

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

UNIVERSITE MOULOU D MAMMERI TIZI OUZOU
FACULTE DES SCIENCES BIOLOGIQUES ET DES SCIENCES
AGRONOMIQUES



DEPARTEMENT D'AGRONOMIE



En vue de l'obtention du diplôme de Master en Sciences
Alimentaires

Spécialité : Agro-alimentaire et contrôle de qualité

Thème

*Evaluation de la qualité physico-chimique et
organoleptique d'huiles d'olives vierges extra
produites en Algérie durant la campagne oléicole
2017/2018*

Présenté par :

MEZAOUR Kahina

Devant le jury :

Président: M^r SADOUDI R.

Maitre de Conférence « A »

Promoteur: M^r BENGANA M.

Maitre de Conférence « B »

Examineur: M^{me} BENTAYEB S.

Maitre Assistante « A »

PROMOTION : 2017/2018

Remerciements

Avant tout, je remercie DIEU tout puissant de m'avoir aidé et donné la santé, le courage, la volonté et la patience de réaliser ce travail.

Au terme de ce travail, je tiens à adresser l'expression de mes vifs remerciements à toutes les personnes qui m'ont aidé et collaboré de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Mes sincères remerciements à Mr. BENGANA M. pour avoir accepté de m'encadrer et m'orienter tout au long de ce travail.

Je remercie aussi Mr SADOUDI R. pour avoir accepté de présider le jury de soutenance.

Je tiens à exprimer aussi mes remerciements à M^{me} BENTAYEB S. pour avoir accepté de juger ce travail.

Mes remerciements vont aussi au personnel de l'ITAFV de Tassala et Merdja pour l'accueil chaleureux qu'ils m'ont réservé et pour l'aide qu'ils m'ont prêté pendant la période de réalisations de la partie expérimentale de ce travail, particulièrement Mr Achour Koceila, responsable du service agroalimentaire et tous les experts en dégustation de l'huile d'olive vierge qui ont participé à l'analyse sensorielle.

Enfin, j'adresse mes remerciements à toute personne qui a contribué de près ou de loin, à la réalisation de ce mémoire.

Dédicaces

J'ai l'honneur de dédier ce modeste travail

A

La mémoire de mon regretté père

Ma très chère maman et ma grande sœur Taous

en leur souhaitant santé et longue vie

Toute la famille du plus grand au plus petit

Mes amies particulièrement Fatima M. et Hamama S.A.

pour leurs soutien et encouragements

Sommaire

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction 1

Synthèse bibliographique

Chapitre I : De l'olive à l'huile d'olive

I. L'olive.....	3
I.1. Structure de l'olive	3
I.2. Composition chimique	3
II.L'huile d'olive.....	4
II.1.Définition.....	4
II.2.Composition chimique de l'huile d'olive.....	4
II.2.1.Fraction majeure.....	4
II.2.1.1. Acides gras	5
II.2.1.2. Triglycérides.....	6
II.2.2.Fraction mineure.....	6
II.2.2.1.Hydrocarbures	7
II.2.2.2.Tocophérols et tocotriénols	8
II.2.2.3.Phytostérols	9
II.2.2.4.Alcools aliphatiques et aromatiques.....	10
II.2.2.5.Composés phénoliques	11
II.2.2.6.Composés triterpéniques	13
II.2.2.7.Pigments	14
II.2.2.8.Composés volatils et aromatiques	16
II.2.2.9.Contaminants	18
II.3. Procédés d'extraction de l'huile d'olive	18
II.3.1.Opérations préliminaires	19
II.3.1.1.Récolte des olives	19
II.3.1.2.Transport.des olives.....	19
II.3.1.3.Stockage des olives.....	20
II.3.2.Trituration des olives.....	20
II.3.2.1.Effeillage	20
II.3.2.2. Lavage	20
II.3.2.3. Broyage.....	21
II.3.2.4.Malaxage	21

II.3.3. Extraction de l'huile	22
II.3.3.1. Système d'extraction par pression.....	23
II.3.3.2.Système d'extraction par centrifugation.....	24
II.3.3.3.Système d'extraction par percolation	26
II.3.4. Séparation.....	26
II.3.5.Conditionnement et stockage de l'huile d'olive.....	26
II.3.6.L'étiquetage de l'huile d'olive.....	27

