Amer :** Gout caractéristique de l'huile obtenue d'olives verts ou au stade de la véraison ;
- **Piquant :** Sensation tactile de picotement, caractéristique des huiles produites au début de la campagne à partir des olives vertes.

### ❖ Attributs négatifs

- **Chômé** : Flaveur caractéristique de l'huile extraite d'olives entassées dans un état avancé de fermentation anaérobie ;
- **Moisi-humide** : Flaveur caractéristique de l'huile obtenue d'olives attaquées par des moisissures et levures par suite d'un stockage des olives pendant plusieurs jours dans l'humidité ;
- **Lies** : Flaveur caractéristique de l'huile restée en contact avec les « boues » de décantation dans les piles et les cuves ;
- **Vineux -Vinaigré** : Flaveur caractéristique de certaines huiles rappelant le vin ou le vinaigre. Cette flaveur est due à un processus de fermentation des olives qui donne de l'acide acétique, acétate d'éthyle et éthanol ;
- **Métallique** : flaveur qui rappelle les métaux. Elle est caractéristique de l'huile qui est demeurée longtemps en contact avec des surfaces métalliques, au cours du procédé de broyage, de malaxage, de pression ou de stockage ;
- **Rance** : flaveur des huiles ayant subi un processus d'oxydation intense.

D'autres attributs négatifs peuvent exister par exemple cuit ou brute margines, saumure terre, etc.

## I.4. La composition chimique de l'huile d'olive

L'huile d'olive renferme une partie saponifiable (98%) formée principalement de triglycérides et d'acide gras libre et une partie insaponifiable (2%) comportant un mélange complexe des composés mineur (**LAZZEZ et al., 2006**).

La composition chimique de l'huile d'olive varie largement selon la variété, le degré de maturation du fruit, des conditions environnementales, des régions et leur technique d'extraction ainsi que le stockage des olives (**CICHELLI et PERTEZANA, 2004**).

### I.4.1. Fraction saponifiable (majeure)

#### I.4.1.1. Triglycérides

Les triglycérides sont formés par une molécule de glycérol dont chacune des trois fonctions hydroxyyles est estérifiée par une molécule d'acide gras (**PERRIN, 1992 et JEANITET et al., 2006**).

Cette partie triglycéridique est caractérisée par sa composition en Acide gras et sa structure glycéridique c'est-à-dire la position occupée par chaque acide gras sur chacune des trois fonctions alcool du glycérol.

Le triglycéride majoritaire de l'huile d'olive est la trioléine (OOO) (RYAN *et al.*, 1998).

Les principaux triglycérides sont présentés dans le tableau suivant :

**Tableau II** : La composition de l'huile d'olive en triglycérides (RYAN *et al.*, 1998).

Nature	% Triglycérides
OOO	40 – 60
POO	16 -20
OOL	10 -20
POL	5 – 7
SOO	3 – 7

**O** : Acide oléique

**L** : Acide linoléique

**P** : Acide palmitique

**S** : Acide stéarique

#### I.4.1.2. Les acide gras

L'huile d'olive est l'une des matières grasses les plus riche en acides gras mono-insaturés, en particulier l'acide oléique qui représente 55 – 83%des acide gras totaux (AIT YACINE *et al.*, 2002).Elle est constituée d'un pourcentage modéré d'acide gras polyinsaturés essentiel notamment l'acide linoléique et l'acide  $\alpha$ - linoléique, et d'acides gras saturés comme les acides palmitique et stéarique (CALABRESE, 2002).

La variabilité dans dépend largement du génotype du cultivar (BARRANCO *et al.*, 2001), mais également du climat, de la région de culture, du degré de maturation des olives au moment de la récolte, de la technique d'extraction et des conditions de stockage (AIT YACINE *et al.*, 2002). La composition en acides gras de l'huile d'olive fixée par le conseil oléicole international (COI, 2008) est représentée dans le tableau 03.

**Tableau III:** La composition moyenne de l'huile d'olive en acide gras (COI, 2008).

Acides gras	Formule brute	Teneur en %
Myristique	(C14 :0)	≤ 0,05
Palmitique	(C16 :0)	7,5 - 20,0
Palmétolique	(C16 :1)	0,3 - 3,5
Heptadecanoïque	(C17 :0)	≤ 0,3
Heptadecénoïque	(C17 :1)	≤ 0,3
Stéarique	(C18 :0)	0,5 - 5,0
Acide oléique	(C18 :1)	55,0 - 83,0
Linoléique	(C18 :2)	3,5 - 21,0
Linoléénique	(C18 :3)	≤ 1,0
Arachidique	(C28 :0)	≤ 0,6
Gadoléique (eicosénoïque)	(C20 :1)	≤ 0,4
Behénique	(C22 :0)	≤ 0,2
Lignocérique	(C22 :0)	≤ 0,2

#### I.4.2. Fraction insaponifiables(Mineurs)

Cette fraction représente généralement une teneur faible (0,5 à 2%) de l'huile. Elle renferme un mélange extrêmement complexe de composés variés (PERRIN, 1992). Certains ont un effet sur la santé humaine, d'autres renforcent la stabilité de l'huile, d'autres encore sont responsables de sa saveur. On peut les séparer en : hydrocarbures, chlorophylles, tocophérols,  $\beta$ - carotène, phénols et dérivés, esters, acides terpéniques, aldéhydes, cétones, alcools et stérols (GILLES, 2003).

##### I.4.2.1. Les composés phénoliques

L'huile d'olive vierge est la seule huile qui contient des polyphénols naturels en quantités appréciables (RANCERO, 1978). La teneur en ces composés est très variable : 500 ppm selon (VISIOLLI et GALLI, 2002).

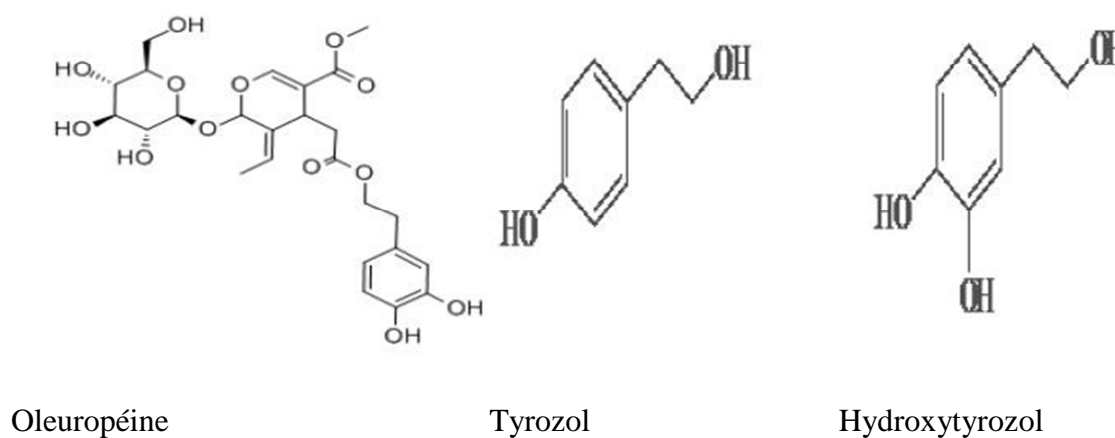
Les composés phénoliques sont très variables d'une huile à une autre, tant sur le plan quantitatif que qualitatif.

L'origine géographique a une forte influence sur le développement de certains phénols (VINHA *et al.*, 2005).

Le second facteur influençant la composition phénolique est la culture de l'olivier, notamment les systèmes d'entretien des arbres ou le système d'irrigation (**GOMEZ *et al.*, 2009**).

Les principaux composés phénoliques présents dans les huiles d'olive vierge sont le tyrosol, l'hydroxytyrosol et leur précurseur, l'oleuropéine (**GILLIES, 2003**). Les composés phénoliques confèrent à l'huile son goût si particulier à la fois amer et fruité (**SESVILLI *et al.*, 2003**). Ils contribuent pour une grande part à la bonne stabilité des huiles d'olives vierges (**SIFI *et al.*, 2001**).

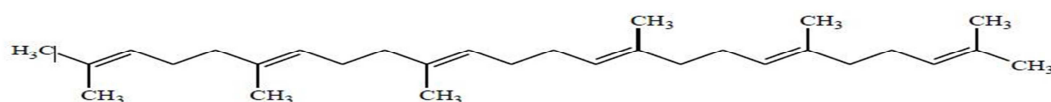
Des études montrent que ces composés ont des propriétés bénéfiques sur la santé humaine, ces effets bénéfiques permettent la prévention des phénomènes de vieillissement en effet, on a observé le rôle protecteur de l'huile d'olive face au vieillissement cérébral et de façon expérimentale, une augmentation de l'espérance de vie. Le rôle antioxydant de ces composés pourrait de façon plus spécifique protéger les lipoprotéines des processus oxydatifs mais leur activité est variable selon leur structure (**KHADYBA *et al.*, 2010 ; POPOVICI. *et al.*, 2009**).



**Figure 01** : principaux composés phénoliques de l'huile d'olive.

#### I.4.2.2. Les yhydrocarbures

Ce sont quantitativement 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 stérol. (**SAMANIEGO-SANCHEZ *et al.*, 2010**).



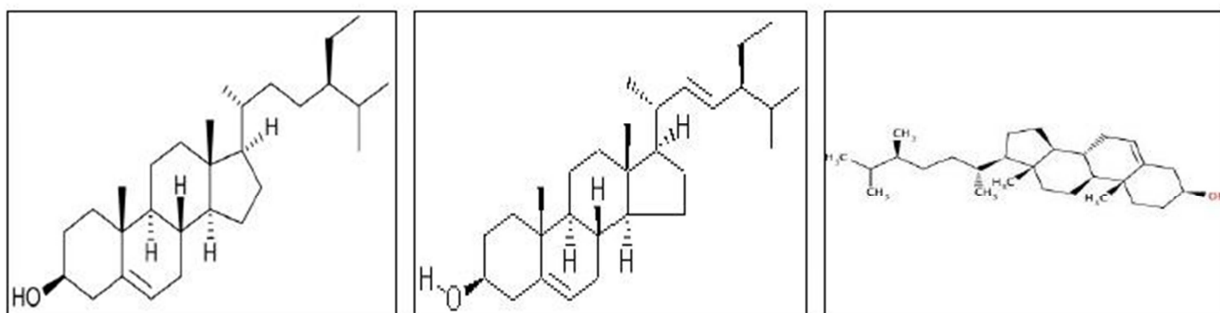
Squalène

**Figure 02 :** Structure générale d'un squalène

### I.4.2.3. Les stérols

Les stérols représentent les constituants majeurs de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive (20%) et sont présents sous forme libre et estérifiée avec les acides gras (**PHILLIPS *et al.*, 2002**).

Plusieurs études ont identifiées trois principaux stérols dans les huiles d'olive : le  $\beta$ -sitostérol, le campesterol et le stigmasterol (**BENTEMINES *et al.*, 2000** ; **STITIN, 2002**).

 $\beta$  – Sitostérol

Stigmasterol

Campesterol

**Figure 03 :** Principaux stérols de l'huile d'olive.

À côté de ces trois stérols, l'huile d'olive renferme d'autres composés en quantités non négligeables, à savoir :  $\Delta^5$ -avénastérol,  $\Delta^7$ -stigmasterol,  $\Delta^7$ -campesterol,  $\Delta^7$ -avénastérol, le cholestérol, clérostérol, et le  $\Delta^5$ -24 stigmasteradiénol.

Les teneurs en stérols de l'huile d'olive varient de 100 à 300 mg / kg (**RYAN *et al.*, 1998** ; **MATOS *et al.*, 2007**). Ces teneurs varient en fonction de la variété, de la maturité des olives (**AJANA *et al.*, 1998** ; **PARDO *et al.*, 2007**) et de l'origine géographique des olives (**BEN TEMIME *et al.*, 2008**).

Les stérols de l'huile d'olive, en particulier le  $\beta$ -sitostérol et le  $\Delta^5$ -avénastérol, sont dotés de propriétés antioxydantes (**BEN TAKAYA et HASSOUNA, 2005**).

**Tableau IV : limites de la composition stérolique des huiles d'olives (COI et CE 2015).**

<b>Stérols (mg /100g)</b>	<b>Limites fixées par C.O.I et C.E</b>
Cholestérol	$\leq 0,5$
Brassicastérol	$\leq 0,1$
Campestérol	$\leq 4$
Stigmastérol	$< \text{campestérol}$
$\Delta$ -Sitostérol	$\geq 93,0$
$\Delta$ 5-Avénaatérol	-
$\Delta$ 7-Stigmastérol	$\leq 0,5$
$\Delta$ 7-Avénaatérol	-

La composition de la fraction stérolique est utilisée dans la caractérisation variétale, l'estimation de pureté de l'huile et elle est considérée comme un indicateur de la meilleure période de récolte (AJANA *et al.*, 1999 et GUITIERREZ et IZQUIERDO, 1994).

#### **I.4.2.4. Les pigment**

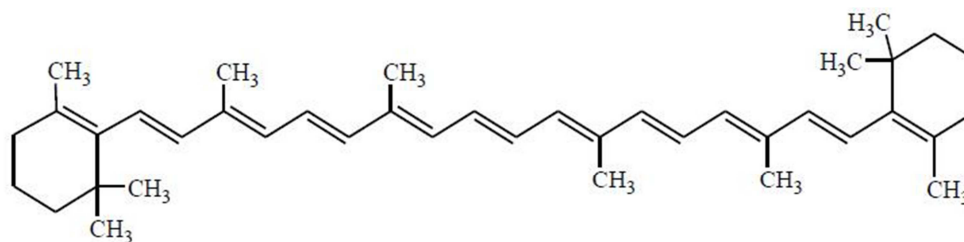
La couleur d'huile d'olive est le résultat des tonalités vert et jaune dues à la présence des chlorophylles et des caroténoïdes (BOSKOU *et al.*, 2006).

➤ **Chlorophylle** : Les pigments chlorophylliens sont dans l'huile d'olive à une teneur de 1 à 20 ppm (RYAN *et al.*, 1998) . Ils ont un pouvoir photosensibilisateurs et peuvent être par conséquent à l'origine de l'oxydation des huiles (RAHMANI, 1989).

➤ **Caroténoïdes** : La teneur de l'huile d'olive vierge en carotènes est de 0,3 – 4 ppm (PERRIN, 1992).

Les carotènes sont des substances naturelles impliquées dans les mécanismes d'oxydation de l'huile, leur présence en quantités suffisantes dans l'huile retarde le Phénomène de la photooxydation et préserve les paramètres de qualité de l'huile au cours du Stockage (LAZZEZ *et al.*, 2006).

Les principaux caroténoïdes présents dans l'huile d'olive sont la lutéine 3à 60%, le  $\beta$ -carotène 5 à 15% et les xanthophylles (KARLESKIND, 1992).



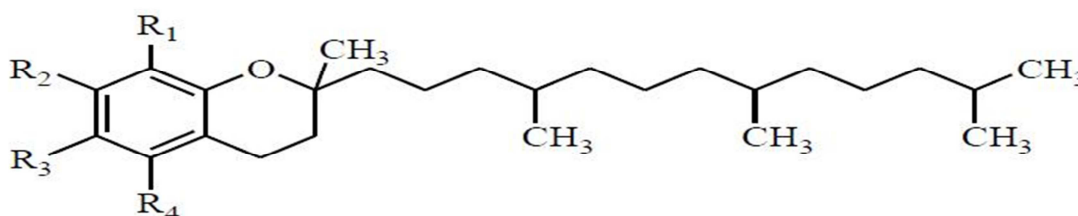
**$\beta$ - carotène**

**Figure 04** : Structure chimique du  $\beta$ - carotène

#### I.4.2.5. Les tocophérols

Les tocophérols  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ , et  $\delta$  qui se distinguent par leur activité biologique antioxydant sont présents dans l'huile d'olive (**CABRINI *et al.*, 2001**). L'alpha-tocophérols est considéré comme un antioxydant majeur de l'huile d'olive ;il représente 90% des tocophérols totaux .Sa teneur varie de 1,2 à 43 mg /100g (**GILLES, 2003**). La quantité de ces molécules présentes dans l'huile est sa maturité ainsi que les conditions et la durée de conservation des olives.

Les autres tocophérols ( $\beta$  et  $\gamma$ ) ne sont présents qu'a l'état de traces (**GILLES, 2003**). Outre son activité vitaminique, ce composé a un effet protecteur plus en plus important vis- à vis du phénomène de photooxydation que la concentration soit plus élevée, comme il protège le  $\beta$ -carotène contre l'oxydation (**RAHMANI et SAAD, 1998**).



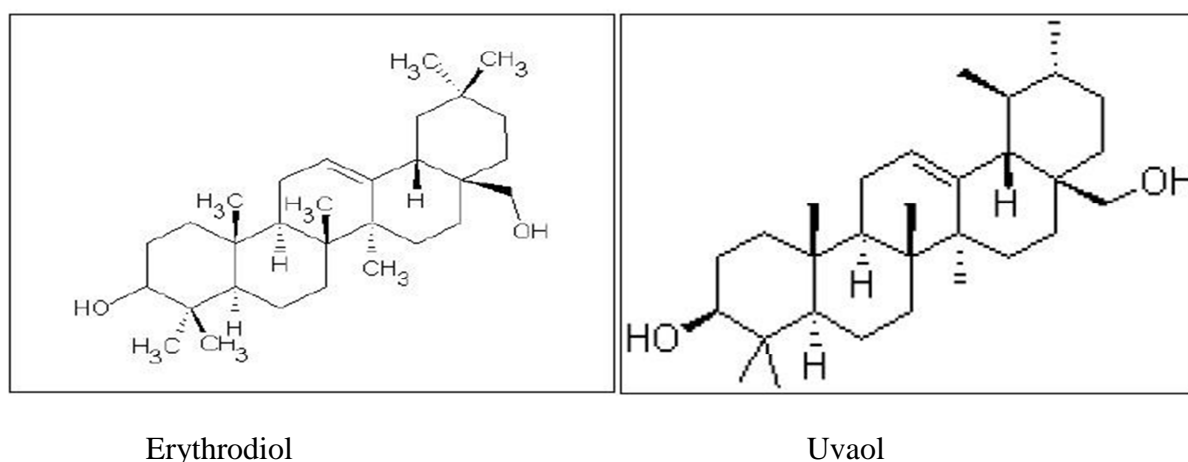
**Tocophérol**

**Figure 05** : Structure chimique de tocophérol.

#### I.4.2.6. Les alcools

##### ➤ Les dialcools tritérpeniques

La fraction insaponifiable de l'huile d'olive contient deux composés alcooliques tritérpéniques pentacycliques : l'erythrodiol et l'uval. La détermination de ces deux composés peut être utile pour la détection de l'huile de grignon dans l'huile d'olive vierge (SAVCHEZCASAS *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.



**Figure 06** : Principaux dialcools tritérpeniques de l'huile d'olive.

Les composant dominant de cette famille est le 24- méthylène-cycloarthénol. Il ya aussi le cycloarthénol et le bêta-amirine. Le premier triterpène synthétisé chez l'olivier est le cycloarthénol qui est obtenu suite à une cyclisation du squalène (LOPEZ-LOPEZ *et al.*, 2008).

➤ **Les Alcools terpéniques** : Le composant dominant de cette famille est de 24-méthylène- cycloarthénol. Le premier triterpène synthétisé chez l'olivier est le cycloarthénol qui est obtenu suite à une cyclisation du squalène (LOPEZ- LOPEZ *et al.*, 2008).