Chapitre II : Huile d'olive et qualité

I. Définition de l'huile.....	28
II. Facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive	28
II.1.La variété.	28
II.2.L'environnement.....	29
II.2.1.Le climat.....	29
II.2.2.Facteurs géographiques	29
II.2.3.Le sol	29
II.3.L'irrigation.....	30
II.4.Degré de maturation du fruit.....	30
II.5.Influence des insectes ravageurs	31
II.6.Facteurs technologiques.....	31
II.6.1.Récolte des olives	31
II.6.2.Transport et stockage des olives	32
II.6.3.Broyage des olives	33
II.6.4.Malaxage de la pâte.....	33
II.6.5.Séparation des phases.....	34
II.6.6.Filtration de l'huile.....	34
II.6.7.Stockage de l'huile d'olive.....	34
III. Critères de classification de l'huile d'olive vierge.....	35
III.1.Critères de qualité.....	35
III.1.1.L'acidité	36
III.1.2.L'indice de peroxyde	36
III.1.3.Absorbance dans l'UV à 232 nm et 270 nm	36
III.1.4.Caractérisation organoleptique	36
III.2.Critères de pureté.....	37
IV.Rôles biologiques et nutritionnels de l'huile d'olive.....	39

Partie expérimentale

Chapitre I : Matériel et méthodes

I. Echantillonnage	41
II. Méthodes d'analyses	41
II.1. Les indices de qualité de l'huile d'olive.....	41
II.1.1. Acidité libre	42
II.1.2. Indice de peroxyde.....	42
II.1.3. Extinction spécifique dans l'Ultraviolet.....	43
II.1.4. Teneur en eau et en matières volatiles.....	44
II.1.5. Analyse organoleptique	45
II.2. Analyse de la composition chimique de l'huile	45
II.2.1. Composition en acides gras	46
II.2.2. Teneur en pigments	46
II.2.3. Teneur en polyphénols totaux	47
II.3. Stabilité oxydative.....	47

Chapitre II : Résultats et discussion

I. Les indices de qualité de l'huile d'olive	48
I.1. Acidité libre	48
I.2. Indice de peroxyde.....	50
I.3. Extinction spécifique dans l'Ultraviolet.....	52
I.4. Teneur en eau et en matières volatiles.....	54
I.5. Analyse organoleptique	54
II. Analyse de la composition chimique de l'huile	58
II.1. Composition en acides gras.....	58
II.2. Teneur en pigments	59
II.2.1. Chlorophylles	59
II.2.2. Caroténoïdes	60
II.3. Teneur en polyphénols totaux	61
III. Stabilité oxydative	63
IV. Test de corrélation	64
Conclusion	67
Références bibliographiques	
Annexe	

Abréviations

A : Acidité

AG : Acides Gras

AGI : Acides Gras Insaturés

AGMI : Acides Gras Mono Insaturés

AGPI : Acide Gras Poly-Insaturés

AGS : Acides Gras Saturés

C° : Degré Celsius

CEE : Communauté Economique Européenne.

cm : Centimètre

COI : Conseil Oléicole International

CPG : Chromatographie en phase gazeuse

Cu : Cuivre

CVR : Coefficient de variation robuste

Fe : Fer

g : gramme

h : Heure

ha : hectare

HDL : High Density Lipoproteins

HOV : Huile d'Olive Vierge

HOVE : Huile d'Olive Vierge Extra

HOVC : Huile d'Olive Vierge Courante

HOVL : Huile d'Olive Vierge Lampante

IP : Indice de peroxyde

ISO : Organisation internationale de la normalisation

ITAFV: Institut Technique d'Arboriculture Fruitière et de la Vigne

Kg : Kilogramme

LDL : lipoprotéines à faible densité

MADR : Ministère de l'Agriculture et du Développement Rural

Me : Médiane

meq : Milli Equivalent

mg/kg : Milligramme/ Kilogramme

nm : nanomètre

OOL : Dioleolinoléine

OOO : Trioléine.

POL : Palmitooléolinoléine

POO : Dioléopalmitine.

SOO : Dioléostéarine

S : Ecart-type robuste

t : tonne

UV : Ultraviolet

V : Volume

Liste des tableaux

Tableau I : Composition chimique de l'olive exprimée en pourcentage.....	4
Tableau II : Composition en triglycérides de l'huile d'olive en pourcentage.....	6
Tableau III : Principales opérations impliquées dans le processus de fabrication de l'huile..	18
Tableau IV : Influence de la provenance de l'olive sur les caractéristiques de l'huile	32
Tableau V : Critères de qualité des huiles d'olive vierges.....	37
Tableau VI : Critères de pureté de l'huile d'olive vierge.....	38
Tableau VII : Résultats de l'évaluation sensorielle des huiles analysées.....	56
Tableau VIII : Composition en acides gras des huiles analysées.....	58
Tableau IX : Résultats du test de corrélation	65

Liste des figures

Figure 1 : Section transversale et composition physique de l'olive.....	3
Figure 2 : Structure chimique du Triacylglycérol	5
Figure 3 : Structure chimique des principaux acides gras de l'huile d'olive vierge	5
Figure 4 : Structure chimique du squalène.....	7
Figure 5 : Structure chimique des tocophérols.....	8
Figure 6 : Structure chimique des tocotriénols	8
Figure 7 : Structure chimique des principaux phytostérols.....	9
Figure 8 : Principaux composés phénoliques de l'huile d'olive	13
Figure 9 : Structure chimique des dialcools triterpénique	13
Figure 10 : Structure chimique des acides triterpéniques	14
Figure 11 : Structures chimiques de la lutéine et de la β -carotène.....	15
Figure 12 : Formation des substances aromatiques par la voie de lipoxygénase.....	17
Figure 13 : Diagramme des procédures d'extraction	22
Figure 14 : Processus d'extraction d'huile par le système de pression (Discontinu).....	23
Figure 15 : Comparaison entre les deux systèmes d'extraction deux phases et trois phase	25
Figure 16 : Représentation graphique des résultats de l'acidité.....	49
Figure 17 : Représentation graphique des résultats de l'indice de peroxyde.....	51
Figure 18 : Représentation graphique des résultats de l'extinction à 232 nm.....	53
Figure 19 : Représentation graphique des résultats de l'extinction à 270 nm.....	53
Figure 20 : Représentation graphique des résultats de la teneur en eau.....	54
Figure 21 : Représentation graphique des résultats de la teneur en chlorophylle ;.....	59
Figure 22 : Représentation graphique des résultats de la teneur en caroténoïdes.....	61
Figure 23 : Représentation graphique des résultats de la teneur en polyphénols totaux.....	62
Figure 24 : Représentation graphique des résultats de la stabilité oxydative.....	64

Introduction

Les corps gras jouent un rôle nutritionnel très important dans l'alimentation humaine. Ceci s'explique par leurs apports en acides gras essentiels, en vitamines et en sels minéraux, c'est le cas notamment des huiles végétales.

La demande en matières grasses végétales augmente progressivement, c'est le cas essentiellement de l'huile d'olive, qui depuis des millénaires fait l'objet d'une consommation humaine importante. En effet, l'huile d'olive est un produit très polyvalent. Connue de longue date dans le bassin méditerranéen, où de nombreuses générations lui ont trouvé des vertus incomparables dans les domaines de la santé et de l'alimentation, elle est aujourd'hui largement appréciée dans le monde pour ses qualités nutritionnelles, ses effets bénéfiques sur la santé et ses caractères organoleptiques.

Aujourd'hui, c'est en Méditerranée que se réalise 98% de la production mondiale de l'huile d'olive. Les techniques et les coutumes continuent de se croiser autour de la culture de l'olivier. La production d'huile d'olive a un rôle déterminant pour les économies et l'emploi ainsi que pour la biodiversité des régions méditerranéennes. La production mondiale d'huile d'olives est passée de 1 453 000 t en 1990 à 2 854 000 t en 2018, ce qui représente une augmentation de 12% par rapport à la campagne antérieure (COI, 2018).

En Algérie, les superficies occupées par l'olivier sont de passées de 28 1000 ha en 2006 à 500 000 ha en 2018 (MADR, 2018). L'Algérie a produit lors de la campagne 2016/2017, 66 700 tonnes d'huiles d'olive contre 80 000 tonnes en 2017/2018, occupant ainsi la neuvième place au niveau mondial.