**Les alcools aliphatiques** : Les alcools aliphatiques les plus importants rencontrés dans l'huile d'olive le Docosanol C22, tetracosanol C24 et hexacosanol C26. Selon les auteures (RIVERA de LÄLAMO *et al.*, 2004 ; LOPEZ-LOPEZ *et al.*, 2008). Le mode d'extraction des huiles influenc fortement la teneur en alcool.

#### 1.4.2.7. Les composés aromatiques

Plus de cent composés contribuent à l'arôme délicat et unique de l'huile d'olive. Ces composés proviennent des fruits et ils sont incorporés à l'huile durant le broyage et le

malaxage des olives (SOLAS *et al.*, 2000 ; ANGEROSA *et al.*, 2001). Ils sont constitués d'un mélange de composés volatils tels que les hydrocarbures, les aldéhydes, les alcools, les cétones, les furanes et les esters, qui sont des molécules de faible poids moléculaire (VICHI *et al.*, 2003 ; LUNA *et al.*, 2006).

Ces composés volatiles sont majoritairement des produits de l'oxydation des acides gras d'une manière générale, les enzymes endogènes présentes dans l'olivier vont dégrader les acides gras par des voies de lipoxygénase et ces produits de dégradation vont être associés aux perceptions positives des arômes de l'huile d'olive. A l'inverse, les produits d'oxydation chimique ou dus à des enzymes exogènes (activité microbiologiques) seront généralement associés à des défauts sensoriels (VENKATESHWARLU, 2004).

La teneur en composés volatils dépend étroitement de l'activité des enzymes de la voie de la lipoxygénase et varie selon les cultivars, le degré de maturité des olives, le stockage des olives, l'opération de lavage, le temps et la température du malaxage, des conditions climatiques et l'état sanitaire des olives. (MILIAUSKAS *et al.*, 2004 ; RUNCIO *et al.*, 2008).

#### 1.4.2.8. Les contaminants

L'huile d'olive vierge comme tous produits d'origine végétale préparée industriellement, peut contaminée lors du procédé technologique, du conditionnement, etc. certains contaminants sont sans effet important (eau, matière volatiles) et d'autre à surveiller car ils peuvent poser des problèmes au plan de la qualité et même de sécurité alimentaire du consommateur tel que (UZZAN, 1992).

Parmi les contaminants à surveiller on peut citer :

➤ Les métaux à l'état de traces (fer, cuivre, mais aussi surtout le Pb, Cd, Hg, As). La teneur en ces dernier ne doit pas être supérieurs aux valeurs admises, soit 0,05-0,1 ppm (UZZAN, 1992).

➤ Les yhydrocarbures aromatiques polycycliques

➤ Les pesticides organochlorés ou phosphorés notamment, dont certains sont utilisés pour lutter contre la mouche de l'olivier (UZZAN, 1992).

## 1.5. Evaluation physicochimiques de l'huile au cours de stockage

### 1.5.1. Altération chimiques des huiles

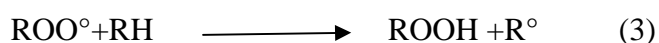
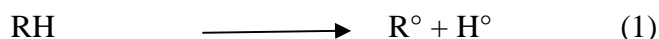
Tous les corps gras subissent au cours de leur conservation ou de leur utilisation des altérations oxydatives. Les principaux composés oxydables sont les acides gras insaturés, à l'état libre ou estérifiés en triglycérides, d'autres composés de nature liposolubles, stérol, les phénomène d'oxydation des acides gras conduit à une dégradation organoleptique, avec apparition d'une flaveur (odeur, goût...) caractéristique « rance » qui modifie la qualité marchande du produit.

#### 5.1.1.1. L'oxydation

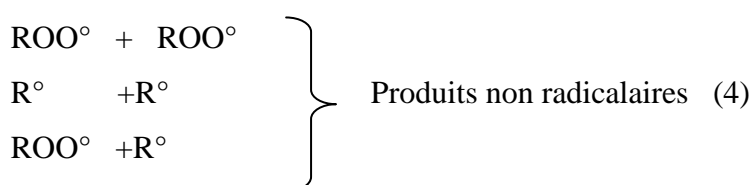
##### A.L'auto-oxydation

L'auto oxydation est un enchaînement de réactions qui radicalaires qui se déroulent qui se déroulent en 3 étapes. **L'initiations** est la phase de déclenchement où se forme un premier radical libre. En présence d'un initiateur, les acides gras insaturés perdent un hydrogène à proximité de la double liaison pour former des radicaux libres (1). Cette réaction peut être produite par une dissociation thermique, par des catalyseurs métalliques ou par des radiations ionisantes.

Dans une deuxième étape, celle de la **Propagation** des radicaux libres formés fixent l'oxygène et former des radicaux peroxydes instables (2) qui réagissent avec d'autres molécules d'acides gras et conduisent à de nouveaux radicaux et à des hydro peroxydes (3).



Finalement les radicaux libres dans le milieu réagissent entre eux et forment des produits non radicalaires, c'est la réaction de **terminaison** (4).



Globalement, ce processus conduit à des hydrocarbures, des aldéhydes, des cétones, des acides, des esters, des peracides, des peroxydes, mais aussi à des produits de polymérisation (KAHOULI, 2010).

## B. L'oxydation enzymatique

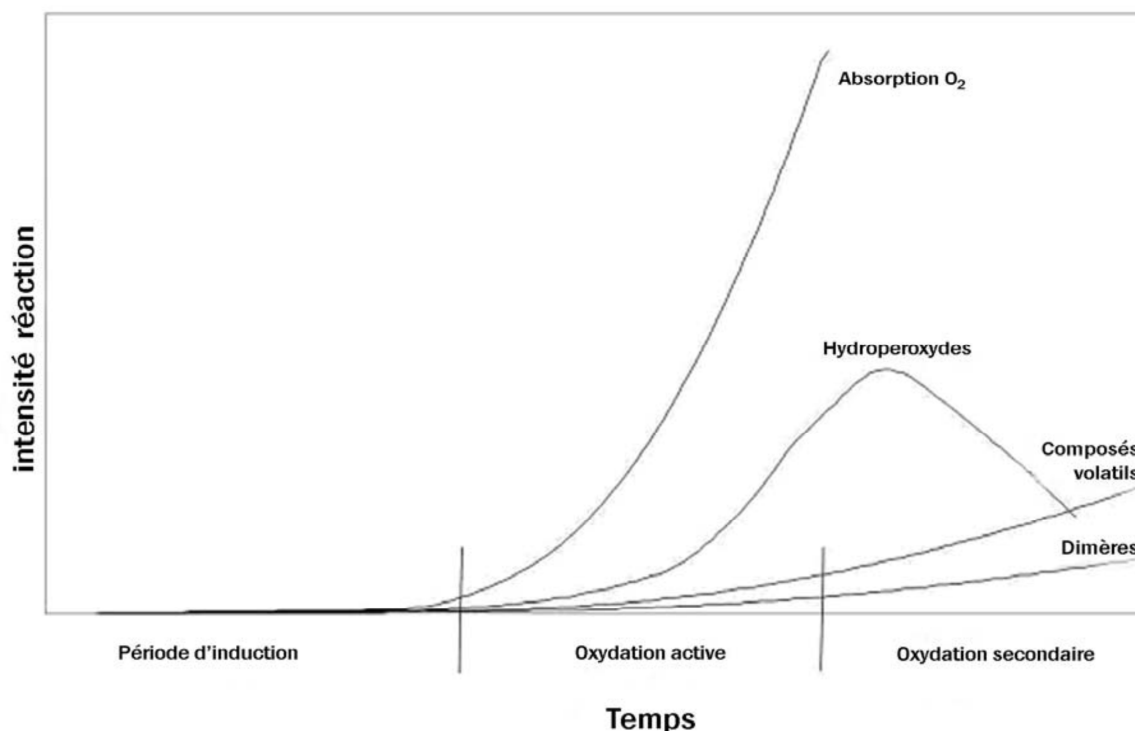
L'enzyme principalement impliquée est la lipoxigénase qui catalyse l'insertion d'une molécule d'oxygène sur un acide gras insaturé selon une réaction stéréospécifique, et aboutit à la formation d'hydroperoxydes. Elle agit spécifiquement sur les acides gras non estérifiés (BOUHADJRA, 2011).

## C. La photo-oxydation

Les hydroperoxydes peuvent aussi provenir de réactions catalysées par la lumière, à travers un mécanisme de photo- oxydation mettent en ouvre un pigment photo sensibilisateur (CUVELIER *et* MAILLARD, 2012).

La photo-oxydation dépendrait de la quantité totale de pigment chlorophylliens (pro oxydants) et d'antioxydants naturels (carotène, tocophérols, phénols) présent dans l'huile d'olive (TANOUTI *et al.*, 2011).

**Selon le conseil supérieur de la sante (2010)**, L'évolution de l'oxydation ou son intensité en fonction de temps figures 8 se caractérise par une phase d'induction ou de latence, au cours de laquelle presque aucune oxydation ne se produit (l'aliment est stable et aucun produit d'oxydation ne se forme pendant cette période). La dure de celle-ci est déterminée par une série de facteurs (température, eau, lumière), qui accélèrent ou ralentissent la réaction. Les pro-oxydants raccourcissent cette phase de stabilité alors que les antioxydants la rallongent. Après cette période, on constate une phase exponentielle pendant laquelle l'oxydation augmente considérablement en raison de la nature de la réaction. Des produits présentant une odeur anormale sont formés ainsi que des composés imperceptibles au niveau sensoriel.



**Figure 07 :** Intensité de l'oxydation en fonction du temps (Conseil Supérieur de la Santé, 2010).

#### D. Les conséquences de l'oxydation sur les qualités alimentaires

Selon (COSSUT *et al.*, 2002), l'oxydation (rancissement) a des conséquences sur la Qualité alimentaires :

- ✓ Qualités nutritionnelles : Pertes en acides gras insaturés qui sont les plus importants car certains ne peuvent pas être synthétisés par l'homme. Donc les insaturés sont les Plus fragiles. Il y'a formation des pertes en vitamines et en protéines ;

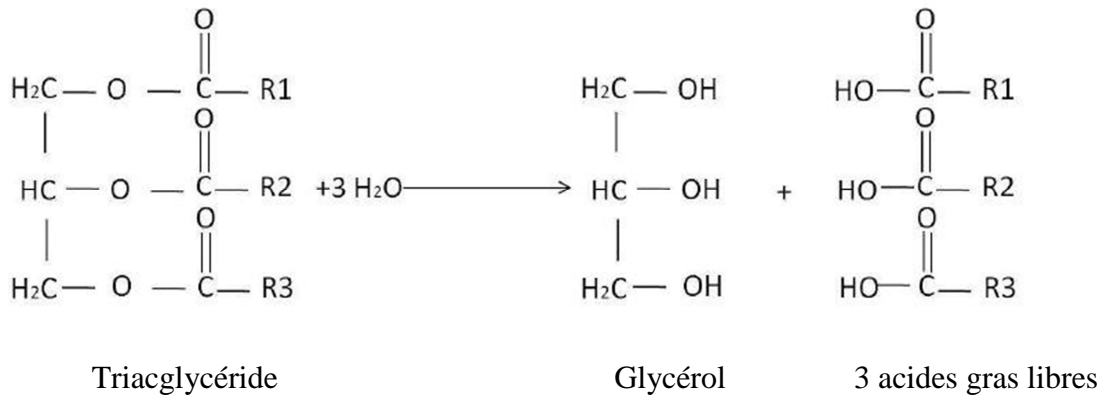
- ✓ Qualités hygiéniques : pas de problème bactériologique, mais en terme de qualité chimique, il y'a formation de composés plus ou moins toxiques. En effet, les hydroperoxydes formés dégradent les membranes cellulaires et les époxydes n'étant pas métabolisables, s'accumulent et entraînent différentes hypertrophies d'organes ;

- ✓ Qualités organoleptiques : apparition de saveurs rances dues aux acides et aux cétones, ainsi qu'aux aldéhydes.

##### 5.1.1.2. Hydrolyse / altération / hydrolytique / acidification

Dans une huile, les acides gras naturels sont essentiellement présents sous forme de triglycérides (98-99%). L'hydrolyse de ces derniers libère les acides gras (Figure 09) donc

leur dosage permet d'avoir un état de l'avancement de la dégradation de l'huile (**VIELLET, 2010**).



**Figure 08** : Hydrolyse du glycérol et libération des acides gras

Cette hydrolyse, soit enzymatique, est due à plusieurs facteurs : les moisissures, les fermentations, une maturité tops élevée, la mouche de l'olive et les fruits blessés. Ces phénomènes entraînent des lyses, cellulaires dans la pulpe des olives se ce qui entraîne la mise en contact de l'huile, initialement contenue dans les vacuoles, avec les systèmes enzymatiques et l'eau du cytoplasme dont l'équilibre de la réaction dépend de la proportion de cette eau au contact du corps gras. Les lipases et les hydrolases sont les enzymes responsables de cette dégradation qui sont le plus souvent exogènes, produites par des moisissures qui se développent sur et dans les olives (**SERROUKH, 2013**)

### 5.1.1.3. Altération thermique

Le chauffage des lipides à des températures supérieures à 100°C, conduit à la formation des polymères, de composés cycliques ou isoméris (**BOUHADJRA, 2011**). Les acides gras insaturés et les acides gras libres sont les plus sensibles à ces dégradations.

Les acides gras à doubles liaisons portés à température élevée peuvent se cycliser et se polymériser et surtout deviennent toxique.

Les doubles liaisons des acides gras polyinsaturés peuvent former des systèmes conjugués où elles prennent la configuration *trans*, C18 : 2 et le C18 : 3 qui sont plus sensibles à cette isomérisation.

## **1.5.2. Facteurs influençant la stabilité de l'huile durant sa conservation**

### **1.5.2.1. Influence de la température et de la concentration en oxygène**

Ce n'est pas facile de différencier les effets individuels de la température et de l'oxygène sur les processus d'oxydation de l'huile d'olive car il y'a une grande interaction entre eux. A pression atmosphérique faible ou modérée, la solubilité de l'oxygène est élevée, cela a pour conséquence l'apparition de radicaux hydroperoxydes ( $\text{ROO}^\circ$ ). Au démarrage de l'étape d'initiation, la réaction entre l'oxygène et les lipides est très rapide et les radicaux hydroperoxydes ( $\text{ROOH}$ ) formés sont les produits majoritaires (Figure 08). Sous les mêmes conditions, la vitesse de formation de ces hydroperoxydes est plus élevée par rapport à celle de leur décomposition. Les composés formés à partir des réactions terminales sont majoritaires uniquement au stade accéléré de l'oxydation, c'est-à-dire à la fin du temps d'induction, quand la concentration initiale des substances oxydables commence à diminuer (**BOUHADJRA, 2011**).

### **1.5.2.2. Effet de l'eau**

L'eau peut augmenter la vitesse d'oxydation des lipides en augmentant la mobilité des réactants. Elle peut également la ralentir en retardant la décomposition des hydro peroxydes et en diluant les catalyseurs et des inhibiteurs de l'oxydation.

La stabilité maximale des lipides observée pour les  $A_w$  (activité de l'eau) comprises entre 0,2 et 0,4 au- de là  $A_w$  de 0,7, la vitesse d'oxydation des lipides est ralentie en décroît (**SEKOUR, 2012**).

L'activité anti oxydante de l'eau est expliquée par son aptitude à convertir les sels des métaux lourds en hydrates qui diminue leur solubilité dans les huiles, en outre il ya formation des liaisons hydrogènes entre les molécules d'eau et les hydroperoxydes (**DJIOUA et HADOUCHI, 2003**).

### **1.5.2.3. Effet des métaux**

Les métaux de transition jouent un rôle important dans la génération des radicaux libres de l'oxygène, ils sont les premiers activateurs des molécules d'oxygène. L'initiation de l'oxydation lipidique par les métaux peut se faire par transfert d'électron ou par formation de complexe de transition ou de complexe avec le peroxyde qui catalysent l'auto-oxydation et la décomposition par la réaction redox. Les traces de métaux pro-oxydants (fer et cuivre sous forme libre) augmentent les cinétiques de formation des radicaux et de décomposition des hydroperoxydes pour des teneurs faible (**KAHOULI, 2010**).

#### 1.5.2.4. Effet de la lumière

La lumière (les ultraviolets) joue le rôle d'accélérateur des cinétiques des réactions d'oxydation. Elle intervient dans la photo oxydation qui constitue une voie importante de production d'hydro peroxydes en présence d'oxygène, d'énergie lumineuse et de photo sensibilisateurs tels que les hémoprotéines ou la riboflavine (KAHOULI, 2010).

Les pigments ont alors tendance à revenir à leur état fondamental en transformant l'oxygène atmosphérique ( $O_2^3$ ) en oxygène singul très réactifs ( $O_2^1$ ). Ce dernier réagit directement sur les acides gras insaturés de l'huile en donnant des hydroperoxydes (ROOH) très instables qui sont à l'origine du rancissement (BOUHADJRA, 2011).

#### 1.5.2.5. Teneur en acides gras libres

Les acides gras libres, du fait de leur dispersion plus sensibles à l'oxydation que les glycérols. L'hydrolyse des acides gras des triglycérides (CHAYA et MANSOURE, 2008).

### 1.6. Conditionnement et emballage

L'emballage est un objet qui répond à des fonctions précises en termes de conservation des produits alimentaires. C'est en quelques sortes le dernier maillon de la chaîne de fabrication du produit. Il est essentiel et dorénavant indissociable du produit alimentaire lui-même. Il est généralement associé à un conditionnement, c'est-à-dire à des opérations qui permettent de stabiliser et présenter le produit (JEANTER *et al.*, 2007).

La méthode de stockage de l'huile d'olive après la trituration peut entraîner elle aussi des pertes de phénols. Si l'huile est stockée dans des bouteilles en verre, la lumière entraîne un rancissement. Celui-ci est limité par la présence des phénols qui jouent leur rôle d'antioxydant. Cette réaction entraîne un changement dans la couleur de l'huile, ainsi qu'une modification des caractères gustatif (GRANIER, 2005).

### 1.7. Condition de stockage :

Le stockage et la conservation constituent des facteurs importants dans la qualité de l'huile destinée à la consommation (OUAINI, 2005).

En effet, une fois l'huile obtenue, il est important de la stocker, à l'abri de la lumière, dans un endroit frais et sec un minimum de contacts avec l'air, de préférence dans des récipients en acier inoxydable ou en verre et non en matière plastique qui donne un mauvais goût à l'huile (BENABID, 2009).

Conserver les huiles dans de bonnes conditions permet donc de maintenir leur qualité nutritionnelle, en garantissant une teneur en acides gras insaturé et la préservation des vitamines, ainsi que leur qualité sensorielle, en retardant l'apparition des composés volatils responsables de la note rance et premiers signes perceptibles d'une dégradation de l'huile (**CUVELIER *et* MAILLARD, 2012**).

***Chapitre II :***  
***l'emballage alimentaire***

## II. Emballage alimentaire

Au moment où le monde des matériaux se développe, où de nouvelles techniques de fabrication apparaissent, le concepteur doit avoir une parfaite connaissance des matériaux et du produit à emballer.

Dans la pratique, le choix des matériaux d'emballage est très difficile. Cette difficulté vient le plus souvent on a besoin d'un ensemble de propriétés qu'un matériau unique ne possède pas ou ne possède qu'insuffisantes.

Le choix du matériau d'emballage sera en fonction du produit à conditionner, des technologies de conservation utilisées, de la durée de vie commerciale souhaitée, des conditions de stockage, de transport et de distribution.

### II.1. Définition

Emballage : étymologiquement vient du préfixe « en » et de « balle » lequel dérive lui-même de l'ancien allemande « balla » dont le sens était de serrer avec une idée de pelotonner ; emballer c'est donc mettre en balle et par extension, un emballage est donc un produit qui doit être transporté (ABOUTAYB, 2011).