Le directeur exécutif du conseil oléicole international (COI), a affirmé que l'Algérie recelait d'importantes potentialités et capacités en matière de développement de la production d'huile d'olive, pour se frayer une place au sein des principaux exportateurs de cette matière, qui enregistre une demande croissante (COI, 2018).

Introduction

Ainsi, pour être exportée dans des conditions conformes à la réglementation internationale, l'huile d'olive algérienne conditionnée doit obéir aux normes internationales, et de ce point de vue, il faut savoir que seule l'huile vierge extra est acceptée par les opérateurs du commerce de cette denrée.

C'est dans ce cadre que s'inscrit notre travail qui consiste en l'évaluation physico-chimique et sensorielle de quinze marques d'huile d'olive vierge extra produites en Algérie durant la campagne oléicole 2017/2018.

Ce présent manuscrit s'articule en deux parties :

- une synthèse bibliographique relative à la technologie oléicole et aux facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive

- Une partie expérimentale consacrée aux matériel et méthodes utilisés pour l'évaluation des paramètres de qualité de l'huile d'olive et l'analyse des résultats obtenus

Nous terminerons par une conclusion générale

I. L'olive

L'olive est le fruit de l'olivier, arbre fruitier caractéristique des régions méditerranéennes. Sur le plan botanique, c'est une drupe de forme ovoïde, à peau lisse, enveloppe charnue riche en matière grasse, renfermant un noyau très dur, osseux, qui contient une graine. La couleur de l'olive, d'abord verte, vire au noire à pleine maturité (Soni *et al.*, 2006).

I.1. Structure de l'olive

L'olive est composée de trois parties: la cuticule (épicarpe), la pulpe (mésocarpe) et le noyau (endocarpe). La pulpe (mésocarpe) contient la majeure partie de l'huile d'olive (Ajana *et al.*, 1999). La figure ci-dessous donne la structure et la composition physique de l'olive (en % du poids sec de l'olive).

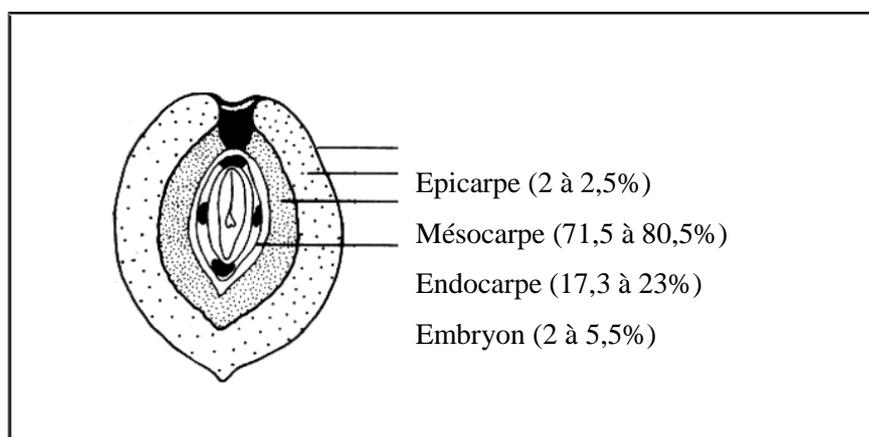


Figure 1 : Section transversale et composition physique de l'olive (Nefzaoui, 1999)

I.2. Composition chimique

Le fruit d'olive est composé principalement (Tableau 1) d'eau, d'huile, de composés hydrosolubles (sucres, acides organiques, composés azotés, phénols) et constitué en outre d'une fraction colloïdale insoluble (les hémicellulose, les celluloses, les pectines, des protéines structurales et enzymatiques) (Servilli *et al.*, 2012)

Tableau I: Composition chimique de l'olive exprimée en pourcentage (Zamora *et al.*, 2001)

Constituants	Quantité
Eau	50
Huile	22
Protéines	1.6
Sucres	19.1
Cellulose	5.8
Sels minéraux	1.5

II. L'huile d'olive

II.1. Définition

L'huile d'olive vierge est une 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 d'altération de l'huile, et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration. (COI, 2018).

II.2. Composition chimique de l'huile d'olive

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

Les composants de l'huile d'olive sont souvent classés en deux fractions une fraction majeure et une fraction mineure.

II.2.1. Fraction majeure

La fraction majeure, appelée aussi fraction saponifiable ou glycéridique, constitue 98- 99% du poids de l'huile d'olive vierge. Cette fraction est composée principalement de triglycérides. Un triglycéride est un ester du glycérol et d'acides gras (figure 2).

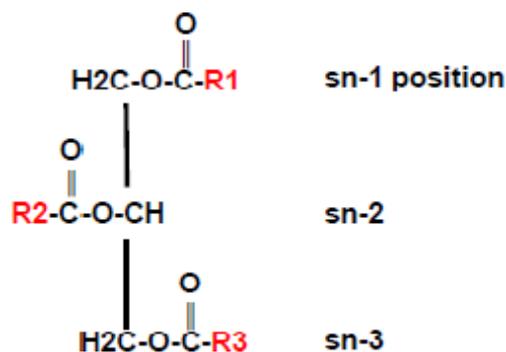


Figure 2 : Structure chimique du Triacylgcérol

II.2.1.1 Acides gras

Les acides gras (AG) sont des acides carboxyliques et contiennent souvent une longue chaîne aliphatique non ramifiée. Les acides gras sont classés, en fonction de leurs propriétés structurales et chimiques en acides gras saturés (AGS), mononinsaturés (AGMI) et polyinsaturés (AGPI), selon l'absence ou la présence d'une ou plusieurs doubles liaisons dans leurs chaînes carbonées (Lopez *et al.*, 2014)

Les acides gras insaturés, ils sont souvent référencés selon la position de la première double liaison par rapport au groupement méthyl terminal. Il existe 2 grandes familles d'AGPI : la série en n-6 (ou oméga 6) et la série n-3 (ou oméga 3). Dans l'huile d'olive on trouve de l'acide linoléique (oméga 6) et de l'acide alpha-linolénique (oméga 3). Ces acides gras sont dits « essentiels » car ils ne peuvent pas être synthétisés par l'homme et doivent donc être apportés par l'alimentation.

La figure 3 illustre les structures chimiques des principaux acides gras de l'huile d'olive vierge.

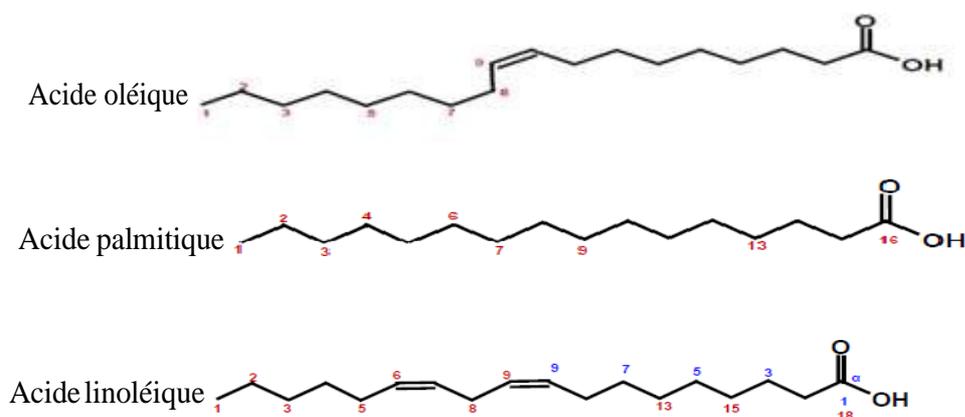


Figure 3 : Structure chimique des principaux acides gras de l'huile d'olive vierge

Le profil en acides gras de l'huile d'olive est caractérisé par la dominance l'acide oléique mono-insaturé (jusqu'à 80%), suivi, en moindre importance, par l'acide linoléique polyinsaturé (2,5 à 20%) et l'acide palmitique saturé (10-20%).

L'acide oléique, possédant une seule double liaison, est moins susceptible à l'oxydation et procurant donc à l'huile d'olive vierge une meilleure stabilité oxydative, comparativement aux huiles riches en AGPI (Owen *et al.*, 2000).

Certains paramètres, tels que la région de production, l'altitude, le climat, la variété d'olive, et le stade de maturité du fruit peuvent influencer significativement la composition en acides gras de l'huile d'olive vierge (Ingles *et al.*, 2010).