« tout objet, quelle que soit la nature des matériaux dont il est constitué, destiné à contenir et à protéger des marchandises, à permettre leur manutention et leur acheminement du production au consommateur ou à l'utilisateur, et à assurer leur présentation » (CNE, 2011).

Selon L'LNNE, (2013), l'emballage alimentaire ne doit pas présenter de danger pour la santé humaine, ne doit pas modifier les caractéristique organoleptique des aliments et ne doit pas altérer la composition des aliments.

### II.2. Différents types d'emballage

Selon JEANT *et al.* (2007), il ya trois types d'emballages :

- **L'emballage de vente (emballage primaire) :** Conçu de manière à constituer, au point de vente, un article destiné à l'utilisateur final ou au consommateur. Exemple : les pots de yaourts en plastique, en verre ou en carton ciré qui contient le produit.
- **L'emballage groupé (emballage secondaire) :** regroupe un certain nombre d'unité de vente, destinés à l'utilisateur final ou au consommateur : il peut être enlevé du produit sans en modifier les caractéristiques. Exemple : le carton autour des yaourts les regroupant par lots de 4,8, ou 12.

- **L'emballage de transport (emballage tertiaire) :** Conçu de manière à faciliter la manutention et le transport d'un certain nombre d'articles ou d'emballage groupés en vue d'éviter d'un certain nombre d'unité de vente ou d'emballage groupés en vue d'éviter leur manipulation physique et les dommages liés au transport, c'est une pellet avec housse plastique qui regroupe plusieurs colis.

L'emballage de transport ne comprend pas les conteneurs de transport routier, ferroviaire, fluvial, maritime ou aérien.

### II.3. Les fonctions de l'emballage alimentaire

Tous les emballages répondent à des fonctions précises qui n'ont guère varié dans leur principe, mais qui connaissent une importance croissante dans notre vie quotidienne :

- **Fonction de contenant :** L'emballage est avant tout un récipient, associé à des servitudes métrologiques réglementaires (obligation de l'indication exacte de la masse ou volume contenu) ;

- **Fonction de présentation :** visant à retenir l'attention et à séduire l'acheteur dans le linéaire de distribution (c'est la fonction qui intéresse les services « marketing ») ;

- **Fonction d'information :** par l'étiquetage, de plus en plus importante, a des servitudes réglementaires quant au type d'information et à la loyauté des renseignements donnés ;

- **Fonction de service :** dans la mesure où l'emballage apporte un service spécifique : flacon, saupoudreur, auto-chauffante, etc. La notion de service s'étend également à outils particulier. On pourrait inclure dans cette fonction de service une fonction de réutilisation, de nombreux emballages connaissant un second usage, par fois imprévu ; réutilisation par fois utilisée comme argument de vent ;

- **Fonction de sécurité alimentaire :** protection vis-à-vis d'une contamination ou d'une population délictueuses (Fraude, vol par substitutions, malveillance, etc) ;

- **Fonction de protection physique :** vis-à-vis du choc mécanique (manutention, palettisation, transport), des variations de température (emballage isothermes), de la lumière (matériaux filtrant les UV) ;

- **Fonction principale :** celle d'auxiliaire technologique de conservation et de protection de la qualité du produit alimentaire contre les agents extérieurs d'altération physico- chimique et biochimique des aliments associée à une obligation d'innocuité toxicologique et d'inertie

chimique des matériaux constituant l'emballage vis – à vis de son contenu. (ABOUTAYEB, 2011).

#### II.4. Rôle technique de l'emballage alimentaire

Les emballages ont pour rôle de contenir le produit, le préserver de toute contamination, permettre son transport, sa distribution, son stockage, son étalage, son utilisation et enfin sa disposition finale.

Le tableau 06 résume les différents rôles et intervenants en emballage alimentaire.

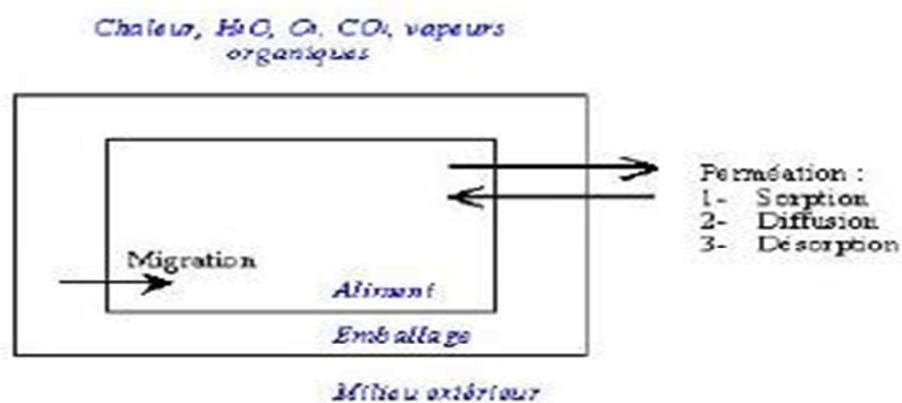
**Tableau VI:** Rôle de l'emballage (BENSLIMANE, 2014).

Rôle technique	Rôle marketing	intervenants
Contenir	Vendre	fabricants
Préserver	Communiquer	Transformateurs
Transporter	Motiver	Détaillants/grossiste
Utiliser	Informé	Consommateurs

Il est cependant rare de trouver un seul emballage qui répond à tous ces rôles, d'où la nécessité d'un ensemble de matériaux qui forment un système d'emballage parfaitement adapté au produit. L'emballage est donc un système de formes interdépendantes qui nécessite une approche globale afin de composer un système efficace.

#### II.5. Les interactions l'emballage et l'aliment

Les emballages alimentaires sont rarement inertes. L'interaction entre le contenant et le contenu peut aboutir à des transferts de matière. Ces phénomènes sont susceptibles d'altérer la qualité de l'aliment, de détériorer les propriétés mécaniques de l'emballage et de causer des problèmes toxicologiques (KONKOL, 2004). Trois types d'interactions sont possibles entre l'emballage et l'aliment la perméation, la sorption et la migration. Ces trois types de phénomènes sont illustrés dans la figure 09.



**Figure 09:** Différents types d'interaction entre la matrice alimentaire et l'emballage plastique (BERLINET, 2006).

- **La perméation** (diffusion)

La perméation se caractérise par le transfert de gaz à travers l'emballage, notamment l'O<sub>2</sub> vers l'aliment, le CO<sub>2</sub> vers l'extérieur de l'emballage et le passage des composés volatils de l'extérieur vers l'aliment. Ce phénomène doit être réduit afin d'éviter la prolifération des bactéries dans l'aliment, les pertes de carbonatation dans les boissons gazeuses, la perte des arômes ou de flaveur dans le produit fini. En effet, les propriétés organoleptiques des aliments résultent d'un équilibre entre les composés volatils qui sont susceptibles de se transférer du produit vers l'extérieur (perte d'arômes) et les substances susceptibles de passer de l'extérieur vers l'aliment (contamination de produit) (FEIGEBBAUMET *et al.*, 1993; KONKOL, 2004; ZAKI, 2008; SEVERIN *et al.*, 2011).

La figure suivante montre les différentes interactions possibles entre l'aliment, le matériau en contact et l'environnement.

- La sorption



**Figure10:** Exemple de migrations possibles dans le cas d'une bouteille en PET (HAMANI *et al.*, 2006).

Le terme de sorption, par opposition à celui de désorption, est généralement utilisé pour décrire tout processus intégrant la pénétration puis la dispersion du diffusant dans la matrice, ce processus inclut donc les phénomènes d'adsorption, d'absorption, de diffusion et de dispersion du diffusant dans un volume libre. Le transport des diffusants dépend donc de leur propre aptitude à se mouvoir et de la mobilité de la chaîne du polymère considéré.

Mis à part les substances réagissant chimiquement sur les polymères des contenus, sont susceptibles de s'adsorber sur les parois de l'emballage, puis de pénétrer dans les polymères lorsque leur masse molaire et leur encombrement stérique ne sont pas trop importants. (ZAKI, 2008).

- La migration

Le terme migration désigne la masse de ce qui migre dans l'aliment et s'exprime en mg/kg d'aliment ou en mg/d<sup>m2</sup> de surface en contact avec l'emballage (BOSSOUM, 2012).

Ce phénomène de migration dépend de la composition du matériau, de sa volatilité, de la concentration de ses molécules mais également de celle de l'aliment (HAMANI *et al.*, 2006).

D'après AUDIC *et al.* (2000) in (KOUAME, 2004), quatre situations différentes selon le type d'aliment emballé :

- ✓ Dans le cas où l'aliment serait solide, le migrant ne quitte la paroi que s'il est suffisamment volatil ; il se produit alors une désorption, vaporisation du migrant et sorption par l'aliment.
- ✓ Lorsque l'aliment est liquide, plusieurs cas de figures peuvent se présenter :
  - Le migrant se disperse bien dans l'aliment (soluble), c'est alors la diffusion dans le polymère qui contrôle la vitesse de contamination.
  - Le migrant est soluble dans l'aliment, mais ce dernier pénètre en plus dans le matériau provoquant un gonflement du polymère, accélérant et amplifiant la migration.
  - Le migrant est peu soluble ou pas soluble dans le liquide, et après une phase initiale de migration, il stagne à l'interface emballage/aliment.

Selon **LEN (2014)**, deux types de migration se distinguent :

- ✓ **La migration globale** : quantité maximale de substances non volatiles qui migrent dans des aliments, aussi appelée « migrat » ;
- ✓ **La migration spécifique** : désigne la qualité d'une substance particulière qui migre dans les alimentent, aussi désignée comme un migrant.

La migration globale est l'ensemble des migrations spécifiques. Cette dernière définition montre que lorsqu'il y a un migrant très majoritaire, sa migration spécifique est pratiquement égale à la migration globale (**MULTON et BUREAU, 1998**).

Selon **PENNARUM (2005)**, signale que le migrant potentiel est toute substance présente dans un matériau d'emballage qui peut migrer vers l'aliment. Ce pendant, seuls les migrants potentiels de masse molaire inférieur à 1000 g/mol sont susceptibles de poser un risque sanitaire.

- **La résistance mécanique**

Les emballages protègent les produits de choc extérieurs par leur résistance mécanique, qui dépend de la rigidité du matériau employé, ou par le conditionnement sous gaz (**JEANT et al., 2007**).

- **Les propriétés barrières au rayonnement**

Parmi les rayonnements lumineux, ce sont essentiellement les rayons ultraviolets qui ont tendance à dénaturer les produits. Ceux-ci peuvent être préservés par des emballages d'utiliser des emballages en carton ou en bois (JEANT *et al.*, 2007).

### III. Matériaux d'emballage

Les emballages peuvent être souples ou rigides, sachant que la forme souple remplace rapidement la forme rigide, plus classique, compte tenu des avantages qu'elle procure en termes de coûts et d'adaptabilité. Les emballages souples comprennent des matériaux tels que le film, la feuille d'aluminium ou la feuille de papier. Les emballages rigides sont à base de verre, de métal rigide ou de bois entre autres (MANILILI *et al.*, 2014).

#### III.1. Le plastique

La matière plastique est le composé macromoléculaire organique obtenu par polymérisation, polycondensation, polyaddition ou autre procédé similaire à partir de molécules de poids moléculaires inférieurs ou par modification chimiques les silicones et autres composés macromoléculaire linaires (ABOUTAYEB, 2011).

##### III.1.1 Les différentes familles de plastique

Il existe trois grandes familles de plastique : Les thermoplastiques, les thermodurcissables et les élastomères. Elles ont des propriétés différentes.

###### III.1.1.1. Les thermoplastiques

Ils ont la propriété d'être malléables lorsqu'on les chauffe, Une fois refroidis, ce sont des plastiques durs. Les thermoplastiques conservent leurs propriétés. Ils sont réversibles et facilement recyclables. Dans les thermoplastiques, il existe entre autre : Polycarbonate (utilisé pour les fours à micro-ondes), PVC (utilisé pour l'isolation et les contours de fenêtres), Polyéthylène (utilisé pour les sacs plastiques).

###### III.1.1.2. Les thermodurcissable

C'est un polymère ne pouvant être mis en œuvre qu'une seule fois. Il est insoluble est une durci, on ne peut pas changer sa forme. C'est une résine utilisée dans l'industrie, qui , après polymérisation (montée en chaleur) ne reviendra pas à son état initial (liquide ou pâteux).

### III.1.1.3 Les élastomères

Ils ont les mêmes qualités élastiques que le caoutchouc c'est-à-dire qu'ils supportent de très grandes déformations avant rupteurs. Ils ont une contrainte : ils peuvent se déformer.

Ils ont une bonne élasticité, grâce à la vulcanisation qui consiste à cuire avec différents agents chimiques les molécules pour les rendre flexibles. (DUMAINE *et al.*, 2011).

### II.1.2. Matières plastiques utilisées dans l'industrie alimentaire

- **Polypropylène (PP)** : il fait partie de la famille des polyoléfines, constitués essentiellement à partir de propène. Il entre principalement dans la fabrication de films d'emballage de paquets de cigarettes, de fleurs, bonneterie et produits alimentaires secs ;

- **Le polystyrène (PS)** : ce polymère du styrène est surtout utilisé dans les emballages de produits laitiers (yaourts, crème fraîche, desserts lactés) et les gobelets pour distributeurs automatiques. Le polystyrène est le matériau par excellence adapté au thermoformage à grande cadence ; le PS domine encore largement dans le conditionnement des produits laitiers frais, comme les yoghourts, desserts lactés, fromages blancs ;

- **Polyéthylène basse densité (PEBD)** : ce Matériau domine très largement les emballages souples car il assure une excellente imperméabilité à l'humidité et une soudabilité thermique à haute cadence. Il peut être utilisé pour les produits alimentaires liquides ;

- **Polyéthylène haute densité (PEHD)** : le PEHD a fait une percée remarquable dans deux secteurs où le brique carton a des positions dominantes : le lait et les jus de fruits. En effet la liberté des formes, des couleurs et la praticité des bouteilles plastiques ont renouvelé le marketing de ces produits. Le lait long conservation est conditionné dans des bouteilles multicouches pour éviter l'altération du lait par photooxydation ;

Une partie des huiles de table est conditionnée en bouteilles PEHD opaques surtout celles de tournesol dont la présence des cires peut influencer le comportement du consommateur en leur conférant une apparence turbide non appréciée (CHRYSTELLE, 2013).

- **Polyéthylène téréphtalate (PET)** : ce plastique de la famille des polyesters a contrairement au PVC, une très faible perméabilité au CO<sub>2</sub>. Il est donc employé dans la fabrication des bouteilles de boissons gazeuses ; il intervient aussi dans la fabrication de flacons de produits cosmétiques ;

Le polyéthylène téréphtalate (PET) est devenu le matériel de choix pour le conditionnement des huiles de table car il offre une meilleure protection contre l'oxygène et une résistance élevée aux chocs. La minimisation de la photo oxydation altérative dans les emballages transparents peut être assurée par l'utilisation des stabilisants UV ou des composants incolores qui absorbent les rayonnements UV (Guides de bonne pratique d'hygiènes, 2011).

- **Le polychlorure de vinyle (PVC)** : employé pour la fabrication des bouteilles d'eau, d'huile, de vin ou de vinaigre (INRA, 1998).

### III.2. Le verre

Le verre, en tant que matériau d'emballage, occupe toujours une place privilégiée au sein du secteur des industries agroalimentaires. Ce matériau très ancien jouit toujours d'une excellente image de marque au niveau des consommateurs, auprès desquels il bénéficie d'un important capital de confiance qui ne se dément pas au fil des années, notamment en raison de son innocuité.

#### III.2.1. Définition

Le verre est complexe composé essentiellement de silice ( $\text{SiO}_2$ ), d'oxyde de sodium ( $\text{Na}_2\text{O}$ ) et d'oxyde de calcium ( $\text{CaO}$ ). Il est constitué par un réseau irrégulier de molécules de silice dans les mailles du réseau se placent divers éléments dit « modification » (CHEFTEL *et al.*, 1976).

La fabrication du verre s'effectue selon un processus intégré et continu qui permet à l'intérieur d'une même usine d'obtenir directement le produit fini, ce qui n'est le cas pour les autres types d'emballage. Les emballages réalisés en verre sont classiquement des bouteilles, flacons, pots, bocaux, verres et gobelets. (JEANT *et al.*, 2007).

#### III.2.2. Caractéristiques du verre

D'après HUGEL et PAJEAN, (1998), le verre utilisé comme matériau d'emballage en agroalimentaire doit présenter les caractéristiques suivantes :

- Il doit être chimiquement inerte vis-à-vis des liquides et produits alimentaires et ne présente pas de problème de compatibilité ;
- Rigide pouvant prendre des formes variées mettant en valeur les produits emballés ;
- Transparent pour contrôler visuellement le produit et de le faire voir au consommateur. Il peut être coloré pour permettre une protection contre les rayons ultraviolets ;

- Il ne laisse pas passer les odeurs et les arômes donc les qualités organoleptiques de l'aliment ne sont pas modifier ;
- Résistant à la pression interne élevée qui lui font subir certains liquides (eau minérale gazeuses, limonade).

### III.2.3. Utilisation du verre

Le verre est essentiellement utilisé pour l'emballage des boissons et les produits alimentaires solides ou semi- liquides (produits laitiers, aliments pour bébé, confiture)

On distingue plusieurs variétés de verre selon leur capacité à absorber les radiations et à faire barrage aux ultra-violets (**BEAUCHESNE, 2008**) :

- Le verre blanc pour l'eau, certains jus, les confitures, les yaourts ;
- Le verre feuille morte pour certains jus ;
- Le verre ombre-rouge pour la bière et certains jus ;
- Le verre champagne (teinte vert-bleu) pour la bière et l'huile.

## IV. Les métaux

L'utilisation des matériaux métalliques pour l'emballage des denrées alimentaires est justifiée par certaines de leurs propriétés à la mise en forme, rigidité, solidité, imperméabilité, opacité vis-à-vis des rayons lumineux, conduction de la chaleur, etc. Ils sont essentiellement mis en œuvre dans les emballages des produits appertisés car ils sont particulièrement bien adaptés à la longue conservation. De plus, les emballages métalliques sont recyclables (**JEANT *et al.*, 2007**).

Des métaux se partagent le marché de l'emballage métallique :

- **L'aluminium**

Ce matériau présente des propriétés intéressantes comme la protection contre la lumière, les ultraviolets et l'humidité. Il constitue aussi une barrière fiable contre l'oxygène et les micro-organismes. De plus, l'aluminium possède une excellente conductivité thermique et, de ce fait, a un très bon rendement énergétique pour préparer et servir la nourriture. Il assure une bonne diffusion de la chaleur, rapide et uniforme. Ceci permet une cuisson régulière des produits dans tout le récipient. Enfin, l'aluminium ne demande pas beaucoup d'entretien et il est trois fois moins lourd que l'acier ce qui permet de réduire les coûts de transport (**HAMANI *et al.*, 2006**).

- **L'acier**

Il existe différentes sortes d'acier utilisé en contact alimentaire. Le principal matériau pour boîtes de conserve est le fer blanc électrolytique ; c'est une mince feuille d'acier revêtue d'une couche d'étain pur sur ses deux faces (**HAMANI *et al.*, 2006**).

## **IV.1. Matériaux cellulosiques**

### **IV.1.1. Le papier et le carton**

Le papier constitue le résultat d'enchevêtrement d'éléments fibreux fins disposés pour former une nappe régulière. La fabrication de la pâte essentiellement à partir de bois tendre auxquels on ajoute souvent des produits de récupération ou de recyclage.