II.2.1.2. Triglycérides

Les triglycérides de l'huile d'olive sont caractérisés par leur composition en acides gras et leur structure glycéridique (Leger, 2003), dont la majorité (environ 25 à 51,7%) se présente sous forme de trioléine (Abaza *et al.*, 2002). Les principaux triglycérides de l'huile d'olive sont représentés dans le Tableau II.

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

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

II.2.2. Fraction mineure

La fraction mineure, appelée aussi la fraction insaponifiable, de l'huile d'olive vierge représente 1 à 2% de son poids total et contient plus de 250 composés chimiques différents. Les constituants mineurs contribuent aux propriétés spécifiques de l'huile d'olive vierge: incluant

sa stabilité oxydative, sa saveur spécifique, aussi bien que sa couleur (Lopez et al., 2014). La concentration moyenne en constituants mineurs de l'huile d'olive vierge dépend, en plus des facteurs environnementaux et agronomiques, des facteurs technologiques (Frankel *et al.*, 2013).

Les hydrocarbures (squalène et, en plus petite quantité, les caroténoïdes (le β -carotène et la lutéine) sont les composés les plus abondants de la fraction mineure. Les autres constituants mineurs de l'huile d'olive vierge incluent les phytostérols, comme le β -sitostérol, le Δ^5 -avénasterol et le campesterol, les composés triterpéniques, sous la forme dialcools (érythrodiol et uvaol) ou acides (les acides oléanolique et maslinique), et les composés phénoliques qui représentent la fraction polaire. Les phénols lipophiles comprennent les tocophérols (α -, β -, γ -, et δ -tocophérols) et des tocotriénols (α -, β -, γ -, et δ -tocotriénol), avec l' α -tocophérol en tant que constituant prédominant dans l'huile d'olive vierge (Lopez *et al.*, 2014).

II.2.2.1. Hydrocarbures

Deux hydrocarbures, le squalène et le β -carotène (voir caroténoïdes), sont présents dans l'huile d'olive vierge. Le squalène est un hydrocarbure aliphatique insaturé, ayant 30 atomes de carbones et six doubles liaisons (C₃₀H₅₀, 2,6,10,15,19,23-hexaméthyl-2,6,10,14,18,22-tétracosane) (figure 4).

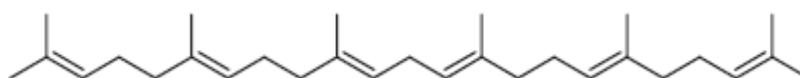


Figure 4 : Structure chimique du squalène

Le squalène est le constituant majeur de la fraction insaponifiable (plus de 50%), et représente plus de 90% de la fraction des hydrocarbures (Lanzon *et al.*, 1994) Sa teneur varie de 200-12000 mg/kg d'huile, avec une moyenne de ~5000 mg/kg (Tsimidou, 2010)

Le squalène contribue à la stabilité oxydative de l'huile d'olive ; son rôle antioxydant est plus important à l'obscurité, et agit en synergie avec les composés phénoliques (Psomiadou et Tsimidou, 1999, 2002 a et b)

II.2.2.2. Tocophérols et tocotriénols

Essentiel dans l'alimentation humaine, la vitamine E est un terme général utilisé pour décrire une famille chimique de 8 formes naturelles et différentes: 4 tocophérols (α -, β -, γ - et δ -tocophérols) et 4 tocotriénols (α -, β -, γ -, et δ -tocotriénols) (Colombo, 2010 ; Niki et Traber, 2012).

Les structures chimiques des tocophérols et des tocotriénols sont illustrées dans les figures 5 et 6.