Le papier est un support, renouvelable et recyclable, donnant une rigidité à l'emballage mais n'ayant pas de propriétés barrières ou de soudabilité. Il devra donc souvent être utilisé sous forme de complexes, en association avec une feuille d'aluminium et un polymère pour la soudure. On trouve également des papiers enduits de chlorure de polyvinylidène (PVDC) offrant une bonne barrière à l'eau et à l'oxydation (JEANT *et al.*, 2007).

### **IV.1.2. Le bois**

Matériaux naturel, homogène, composé de fibres résistantes liées entre elles par une structure élastique.

Le bois brut présente beaucoup de qualités telles que : légèreté, bonne résistance mécanique et chimique, isolation thermique, bonne hygroscopicité (absorbe l'eau sans condition).

Il est utilisé soit au niveau primaire comme plateaux pour les fruits et légumes, secondaires comme boîtes de fromage ou tertiaire comme palettes (BEAUCHESNE, 2008).

### **IV.1.3. L'argile**

C'est un mélange de terre à grains très fins et de sable. Ces matériaux ont d'abord reçu une forme puis fixée par la cuisson, ils sont utilisés comme articles ménagers (assiettes, jarres...).

#### **IV.1.3.1. Caractéristiques de l'argile**

L'argile est considérée comme un bon régulateur par ses propriétés d'absorption et de diffusion de l'humidité, elle est perméable à l'eau et dispose d'une masse volumique importante, ce qui permet d'emmagasiner la chaleur et de la restituer lorsqu'il fait froid. (HASSANI *et al.*, 2009).

Les principales caractéristiques des matériaux d'emballage sont représentées dans le tableau VII.

**Tableau VII:** Avantages et inconvénients des principaux matériaux d'emballage (GONTARD, 1999).

<b>Matériau d'emballage</b>	<b>Avantage</b>	<b>Inconvénient</b>
<b>Tous les plastiques</b>	-Large gamme de formes et de propriétés possible ; -Soudure facile ; -Léger ; -Imprimable ; -Faible coût Stockable dans un volume réduit ; -Recyclable.	-Inertie limitée : migration ; possible d'éléments nocifs ; -Résistance à la chaleur limitée ; -Non biodégradable ; -Certains sont perméables à l'eau gaz.
<b>PEBD</b> (Polyéthylène basse densité)	-Le moins cher, le plus produit ; -Léger ; -Résister aux températures de congélation.	-Forte perméabilité aux gaz et à la vapeur.
<b>PP</b> (Propylène)	-Un des plus légers ; -Transparent.	-Perméable aux gaz et à la vapeur d'eau.
<b>PET</b> (Polyéthylène téréphtalate)	-Très transparent ; -Bonne résistance mécanique ; -Peu perméable aux gaz ;(bouteille).	- Prix élevé
<b>PVC</b> (Chlorure de polyvinyle)	-Transparent ; -Bonne résistance à l'humidité ; -Peu perméable aux gaz.	-Polluant (de plus en plus remplacé par le PET pour l'eau).
<b>EVOH</b> (Copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle hydrolysé)	-Bonne propriétés barrière à l'oxygène.	-Prix élevé
<b>Verre</b>	-Inertie élevée : sécurité du consommateur ; -Très bonnes propriétés barrière ; -Bonne résistance thermique ; -Impression possible ; -Réutilisation et recyclage possible ;	-Poids très supérieur aux autres matériaux ; -Fragile ; -Encombrant au stockage et au transport ; -Coût parfois élevé.
<b>Papier carton</b>	-Léger et souple ; -Recyclable ; -Biodégradable ; -Bon marché.	-Sensible à l'humidité (donc utilisable pour produits peu humides ou à durée de vie court) ; -Résistance mécanique limitée ; -Opaque.
<b>Métal</b>	-Bonnes propriétés barrière ; -Très bonne résistance, mécanique et à la chaleur ; -Recyclable.	-Corrosion possible ; -Sensible aux chocs au niveau des fermetures ; -Réutilisation limitée ; -Opaque.

## V. L'étiquetage

L'étiquetage représente les mentions, indications, marques de fabrication ou de commerce, images ou signes se rapportant à une denrée alimentaire figurant sur tout emballage, document, écriteau, étiquette, bague ou collerette accompagnant ou se référant à cette denrée alimentaire (AFIDOL, 2004).

### V.1. Mentions obligatoires

Tout les étiquètes de denrée alimentaire doit comporter les mentions suivants :

- La dénomination de vente ;
- La liste des ingrédients ;
- La quantité nette,
- La quantité de certains ingrédients ou catégories ;
- La date de durabilité minimale ou, dans le cas de denrée alimentaires très périssables microbiologiquement, la date limite de consommation ainsi que l'indication des conditions particulières de conservation ;
- Le nom ou la raison sociale et l'adresse du fabricant ou du conditionneur ;
- L'indication du lot,
- Le lieu d'origine ou de provenance chaque fois que l'omission de cette mention est de nature à créer une confusion dans l'esprit de l'acheteur sur l'origine ou la provenance réelle de la denrée alimentaire ;
- Le mode d'emploi chaque fois que sa mention est nécessaire à un usage approprié de la denrée alimentaire ainsi que, le cas échéant, les conditions particulières d'utilisation. (AFIDOL, 2009).

### V.2. Dénomination de vente

Selon la Groupe Permanent D'étude des Marchés de Denrées Alimentaires (GPEM/DA, 2005) sur les huiles végétales :

- ✓ L'huile végétale provenant d'une seule graine ou d'un seul fruit doit être dénommée « huile de ... » (nom de la graine ou du fruit) ;
- ✓ L'huile constituée d'huile vierge doit être dénommée « Huile vierge » (Nom d'une graine ou d'un fruit) ;
- ✓ L'huile constituée d'huile d'olive est dénommés en fonction de ses caractéristiques « Huile d'olive vierge extra » ou « Huile d'olive vierge » ;

- ✓ L'huile constituée d'un mélange d'huiles végétales alimentaires doit être dénommée « Huile végétale » ;
- ✓ L'huile constituée d'un mélange d'huiles d'olive raffinées et d'huiles d'olive vierges » ;

-« Préparation alimentaires ou culinaire à base d'huile de ...(nom d'une graine ou d'un fruit ou « végétale » il s'agit d'un mélange d'huile) et d'aromates (ou d'arôme).

-Pour les mélanges d'huiles d'olive (ou de grignons d'olive) et d'autres huiles végétales, dès lors que l'étiquetage fait référence à la présence d'huile d'olive (ou de grignons d'olives) (dessins, mots) en dehors de la liste des ingrédients, la dénomination de vente « mélange d'huiles végétales (ou leurs noms spécifiques) et d'huile d'olive (ou de grignons d'olives) » doit être utilisée, suivie directement par l'indication du pourcentage d'huile d'olive (ou de grignons d'olives) dans le mélange.

### V.3. Intérêt de l'étiquetage

Selon la Direction Générale Santé et protection des Consommation (**DG SANCO, 2006**) : L'étiquetage est un outil commercial important qui doit être envisagé comme partie intégrante de la communication entre acteurs sociaux (des entreprises aux consommateurs, directement ou via des intermédiaires). Même s'il n'est plus aujourd'hui le seul moyen de transmettre des informations aux consommateurs, il reste un instrument efficace à cette fin. L'étiquetage permet aux consommateurs de faire, au point de vente, un choix éclairé et de connaître, s'ils décident d'acheter un produit et la meilleure façon de l'utiliser.

Du côté de l'industrie, l'étiquetage est un outil puissant employé de manière efficace et responsable, permet non seulement aux opérateurs de transmettre les informations essentielles mais également de mettre en évidence les atouts de leurs produits par rapport à ceux de leurs concurrent.

Alors que l'étiquetage doit profiter à la fois au consommateur et à l'opérateur, la réalité révèle de fréquentes déficiences du marché et bon nombre d'acteurs affirment que le potentiel offert par l'étiquetage n'est pas pleinement exploité (le consommateur n'utilise pas les étiquettes de manière systématique).

### VI.4. La fermeture

La fermeture correcte des emballages est un élément essentiel pour garantir l'étanchéité de l'article dans sa globalité. Une très grande variété de model de fermetures ou bouchages existe pour les bouteilles :

- Bouchons à vice en aluminium ou en plastique avec un joint interne et une jupe plus ou moins haute préfiletée ou non. Dans ce dernier cas, le bouchage est sertit sur la bague à vice de la bouteille. Ces bouchages peuvent être imprimés et décorés et servir à la mise en valeur du produit ;
- Bouchons couronne : capsules en fer blanc ou fer chromé verni et décoré,, à jupe ondulée, munie d'un joint interne à sertir sur la bague de la bouteille.

Ils peuvent comporter à la base une collerette garantissant l'inviolabilité du contenu avant son premier usage ; la collerette se sépare lors de la première ouverture au dévissage par rupture des parties non incisées au départ (**MULTON et BUREAN 1989**).



***Partie Expérimentale***

# ***Matériel Et Méthodes***

Notre étude a pour but de suivre l'évolution de certains paramètres physicochimiques de l'huile d'olive conditionnée dans deux types d'emballage (verre opaque et plastique transparent) et entreposée pendant six mois au laboratoire, à la température ambiante et à la lumière du jour.

Cette étude a été réalisée au niveau du laboratoire commun I et II de la faculté des Sciences Biologiques et des Sciences Agronomiques de l'UMMTO. Les différentes analyses physico-chimiques effectuées sont :

- La teneur en eau et en matières volatiles ;
- Détermination de l'absorbance en ultraviolet (270 nm et 232 nm) ;
- La teneur en phénols totaux dans l'UV ( $A_{725}$ ) ;
- La teneur en ortho-diphénol dans l'UV ( $A_{370}$ ) ;
- L'acidité ;
- L'indice de peroxyde ;
- Indice d'iode ;
- Test de schaal ;
- La teneur en chlorophylles ;
- La teneur en caroténoïdes ;
- La composition en acides gras par la CPG (au niveau de l'INA).

### I. Echantillonnage

Les olives de la variété Chemlal, à partir desquels est extraite l'huile, ont été récoltées manuellement le 19/12/2016 dans verger situé dans la région d'Ifigha (Tizi ouzou).

#### I.2 Extraction de l'huile d'olive

Les olives aussitôt récoltées sont transportées dans une caisse (cageot) à l'ITAF de Sidi Aich pour l'extraction de l'huile au moyen d'un oléodoseur. Les conditions d'extraction sont illustrées dans le tableau N°, ci-dessous.

**Tableau VIII:** caractéristiques principales et les paramètres utilisés de ce système d'extraction

<b>Types de décanteur</b>	Trio phases, grignons, margine et l'huile
<b>Broyage</b>	A été effectué à l'aide d'un broyeur à marteau
<b>Malaxage</b>	A effectué dans des récipients en inox, de 1kg de contenance, pendant 30 minutes
<b>Système d'extraction</b>	Centrifugation ; une centrifugeuse verticale pendant 1min à 2 min

L'huile extraite a été conditionnée dans des bouteilles en verre marron et en plastique transparent, de 250 ml de contenance. Ces bouteilles ont été délivrées par IFRI OLIVE de Bejaia. Les échantillons d'huile, conditionnées dans ces types d'emballage, sont entreposés au laboratoire pendant six mois, à la température ambiante et exposées à la lumière du jour.

Les analyses physico-chimiques ont été effectuées sur l'huile, à raison de trois mois entre une analyse et autre : Mois de mars, mois de juin et le mois de septembre.

### 3. Méthodes d'analyses

#### 3.1. Analyses physiques

- **Teneur en eau et en matières volatiles**

La teneur en eau et matières volatiles de l'huile est déterminée selon la méthode décrite par la norme **AFNOR NF T606-201 d'octobre 1984**.

La teneur en eau et en matières volatiles d'un corps gras est définie comme étant la perte de masse subit par ce produit après son chauffage à  $103 \pm 2^\circ\text{C}$ , pendant un temps suffisamment court (1heure) pour éviter l'oxydation, mais suffisamment long pour permettre l'élimination totale de l'eau.

Le principe consiste à chauffer une prise d'essai à  $103 \pm 2^\circ\text{C}$  dans étuve jusqu'à l'élimination complète de l'eau (Annexe 01).

La teneur en eau et en matière volatiles, est exprimée en pourcentage en masse est déterminée par la formule suivante :

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

Où :

**H** : Humidité ;

**m<sub>0</sub>** : masse en gramme du bécher ;

**m<sub>1</sub>** : masse en gramme du bécher et de la prise d'essai ;

**m<sub>2</sub>** : masse en gramme du bécher et du résidu de la prise d'essai après chauffage.

- **Absorbance en ultraviolet**

La détermination de l'absorbance spécifique au rayonnement ultraviolet a été effectuée conformément à la norme **AFNOR NF T60-232 de juillet 1978**.

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

L'extinction spécifique à une longueur d'onde est donnée par la relation suivante :

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

Où :

**E<sub>1cm</sub>(λ)** : Extinction spécifique à la longueur d'onde λ ;

**A<sub>λ</sub>** : Densité optique à la longueur d'onde λ ;

**D** : Epaisseur de la cuve en cm ;

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

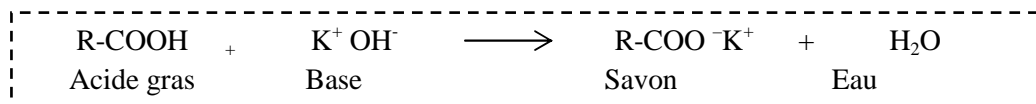
## II.2. Analyses chimiques

- **Acidité**

L'indice d'acidité est la masse d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour neutraliser les acides gras d'un gramme de corps gras. La méthode utilisée est celle décrite par la **ISO 660**.

Le principe de la détermination de l'acidité de l'huile est celui d'un dosage acido-basique (Annexe 03).

C'est une réaction de neutralisation dont le schéma réactionnel est le suivant :



L'acidité est exprimée par la relation suivante :

$$A(\%) = \frac{V.C.M}{10.m}$$

Où :

**V** : volume en ml de la solution de KOH utilisé pour le titrage;

**C** : concentration exacte en mol/l de la solution de KOH;

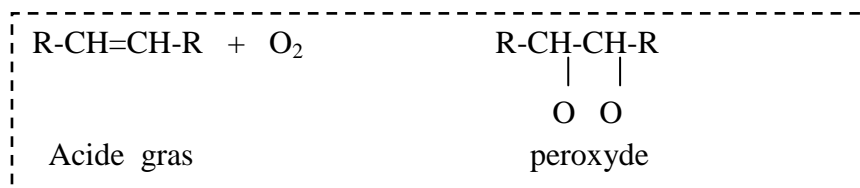
**M** : masse molaire (g/mol) de l'acide oléique (282 g/mol);

**m** : masse, en gramme, de la pris d'essai.

- **Indice de peroxyde**

L'indice de peroxyde donne une évolution sur la quantité de peroxydes présents dans un milligramme de corps gras. Il est obtenu par la détermination de la quantité d'iodure de potassium transformée en iode sous l'action de l'oxygène actif des peroxydes.

La méthode utilisée est selon les normes ISO 3960 (Annexe 04). En présence de l'oxygène de l'air, les acides gras insaturés du corps gras s'oxydent en donnant les peroxydes selon la réaction suivante :



L'expression des résultats pour cet indice est réalisée par la relation suivante :

$$I_p(\text{meq d'O}_2/\text{Kg}) = \frac{V - V_0}{P} \times N \times 1000$$

Où :

**I<sub>p</sub>** : indice de peroxyde;

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

**V<sub>0</sub>** : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc;

**N** : normalité de la solution de thiosulfate de sodium (0,01) N;

**P** : prise d'essai en gramme.

- **Teneur en indice d'iode**

L'indice d'iode est le nombre de grammes d'iode fixé par 100 gramme de corps gras. Le principe consiste en une fixation des halogènes sur les doubles liaisons éthyléniques des acides gras insaturés.

L'indice d'iode est calculée par la méthode décrite (**MAESTRI *et al.*, 1998**).

Le principe consiste de calculée l'indice d'iode à partir des acides gras insaturés (acide Palmitoléique, acide oléique, acide linoléique, acide linoléénique).

L'expression des résultats pour cet indice est réalisée par la relation suivante :

$$I_i = (\% \text{ d'acide palmitoléique} \times 1,001) + (\% \text{ d'acide oléique} \times 0,899) + (\% \text{ d'acide linoléique} \times 1,814) + (\% \text{ d'acide linoléique} \times 2,737) .$$

- **Test de schall**

Ce test consiste à oxyder la matière grasse dans une étuve à 60°C. La mise en évidence de l'oxydation est montrée par la mesure de l'indice de peroxyde sur des prélèvements fait après cinq jours (NADEEN et al., 2013). (Annexe 05).

- **Teneur en phénol totaux**

La teneur en polyphénols totaux de l'huile d'olive est déterminée au réactif de folin-Ciocalteu. Ce dernier réagit par les composés phénoliques pour donner une coloration bleue. L'intensité de la coloration est directement proportionnelle à la concentration des polyphénols dans la solution (Annexe 06).

Les résultats sont exprimés en mg d'acide gallique par kg de l'huile en se référant à une courbe étalon obtenue à partir de concentrations croissantes d'acide gallique allant de 0mg /kg à 100mg/kg (Annexe 06).

- **Teneur en chlorophylle et des caroténoïdes**

La méthode de dosage de la teneur en chlorophylle et des caroténoïdes est basée sur l'existence d'une bande d'absorption spécifique pour ces composés par un spectrophotomètre visible dans la longueur d'onde de 670 nm pour les chlorophylles et 470 nm pour les caroténoïdes (Annexe 08).

Expression des résultats par la relation suivante :

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

Où :

**A**: Absorbance à la longueur d'onde indiquée ;

**d** : épaisseur de la cuve en cm.

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

Où :

**A**: Absorbance à la longueur d'onde indiquée;

**d** : épaisseur de la cuve en cm.

- **Composition en acides gras**

La détermination des concentrations en pourcentage des différents acides gras constitutifs de l'huile d'olive seront analysés par la chromatographie en phase gazeuse sous forme d'esters méthyliques préparés.

Le corps gras est estérifié en présence de méthanol. Les esters méthyliques des acides gras sont séparés sur une colonne polaire et sont élevés en fonction de leur poids moléculaire, la surface correspondante à chacun d'eux est calculée et rapportée à la surface totale des différents acides gras pour obtenir un pourcentage. La méthode utilisée est celle décrite par (CEE2568/91, 1991) (Annexe09). Les résultats différentes concentrations des acides gras sont donnés sous forme sous forme de tableau (Tableau NVIII) et des chromatogrammes (Annexe 09).

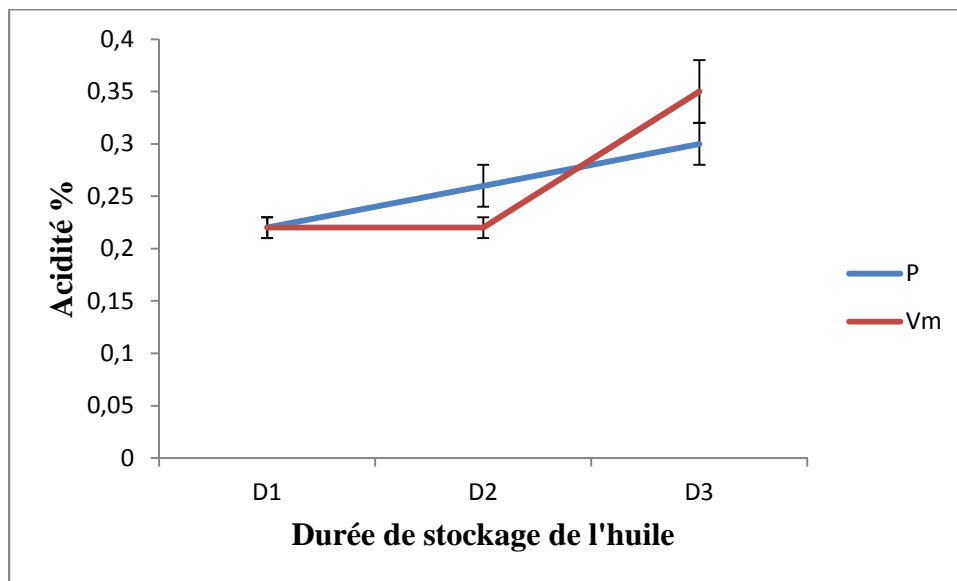
# *Résultats et discussion*

## 1. Indices de qualité

### 1.1. Acidité

L'indice d'acidité est un critère de qualité permettant de déterminer la teneur en acides gras libres qui renseigne sur l'activité de lipases, la stabilité de l'huile ainsi que sur la qualité du fruit. Les acides gras libres dérivent de l'hydrolyse des triglycérides (KOUIDRI, 2008).

Les résultats obtenus sont représentés dans la figure N°11.



**Figure N°11:** Valeurs moyennes d'indice d'acidité en % pour les huiles d'olive analysées en fonction de l'emballage et la durée de stockage.

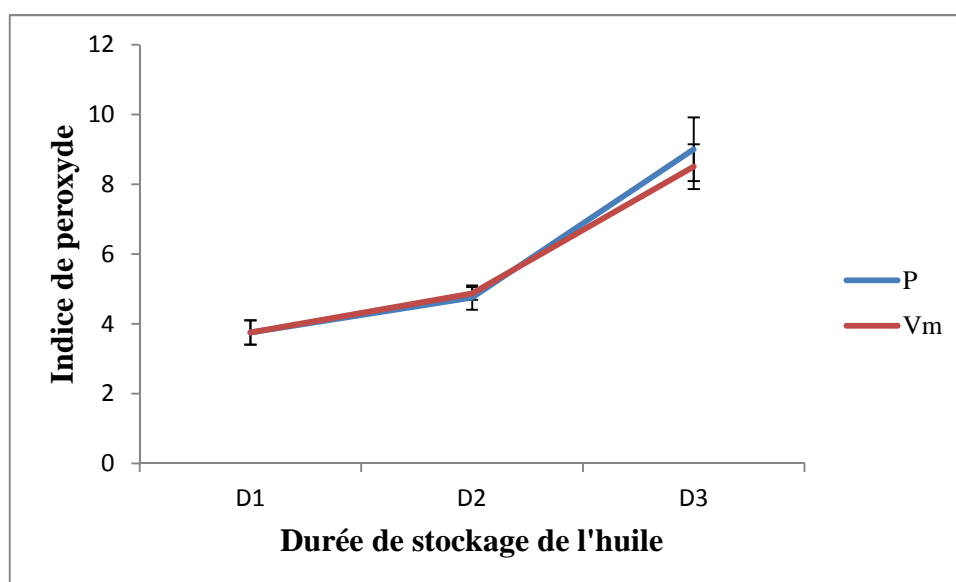
Les valeurs enregistrées dans les différents échantillons analysés varient de 0,22 à 0,35% qui sont donc incluses dans la catégorie de l'huile d'olive vierge extra (COI, 2015). Par ailleurs, nous constatons, dans les deux types d'emballages, une légère augmentation du taux d'acidité. En effet, dans le cas de l'emballage en plastique (p) les valeurs de l'acidité varient de 0,22 à 0,30, contre 0,22 à 0,35 % pour l'emballage en verre marron. Cette légère augmentation du taux d'acidité au cours de stockage de l'huile a été observée par de nombreux auteurs (HILAN *et al.*, 2001), et qui peut s'expliquer par l'hydrolyse spontanée ou enzymatique des triglycérides (ADARIAN *et al.*, 1998).

## 1.2. Indice de peroxyde

La détermination de l'indice de peroxyde des huiles d'olives permet d'évaluer le niveau d'oxydation primaire par l'oxygène. L'action de l'oxygène et l'action indirecte des autres facteurs qui permettent à l'oxygène de se fixer sur les acides gras entraînent l'oxydation de l'huile (MEFTAH *et al.*, 2014).

L'indice de peroxyde est le nombre d'hydro peroxydes formés dans un corps gras au cours de sa conservation (KHLIF *et al.*, 2000).

L'indice de peroxyde est exprimée en milliéquivalent d'oxygène actif par kilogramme d'huile (meq O<sub>2</sub> actif/Kg d'huile d'olive) (BOULFAN *et al.*, 2014). Les résultats obtenus sont représentés dans la figure N° 12.



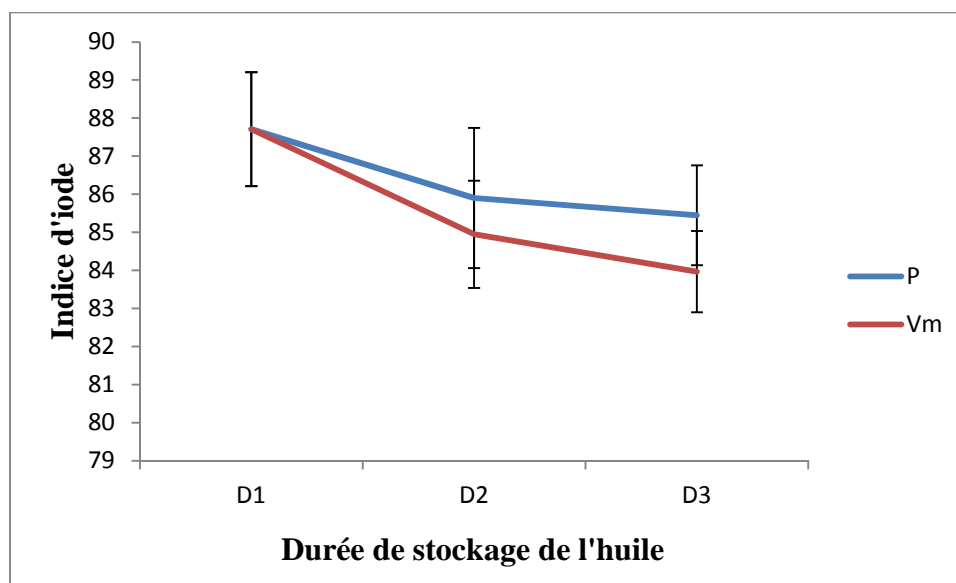
**Figure : 12** Valeurs moyenne d'indice de peroxyde en meq d'O<sub>2</sub>/kg pour les huiles d'olive analysées en fonction de l'emballage et la durée de stockage.

Les résultats obtenus montrent une augmentation de l'indice de peroxyde au cours de l'entreposage de l'huile. Cette augmentation est presque similaire entre les deux types d'emballage. En effet, les valeurs enregistrées varient de 3,75 à 9 meq d'O<sub>2</sub>/kg. Ces résultats corroborent ceux obtenus par CHAYA et MENSOURI (2008). Par ailleurs, les valeurs enregistrées sont toutes conformes à la norme fixée par le (COI, 2008) qui est  $\leq 20$  (meq O<sub>2</sub> d'huile).

### I.3. L'indice d'iode

L'indice d'iode est en relation avec le nombre de doubles liaisons des acides gras constituant l'huile. Cet indice indique le degré d'insaturation des huiles, il renseigne aussi sur leur état d'oxydation (KARLESKIND, 1992).

Les valeurs moyennes de l'indice d'iode des huiles d'olive analysées sont représentées dans la figure N° 13.



**Figure 13 :** Valeurs moyenne d'indice d'iode en g / 100g pour les huiles d'olive analysées en fonction de l'emballage et la durée de stockage.

D'après les résultats obtenus, les valeurs moyennes de l'indice d'iode varient entre 87,71 et 83,97 g d'iode/100 g de l'huile; ces résultats sont conformes aux normes fixées par le (COI, 2015) pour les huiles d'olives vierge (75-94 g d'iode/100 g de l'huile), on remarque une légère diminution de cet indice qui peut s'expliquer par la perte des liaisons éthyléniques par les acides gras insaturés lors du processus d'oxydation qui est confirmé par les résultats obtenus précédemment pour l'indice de peroxyde.

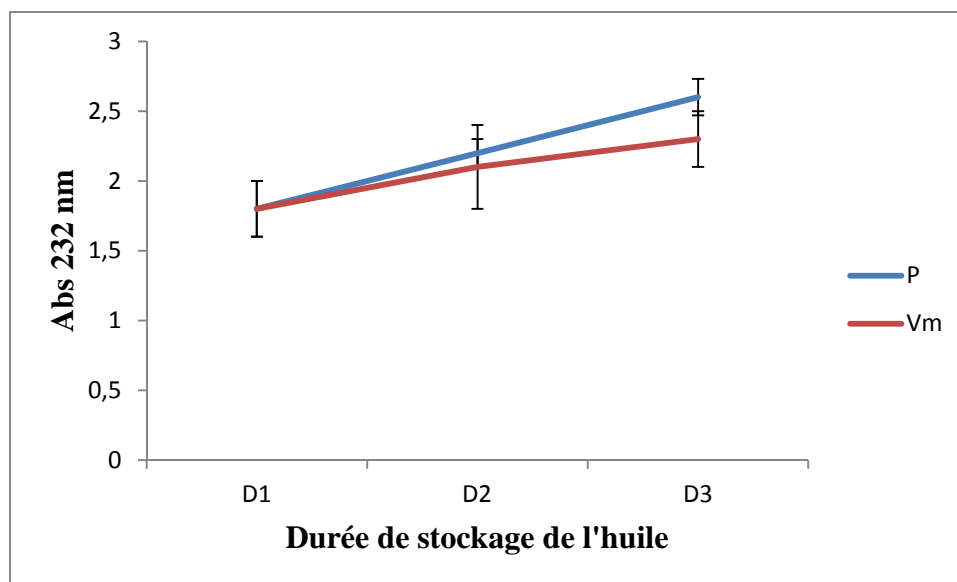
### 1.4. Absorbance dans l'UV

L'oxydation d'un corps gras conduit à la formation des hydroperoxydes qui absorbent la lumière au voisinage des 232 nm. Si l'oxydation se poursuit, il se forme des produits secondaires de l'oxydation, en particulier des dicétones et cétones insaturés qui absorbent la lumière vers 270 nm. L'huile d'olive vierge doit avoir des coefficients d'extinction à 232 nm et 270 nm, respectivement inférieure ou égale 2,60 et 0,25 (COI, 2015).

**a. Abs 232**

Les valeurs moyennes d'extinction spécifique à 232 nm des différents échantillons de l'huile d'olives analysées sont conforme aux normes du **COI, 2015**.

La figure N° 14 illustre l'évolution de ce paramètre au cours de stockage de l'huile.



**Figure N° 14** : Valeurs moyenne d'extinction spécifique à 232 nm d'huile d'olive analysées en fonction de l'emballage et la durée de stockage.

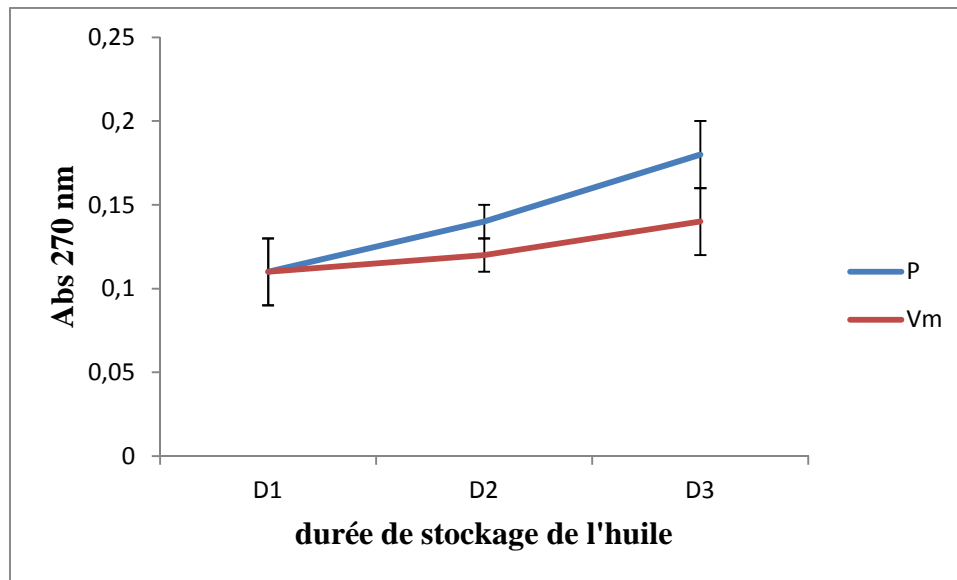
Les valeurs de l'Abs à 232 nm, illustrées dans la figure N°12, montre une augmentation de cet indice dans les deux types d'emballage. Toutefois, cette augmentation est légèrement plus élevée dans le cas de l'emballage en plastique. En effet, les valeurs évoluent de 1,8 à 2,6 et de 1,8 à 2,3 respectivement dans l'emballage en plastique et en verre. Cette différence pourrait s'expliquer par l'effet de la lumière dans le cas de l'emballage en plastique transparent. Cette augmentation est due à la présence des produits primaires d'oxydation tels que le peroxyde et les hydroperoxydes linoléiques formés par la fixation d'oxygène sur les doubles liaisons, ces composés se caractérisent par une structure diénique conjuguée absorbant fortement à 232nm.

L'augmentation des coefficients d'extinctions des huiles stockées dans l'emballage en plastique pourrait être due à la forte absorbance des adjuvants (les stabilisants et les plastifiants qui ont passés dans l'huile par migration) qui absorbent fortement aux UV, ainsi que la perméabilité du plastique à l'oxygène (**NAIT ALI, 2008**).

**b. Abs 270**

L'analyse de ce paramètre permet de déduire la présence des produits secondaires de l'oxydation.

La Figure<sup>o</sup>15: Montre que les valeurs moyennes de l'extinction spécifique à 270 nm



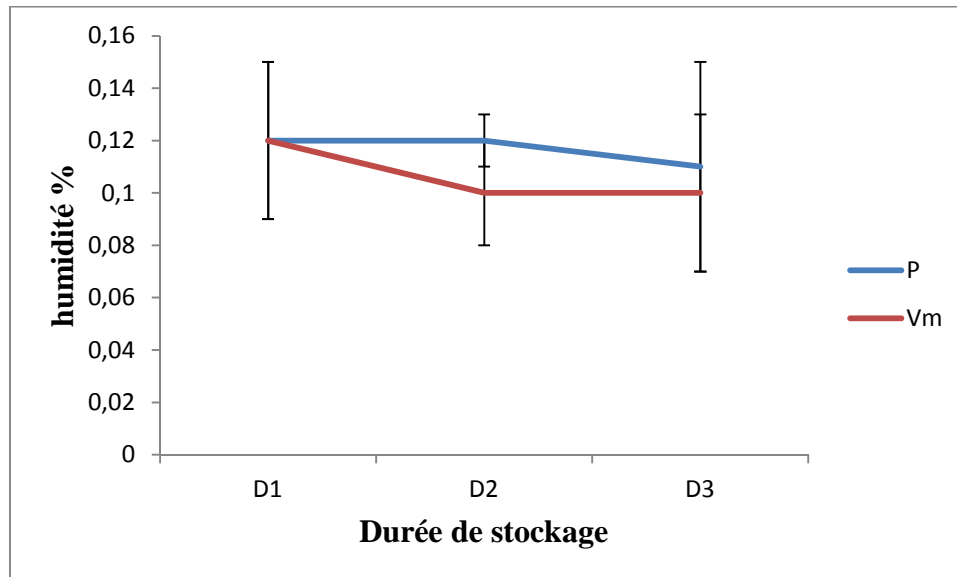
**Figure N°15 :** Valeurs moyenne d'extinction spécifique à 270 nm d'huile d'olive analysées en fonction de l'emballage et la durée de stockage.

Les valeurs de l'Abs à 270 nm, illustrées dans la figure N°13, montre une augmentation de l'abs à 270 nm dans l'huile conditionnée dans les deux types d'emballage, cette augmentation est plus élevée dans le cas de l'emballage en plastique. En effet, les valeurs enregistrées varient de 0,11 à 0,18 dans l'emballage en plastique et de 0,11 à 0,14 dans le cas de l'emballage en verre marron. Cette différence signifie que l'huile conditionnée dans l'emballage en plastique transparent est plus exposée à la réaction d'oxydation.

**1.5. Teneur en eau et en matière volatiles**

L'huile d'olive renferme de l'eau ayant sont originaire dans les tissus végétaux ou dans les procédé d'extraction et cette constitue un facteur limitant dans la conservation de l'huile. (KARLESKID, 1992).

Les valeurs moyennes de la teneur en eau et en matière volatiles des huiles d'olive conditionnées dans le verre marron (vm) et le plastique (p) sont représentées par la Figure N° 16.



**Figure N° 16** : Valeurs moyennes de la teneur en eau et en matières volatiles (%) de l'huile d'olive en fonction de l'emballage et la durée de stockage.

D'après les résultats obtenus, la teneur en eau et matières volatiles durant toute la durée du conditionnement est de 0,1% à 0,12% pour les deux types d'emballage : le plastique transparent (p) et le verre marron (Vm). Ces valeurs sont conformes aux normes fixées par le (COI, 2015) pour les huiles d'olives vierges et qui sont  $\leq 0,20\%$ .

La figure 11 montre également un léger écart de la teneur en eau dans l'huile conditionnée dans les deux types d'emballage. Les valeurs sont légèrement plus élevées dans le cas du plastique. Par ailleurs, les résultats enregistrés montrent une relative stabilité de ce paramètre au cours de stockage de l'huile.

L'eau constitue l'impureté la plus abondante dans l'huile d'olive extraite, par ailleurs cette humidité provient également de l'eau contenue dans les drupes introduites lors de l'extraction et dont la richesse en eau dépend du niveau de maturité des fruits et accessoirement des conditions climatiques et de culture des olives (CHIMI, 2006).

D'après nos résultats, on constate que parmi les deux types d'emballage utilisés le verre est le plus approprié pour maintenir l'humidité d'huile.

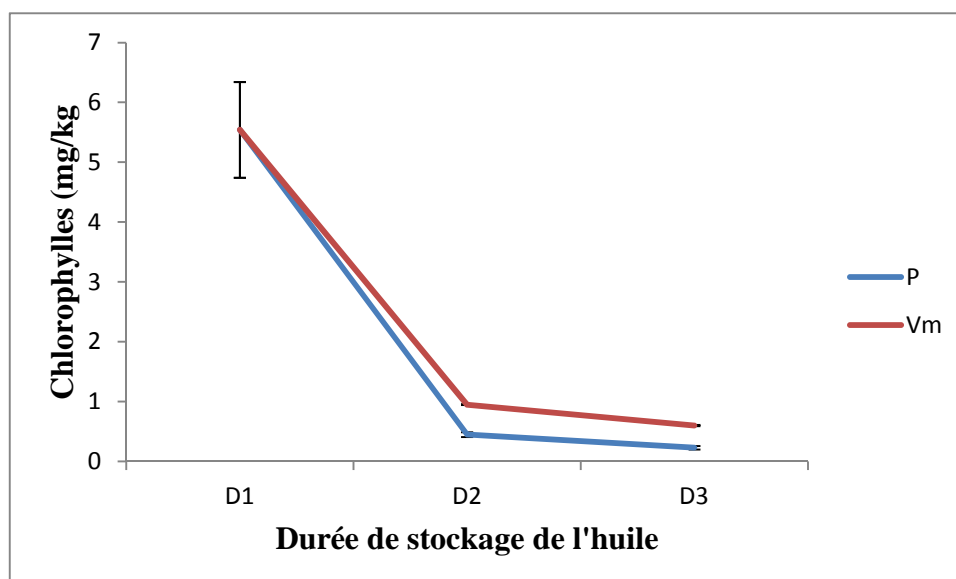
## 1.6. Pigments

### 1. chlorophylles

Les chlorophylles sont des composés photosensibles capables de transférer l'énergie de la lumière en radicaux libres d'oxygène qui réagissent avec les acides gras insaturés de l'huile. La réduction des chlorophylles a pour conséquence visible la perte de coloration de l'huile (DANDJOUNA *et al.*, 2008).

Les chlorophylles sont responsables de l'activité oxydative de l'huile d'olive en raison de leur nature anti-oxydante dans l'obscurité et pro-oxydante à la lumière (KHLIF, 2000).

Les valeurs moyennes de la teneur des chlorophylles des huiles d'olive analysées sont représentées dans la figure N°17.



**Figure 17:** Valeurs moyennes en chlorophylles (ppm) d'huiles d'olive analysées en fonction de l'emballage et de la durée de stockage.

La figure 17 illustre l'évolution de la teneur en chlorophylle au cours de stockage de l'huile. Cette baisse est proche dans les deux types d'emballage. Cette baisse modifie la couleur de l'huile. La diminution de ce pigment peut s'expliquer par leur dégradation. Par ailleurs, les chlorophylles, par leurs propriétés antioxydant à l'obscurité et pro-oxydant à la lumière, peuvent expliquer les valeurs des indices d'oxydation observées dans l'huile conditionnée dans le plastique transparent. Il est recommandé dans le cas de l'huile d'olive de la conditionner dans un emballage opaque pour la mettre à l'abri de la réaction de la photo oxydation.

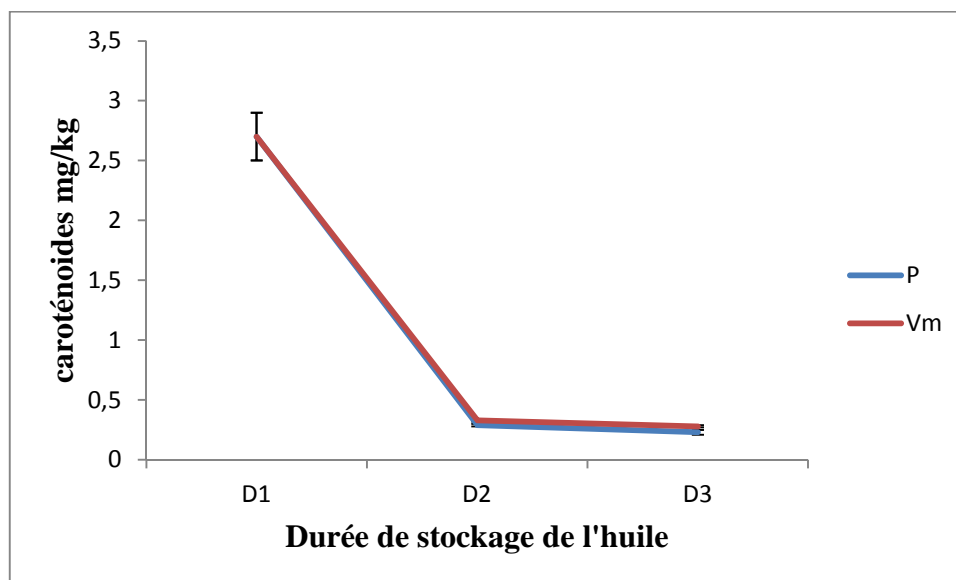
Dans le cas de l'emballage en plastique, les résultats obtenus corroborent ceux de (AFIDOL, 2010) qui ont étudié l'influence de la nature du plastique sur la conservation de l'huile d'olive vierge au cours du stockage. Cette diminution pourrait être due à une dégradation de la chlorophylle par oxydation en présence de l'O<sub>2</sub> par diffusion (TANOUI, 2010).

## 2. caroténoïdes

Les caroténoïdes se présentent sous plusieurs types ( $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\gamma$ ), le plus abondant est le  $\beta$ -carotène, précurseur biochimique de la vitamine A. Ce composé est bien connu comme étant un désactivant de l'oxygène et de ce fait, il est considéré parmi les inhibiteurs les plus efficaces de la photo-oxydation induite par les pigments chlorophylliens. L'effet protecteur du  $\beta$ -carotène ne se manifeste qu'à des teneurs supérieures à 1 mg par Kg d'huile, soit 1 ppm (JAHOUAH, 2002).

Les caroténoïdes en plus de leur contribution à la coloration de l'huile protégeraient également celle-ci contre l'oxydation en agissant comme capteur des radicaux libres d'oxygène (DANDJOUNA *et al.*, 2008).

Les valeurs moyennes de la teneur en caroténoïdes des huiles d'olive analysées sont représentées dans la figure N°18.



**Figure 18 :** Valeurs moyenne en caroténoïdes (ppm) d'huiles d'olive analysées en fonction de l'emballage et la durée de stockage.

La figure 18 montre une baisse importante des caroténoïdes après trois mois de stockage, puis cette teneur reste stable, entre D2 et D3. Cette baisse est presque similaire entre les deux types d'emballage.

Les  $\beta$  carotène agit comme protecteur en désactivant l'oxygène singulet produit par la chlorophylle. En outre le  $\beta$  carotène aurait le rôle de filtrer les longueurs d'onde actives des radiations lumineuses en protégeant ainsi l'huile contre l'activation de l'oxygène par la lumière (BEN TAKAYA ET HASSOUNA, 2007).

### 1.7. Composés phénoliques

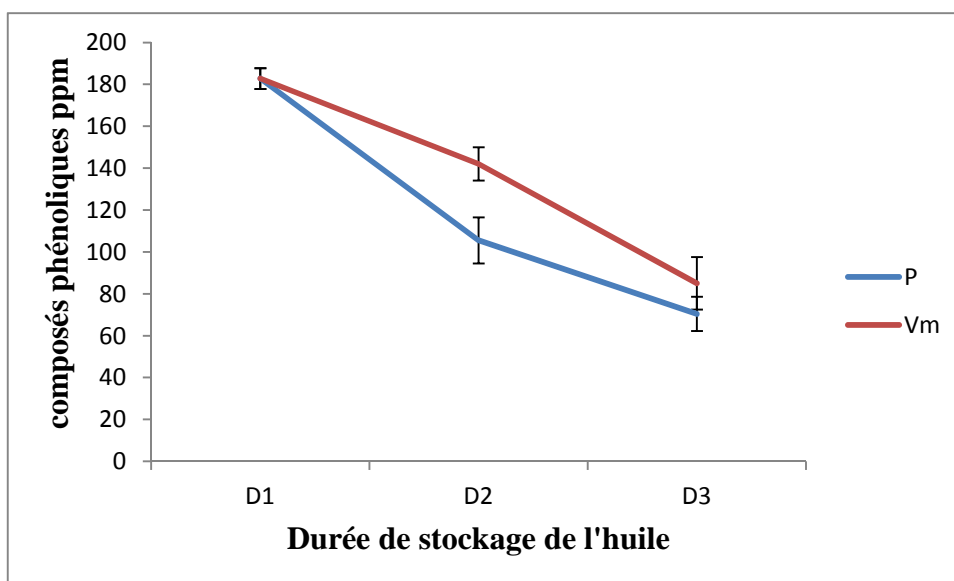
Les composés phénoliques sont responsables de la bonne stabilité à l'oxydation des huiles d'olive vierges. Outre leur propriété anti-oxydante, ils possèdent des propriétés nutritionnelles et organoleptiques, qui réduisent les risques de maladies cardiovasculaires.

Les huiles d'olive vierges sont riches en composés phénoliques appartenant à diverses familles (phénols et hydroxyphénols, acides et alcools phénols, sécoïridoïdes, flavonoïdes...).

Certains composés phénoliques confèrent aux huiles vierges une saveur amère et une sensation de piquant. En général, les huiles d'olive provenant des fruits verts obtiennent les notes les plus fortes en dégustation que les huiles provenant des fruits mûrs et noirs. Ces caractéristiques sont dues à leur forte teneur en composés phénoliques. Une trop grande concentration en phénols donne une amertume excessive considérée comme un critère de "qualité" pour l'huile (OLLIVIER *et al.*, 2004).

Avant de procéder à la détermination de la teneur en composés phénoliques, nous avons établi une courbe d'étalonnage en utilisant l'acide gallique comme composé de référence (Annexe 06).

Les valeurs moyennes de la teneur en polyphénols des huiles d'olive analysées sont représentées dans la figure N°19.



**Figure 19 :** Valeurs moyenne en phénols totaux (mg/kg) pour les huiles d'olive analysées en fonction de l'emballage et la durée de stockage.

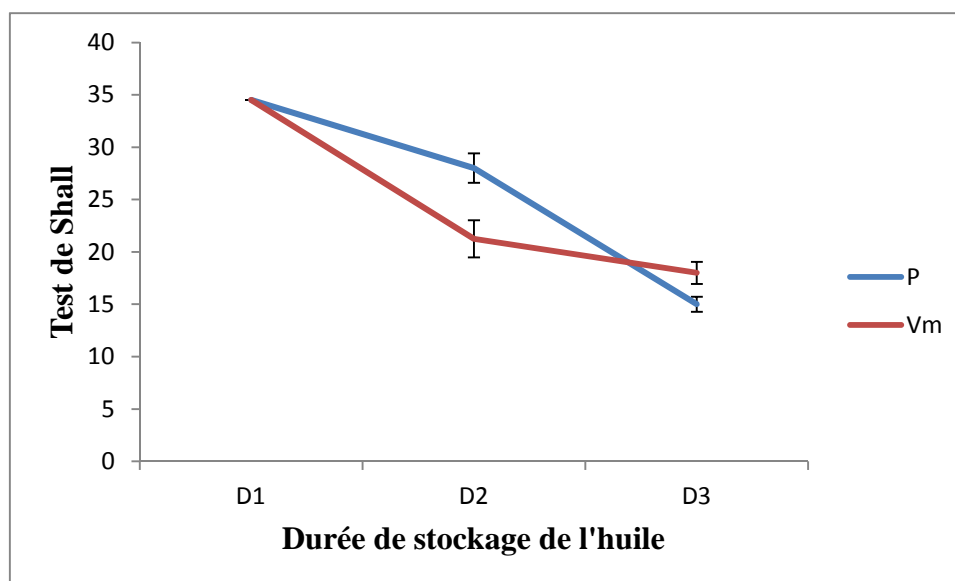
Les résultats des teneurs en phénols totaux, illustrées par la figure 19, montrent une baisse de ces composés au cours de stockage de l'huile. En effet, les valeurs obtenues diminuent de 182 à 70 ppm (D3) dans le cas de l'emballage en plastique et de 182 à 85 ppm dans le cas de l'emballage en verre marron. Nous constatons également que cette baisse est légèrement plus prononcée dans le cas de l'emballage en plastique. La même tendance d'évolution à la baisse a été enregistrée par plusieurs auteurs (**MENDEZ et FALQUE., 2002**). Une baisse de la teneur en antioxydants phénoliques accélérerait les réactions d'oxydation et qui pourrait expliquer partiellement l'augmentation des indices d'oxydation au cours de stockage de l'huile.

### 1.8. Test de shall

Ce test consiste à oxyde la matière grasse dans une étuve portée à 60°C. La mise en évidence de l'oxydation est montrée par la mesure de l'indice de peroxyde sur des prélèvements fait toutes 4,8, ou 24h (**WOLF. JP, 1968**).

Cette méthode présente l'avantage de se rapprocher des conditions réelles de stockage (cas des flacons transparent d'huiles conservées a la lumière du jour et à température ambiante).

Les valeurs moyennes de la teneur en test de shall des huiles d'olive analysées sont illustré dans la figure N°20.



**Figure 20 :** Valeurs moyenne du test de shall d'huiles d'olive analysées en fonction de l'emballage et la durée de stockage.

Selon **NADEEM *et al.*, (2013)** et **ANWAR *et al.*, (2007)**, le teste de shall est révélateur de la stabilité de l'huile.

Les résultats obtenus est illustrés par la figure 20 montre une baisse des valeurs de la stabilité oxydative au cours de stockage de l'huile, et ce dans le cas des deux types d'emballage. En effet, les valeurs diminuent de 34,5 à 15 méq g d'O<sub>2</sub> dans le cas de l'emballage en plastique et de 34,5 à 18 dans le cas de l'emballage en verre. Cette baisse peut s'expliquer par la diminution de la teneur en antioxydants dans l'huile.

### 1.9. Composition en acides gras

Les acides gras est un autre aspect essentiel de l'évaluation qualitative des huiles d'olive. En effet, ce paramètre revêt une grande importance pour le classement de l'huile d'olive et par conséquent pour sa commercialisation C'est également l'un des moyens utilisés pour s'assurer de l'adultération de l'huile d'olive et de détecter s'il y a lieu, les fraudes des huiles commercialisées. (**Christopoulos M. et al., 2004**).

Par ailleurs, en tant que principaux composés des matières grasses, les acides gras constituent selon plusieurs études (**Grati Kamoun N. et Khlif. M., 2001** ; **Christopoulos M. et al, 2004**) un paramètre important pour la caractérisation et la définition des huiles d'olive.

Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau suivant. La composition en acides gras de l'huile étudiée répond aux normes fixées par le Conseil Oléicole International.

**Tableau IV** : Composition en acides gras (%) des l'huiles d'olive analysées.

Acide gras	Emballage	D1 Mars	D2 juin	D3 Septembre	Norme COI
Acide palmitique (C16: 0)	Plastique	16,67%	17,03%	17,45%	7,5- 20,0
	verre opaque	16,67%	17,72%	18,01%	
Acide palmitoléique (C16:1)	Plastique	2,22%	2,01%	2,14%	0,3- 3,5
	verre opaque	2,22%	1,98%	2,50%	
Acide Margarique (C17:0)	Plastique	Trace	Trace	2,60%	
	verre opaque	Trace	Trace	2,91%	
Acide Stéarique (C18:0)	Plastique	2,05%	3,37%	2,60%	0,5- 5,0
	verre opaque	2,05%	2,39%	2,91%	
Acide oléique (C18:1)	Plastique	63,11%	63,14%	62,32%	55,0- 83,0
	verre opaque	63,11%	63,18%	59,24%	
Acide linoléique (C18:2)	Plastique	15,09%	14,22%	14,02%	3,5- 21,0
	verre opaque	15,09%	13,74%	14,93%	
Acidelinoléique (C18:3)	Plastique	0,51%	0,51%	0,68%	0,0- 1,5
	verre opaque	0,51%	0,45%	1,27%	
Acide arachidique (C20:0)	Plastique	0,30%	0,68%	0,55%	< 0,6
	verre opaque	0,30%	0,51%	1,11%	
AGS	Plastique	4,57	20,8	20,6	-
	verre opaque	4,57	20,62	22,03	
AGI	Plastique	80,93	79,88	79,16	-
	verre opaque	80,93	79,35	77,94	
AGMI	Plastique	65,33	65,15	64,46	-
	verre opaque	65,33	65,16	61,74	
ACGPI	Plastique	15,6	14,73	14,7	-
	verre opaque	15,6	14,19	16,2	
AGI/AGS	Plastique	17,7	3,97	3,84	-
	verre opaque	17,7	3,84	3,53	

D'après les résultats obtenus nous constatons une certaine variabilité des teneurs des acides gras de l'huile d'olive vierge par rapport aux teneurs initiale et ceci quelque soit la

nature de l'emballage et les conditions de stockage. Toutefois, ces résultats restent conforme aux limites fixées par le (COI, 2015).

En se référant au tableau N°IX on constate une augmentation du taux de l'acide palmitique (acide gras majoritaire des acides gras saturés) pour les l'huile stockée dans les deux types d'emballage (17,45% et 18,01%). Cette augmentation a été aussi observée par (HILAN *et al.*, 2001), qui ont étudié l'évaluation de la qualité des huiles d'olives vierges par rapport aux types de récipients utilisée durant le stockage.

Pour l'ensemble des acides gras insaturés on remarque une certaine variation dans les teneurs selon le type d'emballage et les conditions de stockage. Selon COSSUT (2002), plus il y a de doubles liaison ; plus la vitesse de dégradation des acides gras est grande. En effet pour l'acide oléique (acide gras mono insaturé majoritaire), on constate une légère augmentation après le conditionnement (D2), avec des concentrations respectives de 63,14%et 63,83% et on remarque après le conditionnement (D3) une diminution pour les deux types d'emballage avec des concentrations de 62,32% et 59,24%.

Aussi d'après le tableau IX on remarque une diminution de l'acide linoléique (acide gras poly insaturé majoritaire) dans les deux types d'emballages. Pour une meilleure conservation de la qualité du produit, il convient que les huiles d'olive ne contiennent pas plus de 10% d'acide linoléique, car cet acide est le principal responsable du vieillissement chimique de l'huile.

La composition en acide gras de l'huile d'olive joue un rôle important pour sa qualité nutritionnelle et organoleptique. Divers facteurs, tels que, la variété, le degré de maturité des olives, et le climat ont une incidence sur la composition en acides gras de l'huile d'olive (TANOUTI *et al.*, 2011).



***Conclusion***

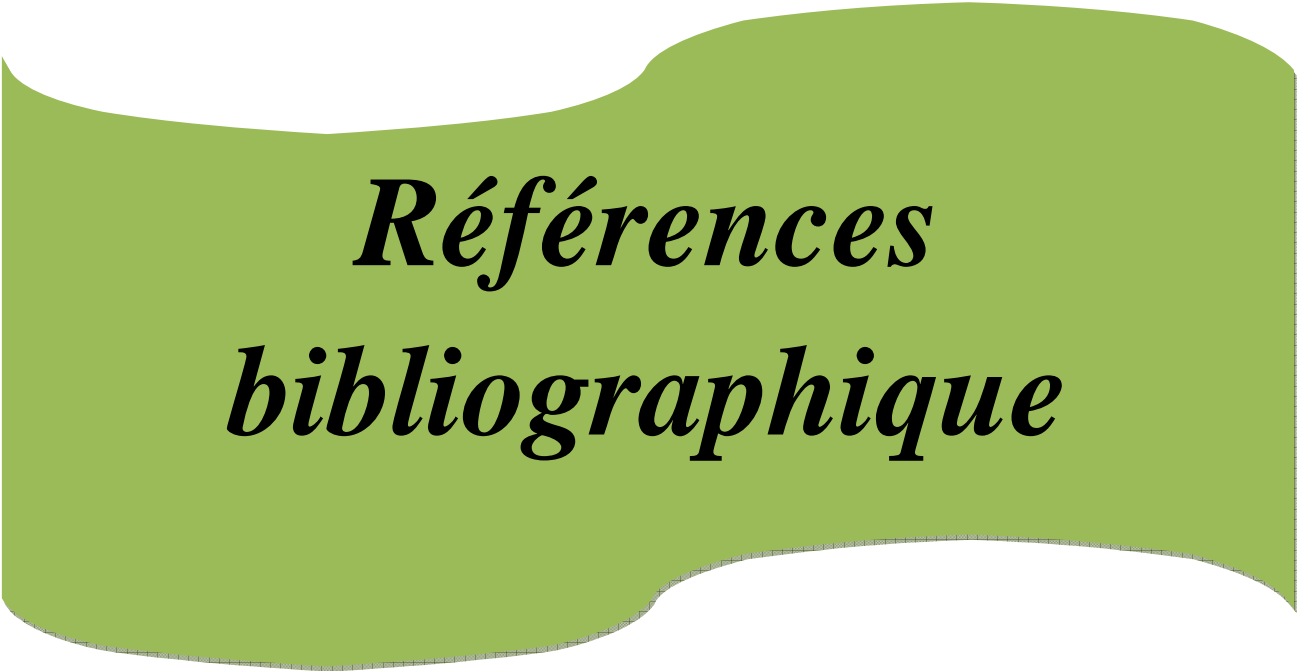
## **Conclusion générale**

L'étude portée sur l'huile d'olive vierge, de la variété Chemlal, conditionnée dans deux types d'emballage ( verre marron opaque, plastique) et stockée à la lumière du jour et à la température ambiante, nous a permis de suivre l'évolution des indices de qualité, les pigments, les phénols, la stabilité oxydative et le profil en acide gras.

Après six mois de stockage, la qualité de l'huile analysée n'a varié que très faiblement entre les deux types d'emballage. Les paramètres analysés montre une augmentation des indices de qualité et qui signifie le processus d'altération hydrolytique et oxydatif est enclenché précocement dans l'huile. Ces réactions d'altération s'accroissent avec le prolongement de la durée de stockage.

Les composés mineurs : les chlorophylles, les caroténoïdes et les composés phénoliques diminuent au cours de stockage de l'huile. Cette baisse est légèrement plus importante dans le cas de l'emballage en plastique. La diminution de ces constituants fait perdre à l'huile partiellement ces caractéristiques sensorielles de couleur et de goût, et sa stabilité oxydative.

La composition de l'huile en acides gras après six mois de conservation, n'a subi que de légères modifications.



*Références  
bibliographiques*

**AFIDOL. ,( 2004).** Les bonnes pratiques d'étiquetage. Conditions de commercialisations des huiles d'olive au stade du commerce se détail. Version 1.www. afidol .org. p 4.

**ADRIAN J., FRANGE R. et POTUS J. (2002).** La science alimentaire de A à Z, Technique & documentation. LAVOISIER.3<sup>eme</sup> edition.

**AFIDOL., 2010.** Conservation de 'huile d'olive vierge selon la nature du plastique de la bouteille. Qualit' Olive. P2-4.

**AFIDOL.,( 2009).** Les bonnes pratiques d'étiquetage. Conditions de commercialisation des huiles d'olive au stade du commerce de détail. Version 3. www. Afidol. Org. P4.

**AIT YACINE Z ., SERHROUNI M and HILALI S. (2002).** Evolution de la composition acide de l'huile d'olive à différents stades de maturité des olives. Cas du périmètre du Tadla – Maroc. *Olivae*, 93 : 29 -30.

**AIT YACINE., 2001.** Etudes des facteurs déterminant le meilleur période de récolte des olives. *olivae*. N° 8. P 39-45.

**AJANA H; ELANTARI A et HAFIDI A. (1999).** Evolution of biometric parameters and chemical composition of olive from the Moroccan pecholine variety during fruit ripening; *Grasas y aceites*, 50, 1-6.

**AJANA H; ELANTARI A and HAFIDI A. (1998).** Fatty acids and sterols evolution during the ripening of olives from the *Moroccan* Picholine cultivar. *Grasas y Aceites*, 49 (5-6): 405-410.

**AMIOT,(1986).**Importance and evolution of phenolic compounds in olive during growth and maturation *Food chem*,34:823-826.

**AMCHA. A., (2012).** Détermination des antioxydants des huiles d'olive (N.W Algérie), Mémoire de Magister en chimie, Université Aboubekr Belkaide de Tlemcen.

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

## **B**

**BEAUCHESNE Z., (2008) ;** Emballage alimentaire : enjeux et opportunités.

**BOURADJA K., 2011.** Etude de l'effet des antioxydants naturels et de synthèse sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge. Thèse de Magister en Chimie de l'environnement. Université Mouloud Mammeri Tizi Ouzou. P 7-37.

**BEN TAKAYA I., HASSOUNA M., 2007.** Effete des chlorophylles, du beta carotène, de l'alpha tocophérol, du tyrosol et de leurs interactions sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive tunisienne. *Ocl* Vol. 14 N° 1janvier-Février 2007. Tunisie. P60-62.

**BEN TAKAYA I and HASSOUNA M. (2005).** Etude de la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge extra tunisienne au cours de son stockage. *Oléagineux Corps Gras Lipides*, 12 ( 5-6) : 447- 453.

**BENLIMANE K., (2014).** Contribution à l'élaboration d'un plan de contribution à l'élaboration d'un plan de contrôle des emballages plastiques en contact avec les denrées alimentaires. Mémoire de master en science des aliments. Université Abou Bekr Belkaïd, Tlemcen. P8 -10.

**BENTE MINES. MANI H; METHNNIK. (2008).** Sterolic composition of chetoui virgin olive oil: Influence of geographical origin. *Food chemistry* (10), 366-374.

**BENABID H., (2009).** Caractérisation de l'huile d'olive algérienne apports des méthodes chimométrique. Thèse de doctorat en Sciences Alimentaires. Université Mentouri de Constantine institut de la nutrition, de l'alimentation et des technologies agro-alimentaires (inataa).

**BERLINET C., 2006.** Etude de l'influence de l'emballage et de la matrice sur la qualité de jus d'orange. Thèse de doctorat en science Alimentaires. Ecole Nationale Supérieure des Industries Agricoles et Alimentaires(ENSTA). France. P 8- 10.

**BOULFANE S., MAATA N., ANOURA A., HILALI S., (2014).** Caractérisation physicochimique des huiles d'olive produites dans les huileries traditionnelles de la région de la Chaouia-Maroc. *Journal of Applied Biosciences*. 87 : 8022-8029.

**BOURADJRA K., (2011).** Etude de l'effet des antioxydants naturels et de synthèses sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge. Thèse de Magister en Chimie de l'environnement. Université Mouloud Mammeri Tizi Ouzou. P 7 – 37.

### C

**COL., 2011.** Norme commerciale applicable à l'huile d'olive et à l'huile de grignons d'olive– COI/T.20/Doc. n°19/ Rév.1.

**CALABRESE G. (2002).** Effet de l'huile d'olive vierge extra sur la santé, *olivae*.

**CABRINI L., BARZANI V. , CIPOLLONE M., FIORENTINIO B., ZAMBNIN L. (2001).** Antioxydants and totals peroxy radical – trapping ability of olive seed oils. *Journal of Agricultural and Food chemistry*, 49, 6026- 6032.

**CE., (2010).** Projet de norme pour les huiles d'olive et les huiles de grignons d'olive (A l'étape 6 de la procédure). Commentaires de la communauté européenne sur la lettre circulaire cl 2002 /49-fo.

**CEE (2003).** characteristics of olive and olive pnnace oil and their analytical methods, EEC regulation 1989/2003. Official Journal of the European communities. 295.57-66.

**CHIMI H., 2006.** Technologie d'extraction de l'huile d'olive et gestion de sa qualité. Bulletin mensuel d'information et de liaison de PNTTA, transfert de technologie en Agriculture. N° 141.

**CHRISTOPOULOS E., LAZAREKI M., KOMAITIS M., KASELINIS K. (2004),** Effectiveness of determinations of fatty acids and triglycerides for the detection of adulteration of olive oil with vegetable oils. *Food Chem.*, 84, p. 463 – 474.

**CHRYSTELLE I. 2013.** Fin de vie des emballages plastiques alimentaires. Dossier, 2013.

**CICHE LLIA et PERTE ZANA G.P.(2004).** Hight-performance liquide chromatographic analysis of chlorophylls ,pheophyténs and carotenoids in virgin olive oil; chemometric apprioatch variety classification ,journal of chromatography A. 1046, 141.146.

**CNE.,( 2011).** Prévention de gaspillage et des pertes des produits de grande consommation : le rôle clé de l'emballage. Siret n° 41513678700025 APE, 913, Paris. P 5.  
Codex pour les huiles d'olive vierges et raffinées et pour l'huile de grignons d'olive raffinée .CODEX STAN33 -1981(Rév .1-1989).

**COL., (2015).** Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive COI/ T.15/NC n°3/Rév. 8.

**CONSEIL OLEICOLE INTERNATION.** Trade standard applying to oline oil-pomance ail. International olive ail conseil, (1996) COT /T.15n°2, Madrid pain.

**CONSEIL OLEICOLE INTERNATION .(2008).** les chiffres clés des huiles d'olives .

**CONSEIL SUPERIEUR DE LA SANTE., (2011).** L'oxydation naturelle des huiles de consommation peut entraîner des risques pour la santé. N° 8310. Sécurité des huiles et graisses. Rue de l'Autonomie 4. 1070 Bruxelles. P 11.

**COSSUT J., DEFRENNE B., DESMEDT C., FERROUL S., GARNET S., 2002.** Les corps gras : entre tradition et modernité. Mémoire de Master. Université des sciences et technologie des Lille. France. P19-20.

**COT. (2003).** Norme internationales applicable aux huiles d'olives et aux huiles de grignons d'olive. COT/T15/NCn<sub>3</sub>,25.

**CUVELIER M.E., MAILLARD M.N., 2012.** Stabilité des huiles alimentaires au cours de leur stockage. OCL VOL. N°2. France. P127-128.

**DANDJOUNA A., TCHIEGANG C., PARMENTIER M., 2008.** Evaluation de quelques paramètres de qualité physico-chimique de l'huile de la pulpe des fruits de *Canarium schweinfuthii* Engl au cours du stockage. *Int. Biol. Chem. Sci.* 2(3) : 249-257. P : 251-253.

**DG/SANCO., 2006. Etiquetage :** compétitivité, information des consommateurs et amélioration de la réglementation communautaire. COMMISSION EUROPEENNE.P : 2.

**DJIOUA T., HADOUCHI S., 2003.** Stabilité de l'huile de tournesol à différentes conditions de stockage et d'emballage. Mémoire d'ingénieur en technologie Alimentaire. Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou (UMMTO). P49.

**DUMAINE E. et al, 2011.** Les plastiques en débat, 2011.

### **E**

**EDELI E.F., (1997).** Lipides des olives .In : Lipides et corps gras alimentaires. Edition tec et doc. Lavoisier, paris.74. Edition tec et doc, Lavoisier. paris.44.50 ; 95-120.

**FEIGENBAUM, A., RIQUET, A.-M., DUCRUET, V. et SCHOLLER, D., 1993. (24)** Comparaison des caractéristiques physicochimiques des huiles d'olives issues de différentes zones de la région Tadla Azilal (Maroc) [Comparaison of the physico-chemical characteristics of the olive oil coming from different zones in Tadla Azilal area(Morocco)] *J. Mater. Environ. Sci.* 5(2) (2014) 641-646. P 144.

### **G**

**GILLES.G (2003).**Obtention d'une huile d'olive vierge extra de hautes qualités nutritionnelles et organoleptiques. Synthés bibliographique. Université mont pallier.Gouveia j.b

**GONTARD N., (1999) ;** Pourquoi emballer et comment. In bulletin Réseau TPA, N° :16.

**GOMEZ –RICO A., DESEMPARADOS M.S., FREGAPANE G. (2009).** Virgin olive oil and olive fruit minor constituent as affected by irrigation management based on SWP and TDFAS compared to Etc in medium-density young olive orchards (*Olea europaea* L. CV. Cornicabra and Morisca); *Food Research International.* 42(8) PP 1067. 1076.

**GRATI KAMOUN N., KHLIF M. (2001),** Caractérisation technologique des variétés d'olivier cultivées en Tunisie. *Revue Ezzaitouna*, Tunis page 54 / ISSN -0330-6828.

**Guide de bonnes pratiques d'hygiène ,2011 (14).** Guides des bonnes pratiques d'hygiène, industrie algériennes des jus de fruits, nectars et produits dérivés, dec 2011.

**GUITIERREZ F et IZQOIERDO JR. (1994).** Les critères de qualité applicables à l'huile d'olive : méthodes d'analyses physico-chimiques et organoleptiques. In cours international ,123.156.

### **H**

**HAMANI A.B., ELKARARI H., GIRARDON J., S., PROST-DUMONT S., 2006.** Interaction matériaux aliments : valorisation scientifique ou marketing , Master professionnel QUALIMAPA. P 27-38.

**HASSASI A. NAIT AMEUR M. OMARIR. (2009).** Etude comparative de la qualité de l'huile d'olive vierge conditionnée dans différents matériaux d'emballage ( PET, verre transparent, verre opaque et l'argile) Mémoire d'ingénieur contrôle de qualité et analyses. UMMTO. 54P.

**HILAN C., FANNOUS H., FRANCIS R., 2001.** Evaluation de la qualité des huiles d'olive vierges par rapport aux types de récipients utilisés de récipients utilisés durant le stockage. Annales de Recherche Scientifique N°3 (2001), P 141-156.

**HUGEL R., AJEA N., (1998) ;** Le verre d'emballage. In **MULTON G. et BUREANU G. ;** Emballage des denrées alimentaires de grande consommation. Edition Tec et Doc Lavoisier. Pp 299- 311.Paris.

**HUGEL R., AJEA N., (1998) ;** Le verre d'emballage. In **MULTON G. et BUREANU G. ;** Emballage des denrées alimentaires de grande consommation. Edition Tec et Doc Lavoisier. Pp 299- 311.Paris.

### **I**

**INRA., 1998.** Emballages plastiques alimentaires et sécurité de consommateur. Direction de l'information et de communication- 147, rue de l'université- 75338. Paris codex 07.

### **J**

**JEANT R., GROGUENNEC T., SCHUCH P., BRULE G., 2007.** Science des aliments ; biochimie, microbiologie, procédés produits. Lavoisier. Volume 2 technologie des produits alimentaires. Paris 407- 436.

**JEANTETR ; CROGUENNEC ; SCHUCKP et BRULEG. (2006).** Sciences des aliments : biochimie. Microbiologie. Procédés. Produits

### **K**

**KAHOULI I., 2010.** Effet antioxydant d'extraits de plantes (*Laurus nobilis* L., *Rosmarinus officinalis*, *Origanum majorana*, *Oléa Europea* L.) dans l'huile de canola chauffée. Pour l'obtention du grade de Maître es sciences (M.Sc.). Université Laval. Québec. P 18- 21.

**KARLESKIND A., 1992.** Manuel des corps gras. Ed TEC et Doc. Lavoisier. Paris.

**KARLESKINDA, (1992).** Manuel des corps gras .technique  $\beta$  documentation. Paris : LAVOISIER, pp : 999-1571.

**KENKOLI ., 2004.** Contaminants levels in recycled PET plastic, Swinburne University of Technology, Victoria (Australia).

**KHALIF M., AYADI M., GRATI kAMMOUM N., HAMIDI M., REKIK H., REKIK B., 2000.** Effet du système d'extraction sur la qualité de l'huile d'olive en cours de stockage ou conservation. Revue ezzaitouna 6.

**KIRITSAKIS A .et MARKAKI SA.(1987).**olive oil : a review .ADV. Food Res .**31.**453-82.

**KOUAME A.E.F., 2004.** Etude de la migration des antioxydants phénoliques dans les boissons en sachet (Abidjan- Cote D'ivoire). Thèse de doctorat en pharmacie. Université Cheikh Anta Diop de Dakar. N° 26. P 39-40.

**KOUIDRI M., 2008.** Extraction et caractérisation physico-chimique de l'huile d'organe provenant d'arbres cultivés dans deux région de l'Algérie (Tindouf et Mostaganem). Mémoire de Magister en Sciences Alimentaires. Université Hassiba Ben Bouali- Chlef.P 62-67.

## **L**

**L.O.I(2001).** détermination de la composition et du contenu en stérols parchomatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire T.20/Doc .N° 10/rev.1.

**LAU, O.W. ET WONG, S.K., 2000.** Contamination in food from packaging material. Journal of Chromatography A 882, 255 270.

**LAU, O.W. ET WONG, S.K., 2000.** Contamination in food from packaging material. Journal of Chromatography A 882, 255 270.

**LAZZEZ A ; COSS ENTINE M ; KHLIF M et KARTAY B. (2006)** Edition de l'évolution des stérols, des alcools aliphatique et des pigments de l'huile d'olive au cours du processus de maturation, 27.32.

**LNE., 2013.** Exigences réglementaires européennes des matériaux et objets destiné au contact avec les aliments pour les emballages, articles culinaires, équipements de l'agroalimentaire et tout objet destiné au contact avec les aliments. Laboratoire National de métrologie et d'essais. 29, Avenue Roger Hennequin 78197 TRAPPES codex (France). P 16.

**LNE., 2014.** Phénomène de migration des métiers plastiques au contact des aliments et réglementation. Intervention de patrick Sauvegrain (Laboratoire Nationale de métrologie et d'Essais). Paris. P1.

**LUNA G., MORALES M.T. and APARICIO R. (2006).** Characterisation of 39 Virgin olive oils by their volatile compositions. *Food chemistry*, 98: 243- 252.

**LOPEZ- LOPEZ A., MONTANO A., RUIZ-MENDEZ M.V., GARRIDO-FERNANDEZ. (2008).** Sterols, Fatty alcohols, and tri terpenic alcohols in commercial table olives, *Journal of the American oil chemists society*, 85 : 253- 262.

### M

**MANALILI N.M., DORADO M.A., VAN OTTERDIJK R., 2014.** Solutions d'emballage alimentaire adaptées aux pays en développement. SAVE FOOD. Nouvelle édition FAO. Allemagne.P4.

**MEFTAH H., LATRACHE H., HAMADI., HANINE H., ZAHIR H., EI LOUALLI., 2014.** Comparaison des caractéristiques physicochimiques des huiles d'olives issues de différentes zones de la région Tadla Azilal (Maroc) [ Comparison of the physico-chemical characteristics of olive oil coming from different zones in Tadala Azilal area (Morocco)] *J. Mater. Environ. Sci.* 5(2) (2014) 614- 646. P144.

**MENDEZ A.I et FALQUE E (2002).** Effect of Storage time and container type of the quality of extra virgin oil.

**MIOTEM.J.FLEURIETA.et MACHERIX J.J,(1989).** Importance and evolution of phenolic compounds in olive during growth and maturation. *Journal of Agriculture Food and chemistry*, 34(5):822-826.

**MORDERET F. (1999).** Conférence cheureul : Evolution des critères de qualité des huiles d'olives vierge .perspective .OCC. Vol.6 pp : 9-76.

**MULTON J.L., BUREAU G., (1998).** L'emballage des denrées alimentaires de grande consommation. Collection sciences et techniques agroalimentaires. Lavoisier. Paris. P77-967.

**MILIAUSKAS G., VENSKUTONIS P,R. and VAN BEEK T,A. (2004).** Screening of radical scavenging activity of some medicinal and aromatic plant extracts. *Food chemistry*, 85: 231- 237.

### O

**OLLIVIER D., BOUBAULT E., PINATEL C., SOUILLOL S., GUERERE M., ARTAUD J., 2004.** Analyse de la fraction phénolique des huiles d'olive vierges. *Annales des falsifications, de l'expertise chimique et toxicologique* 2<sup>ème</sup> Semestre.N°965-pp.169-196.

**OUAOUICH A., CHIMI H., 2007.** Guide du producteur de l'huile d'olive. Organisation des Nations Unies pour le développement industriel, P 11-29.

**P**

**PARODO J.E., CUESTA M.A. and ALVARRUIZ A.(2007).** Evaluation of potential and actual quality of virgin olive oil from the designation of origin "Aceite Campo de Montiel"(ciudad Real, Spain). *Food chemistry*, 100: 977- 984.

**PINTEL C. PETITC., OLLOVIER D., ARTAUD J., (2004).** Outils pour le suivi de la qualité de l'huile d'olive vierge et son amélioration. *Ocl* , 11 (3), 217- 219 ;

**PENNARUM P.Y., 2005.** Migration à partir de bouteilles en PET recyclé. Elaboration et validation d'un modèle applicable aux barrières fonctionnelles. Thèse de Doctorat en Chimie. Université de Reims Champagne-Adrenne. France. P25.

**PHILIPS K.M., RUGGION D.M., TOIRO J.I., SWANK M.A. and SIMPKINS A.H. (2002).** Free and Esterified sterol Composition of Edible oils Fats. *Journal of Food Composition and Analysis*, 15: 123- 142;

**PERRIN L.L ;(1992)** Les composés mineurs et les antioxydants naturels de l'olive et de son huile revue française des corps gras 39<sup>ème</sup> année, N° 12 : pp 25-32.

**PERRIN JL. (1992).** La détermination de l'altération de l'huile d'olive. In manuel des corps gras (tome 2). Édition tec et doc. Lavoisier, 1198-1215.

**PSEMIADOU E; TSI MIDOU M et BOSKOU D.(2000).** Alpha to cophérol content of Greek K Virgin olive oil. *J.A gric Food chem.*48, 1770-1175.

**R**

**RAHMANIM ;(1989).**photooxydation des huiles d'olive : Influence de la composition chimique .revue Française des corps gras 36<sup>ème</sup> année N° 1/2.PP/25-32.

**RANCERO A.V.(1978).**Les Polyphénole de l'huile d'olive et leur influence sur les caractéristiques de l'huile. *Revue française des corps gras* .1 :21-26.

**ROMANIA, (1999).** Qualité of Virgin oil as in influenced by origin of europaea L J A gr *Food chem* ,47 :964-967.

**RYAND ; ROBARDS K et LAVEE S. (1998).**évolution de la qualité de l'huile d'olive olivee.N°72 :23-38. Safety and quality of foodstuffs in contact with plastic materials: A structural approach. *Journal of Chemical Education*.

**RUNICIO A., SORGONA L., MINCIONE A., SANTACATERINA S. and POIANA M. (2008).** Volatile compounds of virgin olive oil obtained from Italian cultivars grown in Calabria. Effect of processing methods, cultivar, stone, 106: 735- 740.

**RIVERA DELALAMO R.M., FREGAPANE G., ARANDE F.,GOEZ. ALONSO S., SALVADOR M.D., (2004).** Sterols and alcohols composition of cornicabra virgin olive oil:

The campesterol content exceeds the upper limit of 4% established by the EU regulations. Food chemistry, 84,533 - 537.

**S**

**SANCHE ZCASAS J., OSORIO BUENO E., MONTANO GARCIA A.M., MARTINEZ CANO M. (2004).** Sterols and sphyrodiol + Uvalol content of virgin olive oils from cultivars of Extremadura (SPAIN). *Food chemistry*,87. 225-230.

**SEKOUR B., 2012.** Phytoprotection de l'huile d'olive vierge (HOV) par ajout des plantes végétales (thym, ail, romarin), thèse d'ingénieur, université Mohamed El Bacha Boumerdes, Boumerdes. P 36-62.

**SESVILLE M, BOLDIOLI M., MARIOTI F., MONTERO G. F.(2003).** Phenolic Composition of olive fruit and virgin olive oil: Distribution in the constitutive parts of fruit and evolution during the oil mechanical extraction process *ISHSACTO Horticulturae*. 474: International Symposium on olive growing.

**SAMANIEGO-SANCHEZ C., QUESADA-GRANDOS J.J., LOPEZ- GRACIA H., De la SERRANA M.C., LOPEZ-MARTINEZ J., (2010).** Beta- Carotène. Squalène and waxes determined by chromatographic method in picual extra virgin olive oil obtained composition and analysis 23. 671 – 676.

**SERROUKH I., 2013.** Détermination de la teneur en alkyles esters dans les huiles d'olive vierge extra. Licence Professionnelle en Agroalimentaire. Université Abdelmalek Essaâdi. Marco. P26.

**SERVERAIN., 2011.** Evaluation et gestion des risques-Matériaux d'emballage à contact alimentaire. *Cahiers de Nutrition et de Diététique* 46(2), 59-66.

**STETIN;MSALLEM M;CHERIFA; (2002).**Etude de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive de différentes variétés Tunisiennes. *la Rivista Italiana de santonze Grasse*.79(10) ,357-363.

**SIFI., BEN HAMIDA J et AMAMOU T. (2001).** Impact du système de trituration des olives sur la qualité de l'huile obtenue. *Olivae* 87 : 37 P.

**SOLAS J. J., SANCHEZ J., RAMOLI U.S., MANAFA. 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.

**T**

**TANOUTI K., EL AMRANI A., SERGHINI-CAID H., KHALID A., BAHETTA Y., BENALI A., HARKOIS M et KHIAR M., 2010.** Caractérisation d'huiles d'olive produites dans des coopératives pilotes (la Kharma et Kenine) au niveau du Maroc orientale. Les technologies de laboratoire, Volume 5, N°18. PP 19-24.

**TANOUTI K., SERGHINI-CAID H., CHAIEB E., BENALI A., HARKOUS M., ETELAMARANI A., 2011.** Amélioration qualitative d'huiles d'olive produites dans le Maroc oriental. Les technologies de laboratoire, volume 6, n°22. P2-9.

V

**VASSEUR J.P. (1991)** Ionisation des produits alimentaire collection Sciences et techniques alimentaires. Technique et documentation, Lavoisier, paris.

**VAZQUEZ RONCEROA ;( 1987).** Les Polyphénols de l'huile d'olive et leur influence sur les caractéristiques de l'huile d'olive corps gras.25 :21-26.

**VEILLET S., 2010.** Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : Entre tradition et Innovation. Thèse de doctorat en Sciences, l'Université d'Avignon et des pays de Vaucluse. Spécialité chimie. P1-35.

**VICAN, P.Z.** huile d'olive : historique, variétés. Origines. Vertus thérapeutique et recette. Edition : « ANAGRAMME », 48, Rue de pont, p.5-206.

**VISIOLLI Fet GALLIE( 2002).**Antioxydant and other fiological activities of phenols from olives and olive oil .medicinal research review .22:65-75.

**VZZAN A. (1992).**Manuel des corps gras .technique  $\beta$  documentation .Lavoisier. Technique  $\beta$  documentation. LAVOISIER.

**VENKATES HWARLU G., LLET M. B., MEYER A. S & JACOBSEN C(2004).** Modeling the sensory impact of de fined combinations of volatile lipid oxidation products on fishy and metallic off- flavors. Journal of Agricultural and Fopd chemistry. 52 (6) PP 1635-1641.

**VICHI S., CASTELLOTE A. I, PIZZALE L., CONTRE L;S., BUXADERAS S. and LOPEZ-TAMAMES E.(2003).** Analysis of virgin olive oil volatile compounds by headspace solid-phase microextraction coupled to gas chromatography with mass spectrometric and flame ionization detection. Journal of chromatography A. 983: 19-33.

**VINHA A.F., FERRERES F., SILVA B. M., VALENTOO P., GANÇALVES A., PEPEIRA J., OLIVEIRA M. B., SEABRA R. M., ANDRADE P.B., (2005).** Phenolic profile of Portuguese olive fruits (*Olea europaea* L.): Influence of cultivar and geographical. *Food chemistry*. 89 (4) PP 561-568.

**VISIOLLI F. GALLI C. (2002).** Antioxydant and other biological activities of phenols from olives and olive oil. Medicinal Research Review. 22: 65-75.

W

**WOLF. JP. (1968).** Manuels d'analse des corps gras Edition AZOULAY paris.

# **Annexes**

### **Annexe 01: Teneur en eau et matières volatiles**

#### **Matériels :**

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

#### **Mode opératoire :**

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

### **Annexe 02 : Teneur en absorbance en ultraviolet**

#### **Matériels :**

- Spectrophotomètre pour mesurer des extinctions dans l'ultraviolet entre 220 et 370 nm, avec possibilité de lecteur pour chaque unité nanométrique.
- Cuve en quartz prismatique, avec couvercle, de parcours optique de 1 cm

#### **Réactifs :**

- Hexane pur.

#### **Mode opératoire :**

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

### **Annexe 03: Teneur en Acidité**

#### **Matériels :**

- 2 Eralen-Mayer;
- 1 Burette de 10 ml;
- Balance analytique;
- Plaque chauffante.

### Réactifs :

- Ethanol à 96% ;
- Solution de KOH à 0,1N ;
- Phénophtaléine, solution à 10 g/l dans l'éthanol à 96%.

### Mode opératoire :

- Dans un Erlen-Meyer, mettre 25 ml d'éthanol ;
- On ajoute 0,5 ml de la solution de phénophtaléine porter à ébullition ;
- A température encore élevée neutralisé(en utilisant une burette) avec précaution tout en agitant l'Erlen-Meyer avec la solution de KOH à 0,1N jusqu'à apparition d'une coloration rose persistant ;
- Peser 2,5 g d'huile, dans un Erlen-Meyer 2 ;
- Ajouter l'éthanol neutralisé (contenu de l'Erlen-Meyer 1)
- Mélanger soigneusement, porter à l'ébullition et titrer avec la solution de KOH en agitant pendant le titrage ;
- Arrêter le titrage quand la coloration rose persiste pendant au moins 10S
- Noter la chute de burette.

### Annexe 04 : Teneur en indice de peroxyde

#### Matériels :

- 1 erlen meyer ;
- Pipettes 1 ml, 10 ml, 15 ml ;
- 1 bécher
- 1 burette de 10ml ou 25 ml.

#### Réactif :

- Chloroforme ;
- Acide acétique ;
- Solution aqueuse d'iodure de potassium ;
- Solution de thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) à 0,01% ;
- Solution d'amidon à 1%.

#### Mode opératoire :

- Peser 2 g d'huile dans un ballon ;

- Ajouter 10 ml de chloroforme ; puis 15 ml d'acide acétique tout en agitant afin de dissoudre l'échantillon ;
- Ajouter 1 ml d'iodure de potassium KI (solution aqueuse saturée préparée juste avant son emploi (0,5 g dans 1 ml d'eau distillée).
- Boucher aussitôt. Agiter énergétiquement pendant 1 mn .Laisser 5 mn à l'abri de la lumière à une température comprise entre 15°C et 25°C ;
- Ajouter 75 ml d'eau distillée ; et titrer avec la solution de thiosulfate de sodium pour passer de la couleur orange à jaune pale ;
- Ajouter 0,5 ml de la solution d'amidon. Agiter énergiquement. Si une couleur violacée apparaît, il y a présence de peroxydes ;
- Traiter, tout en agitant, avec la solution de thiosulfate de sodium (0,01 N) jusqu'à disparition de la coloration violette,
- Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions.

### **Annexe 05 : Détermination du teste de schaal**

#### **Réactifs :**

- Chloroforme ;
- Acide acétique ;
- Solution aqueuse d'iodure de potassium saturée ;
- Thiosulfate de sodium 0,01 N ;
- Solution d'amidon.

#### **Mode opératoire :**

- Peser 20g d'huile dans un bécher puis le mettre dans l'étuve à 60°C pendant cinq jours ;
- Peser 2g d'huile retiré de l'étuve dans un Erlen Meyer ;
- Ajouter 10 ml de chloroforme avec 15 ml d'acide acétique tout en agitant afin de dissoudre l'échantillon ;
- Ajouter 1ml de la solution de KI ;
- Boucher aussitôt ;
- Agiter énergiquement pendant 1mn ;
- Laisser 5mn à l'abri de la lumière, à une température comprise entre 15°C et 25°C ;

- Ajouter 75 ml d'eau distillée ;
- Ajouter 0,5 ml de la solution d'amidon ;
- Agiter énergiquement ; si une couleur violacée apparaît, il y a présence de peroxyde ;
- Titre, tout en agitant, avec la solution de thiosulfate de sodium (0,01N) jusqu'à disparition de la coloration violette ;
- Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions.

### **Annexe 06 : Teneur en phénols totaux**

#### **Réactif :**

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

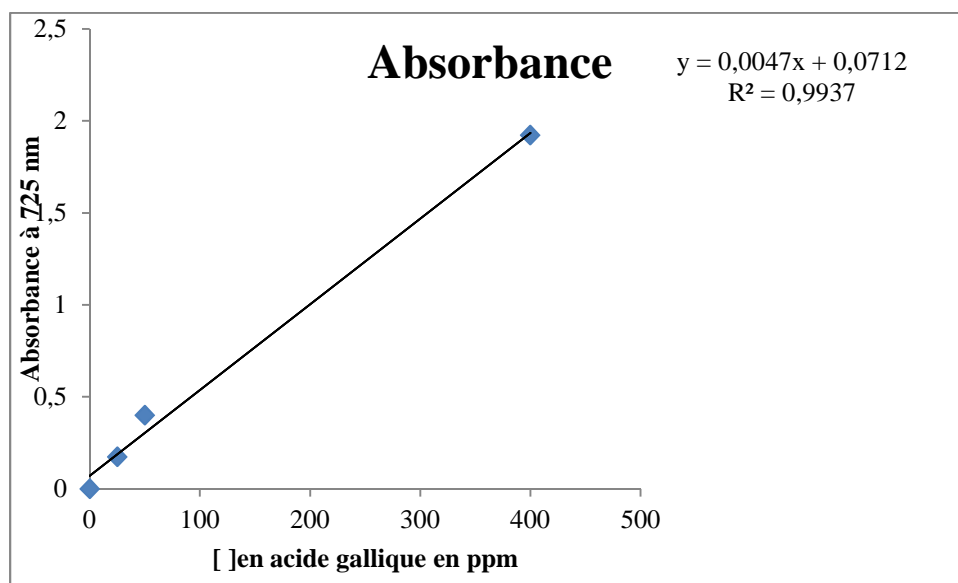
#### **Extraction des phénols totaux à partir de l'huile d'olive**

- Peser 2,5 d'huile, ajouter 5ml d'hexane et 5 ml de la solution méthanol/eau (60/40) ;
- Agiter vigoureusement pendant 2min et Laisser reposer 5 min jusqu'à séparation de 2 phases)
- Récupérer 5ml de la phase aqueuse. à l'aide d'une pipette dans laquelle se trouvent les composés phénoliques ;
- Ajouter 0,5ml du réactif de folin ciocalteu ,5 ml d'eau distillée et 1ml de la solution de bicarbonate de sodium (35%).
- Laisser reposer pendant 1 heures à l'obscurité de la lumière ;
- Mesure de l'absorbance à 725 nm ;
- Réaliser en parallèle un essai à blanc ;
- Les résultats sont exprimés en mg d'acide gallique par kg de l'huile en se référant à un courbe étalon obtenue à partir de concentrations croissantes
- d'acide gallique allant de 0mg/kg à 400 mg/kg.

### Courbe d'étalonnage des phénols totaux

On dilue la solution standardisée de l'acide gallique de manière à obtenir les concentrations (c) suivants : 0,025 ; 0,05 ; 0,1 ; 0,2 ; 0,4mg dans 1ml de la solution ;

- On dilue 0,5 ml de chacun de ces solutions standardisée dans 10ml d'eau distillée ;
- On ajoute 0,5 ml de Folin Denis puis on laisse reposer pendant 3minutes ;
- On ajoute 1ml de la solution saturée  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , la couleur bleue apparaît ;
- On mesure la densité optique (DO) des solutions standardisée avec un spectrophotomètre UV visible à 370 nm.



**Courbe d'étalonnage des phénols totaux**

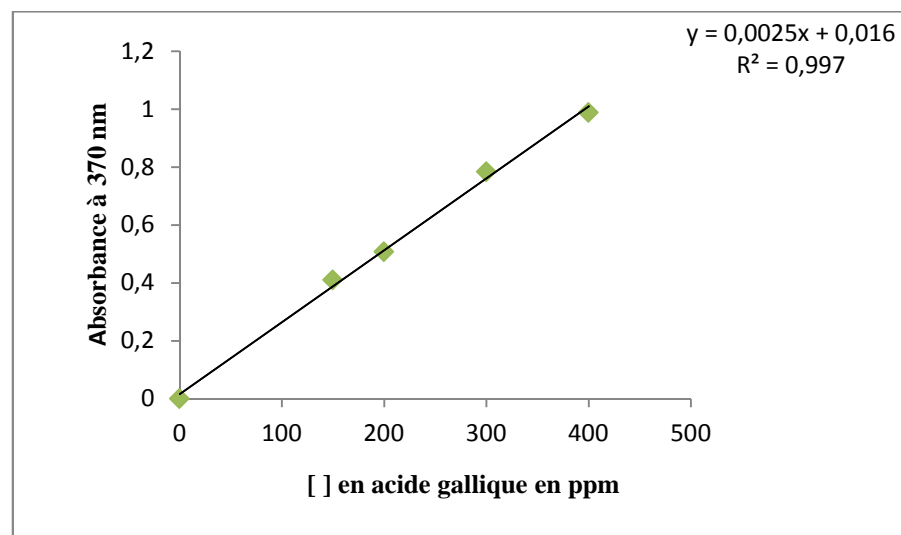
### Annexe 07 : Teneur en ortho-diphénol

#### Réactif :

- Hexane ;
- Solution méthanol/eau (1/1) ;
- Eau distillée ;
- Folin-ciocalteu ;
- Solution de molybdate de sodium anhydre à 5% ;
- Acide gallique.

#### Préparation de la gamme étalonnage d'acide gallique

- Préparer une solution mère d'acide gallique à une concentration de 100 ppm (0,01g d'acide gallique dans 100 g de la solution méthanol/eau 60/40).
- Préparer à partir de la solution mère des solutions diluées de 5 ml aux concentrations suivantes : 25ppm, 50ppm, 100ppm, 150ppm, 200ppm, 300ppm, 400ppm.
- Ajouter a chaque solution 0,5 ml du folin ciocalteu ;
- Ajouter 5 ml d'eau distillée et 1 ml de la solution de bicarbonate de sodium é 35% ;
- Laisser à l'obscurité pendant 2 heures, ensuite mesurer l'absorbance à 370 nm ;
- Réaliser en parallèle un essai à blanc.



**Courbe d'étalonnage des ortho- diphénol**

### Annexe 08 :

#### ➤ Teneur en chlorophylle

#### Réactif :

- Cyclohexane

#### Mode opératoire :

- Pèse 7,5g d'huile et la dissoudre dans 25ml de cyclohexane ;

- Mesure l'absorbance à 670nm.

### ➤ Teneur en caroténoïdes

#### Réactif :

- Cyclohexane.

#### Mode opératoire :

- Pèse 7,5g d'huile et la dissoudre dans 25ml de cyclohexane ;
- Mesure l'absorbance à 470nm.

### Annexe 9: Acides gras

Le profil en acide gras d'huile d'olive a été déterminé conformément à la norme CEE (2568/91). Les acides gras sont tout d'abord transformés en esters méthyliques :

- 0,2 g d'huile sont pesés dans un tube à vis
- Ajoutés 3 ml d'hexane
- Ajoutés 0,4 ml d'hydroxyde de potassium méthanolique à 2N
- Mélangés et agité
- 0,8µl de la solution des esters méthyliques sont ensuite injectés dans la chromatographie en phase gazeuse (CPG)

Les caractéristiques et les conditions de la CPG sont les suivantes :

- Chromatographie : chrompack CP 9002
- Détecteur : FID (250°C)
- Injecteur : SPLIT 1/100 (250°C)
- Gaz vecteur : Azote
- Colonne : DB23 (50% Cyanopropyle)
- Longueur : 30m
- Diamètre intérieur : 0,32mm\*0,25UM
- Epaisseur : 0,25µm
- Températures : (injecteur : 250°C ; détecteur : 280°C ; Four : 200°C)
- Vitesse de papier : 0,5 cm/mm.