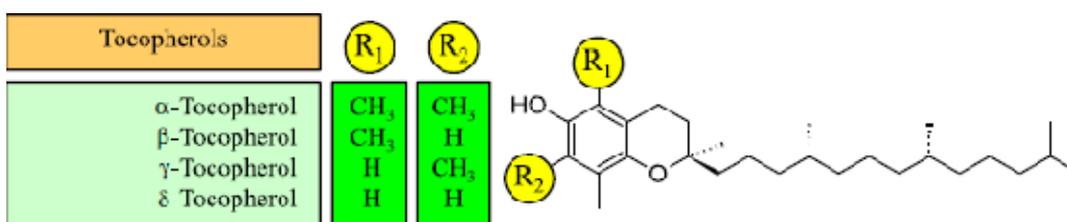


Figure 5: Structure chimique des tocophérols

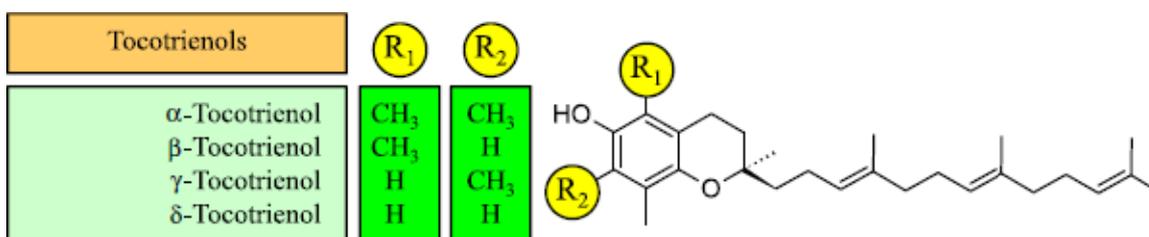


Figure 6 : Structure chimique des tocotriénols

L' α -tocophérol est biologiquement la forme la plus active de la vitamine E, et représente près de 95% du contenu total en vitamine E de l'huile d'olive vierge.

De nombreux facteurs influencent la concentration en tocophérols de l'huile d'olive vierge, et les plus prépondérants sont le type de cultivar, la région de la culture de l'olivier, le stade de maturité des olives, les méthodes de récoltes et les conditions d'extractions et de stockages de l'huile (Rigane *et al.*, 2013). Le profil qualitatif et quantitatif des tocophérols est utilisé par ailleurs pour l'authentification et l'évaluation de la qualité de l'huile d'olive vierge (Cunha *et al.*, 2006).

Les tocophérols sont de puissants antioxydants et jouent donc un rôle important dans la stabilité oxydative de l'huile d'olive. Toutefois, ces constituants n'ont pas tous le même pouvoir antioxydant. En effet, δ -tocophérol est le constituant le plus actif que γ ou le

β -tocophérol, et qui eux-mêmes sont plus actifs que l' α -tocophérol (Poisson et Narce, 2003). Les tocophérols par ailleurs agissent en synergie avec les composés phénoliques (Mateos *et al.*, 2003).

Les tocotréinols, de structure similaire aux tocophérols, ont une activité antioxydante globalement similaire, et ont une bonne activité anti-radicalaire (Poisson et Narce, 2003).

II.2.2.3. Phytostérols

Dans l'huile d'olive vierge, les phytostérols sont présents sous deux formes : libre ou estérifiée avec les acides gras, toutefois, la forme libre est prédominante. la structure chimique des principaux phytostérols est illustrée par la figure 7.

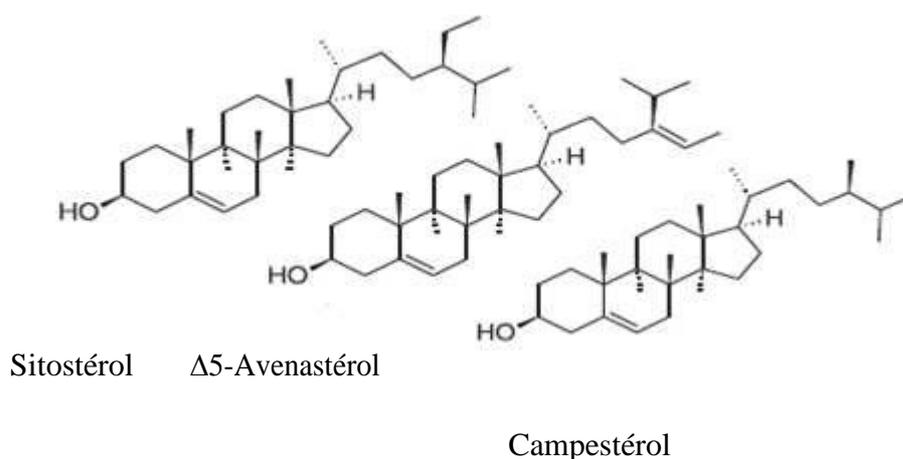


Figure 7: Structure chimique des principaux phytostérols

Le β -sitostérol est le stérol le plus abondant dans l'huile d'olive vierge, représentant 80% à 92% des stérols totaux (au moins 1 000 mg/kg, avec un maximum de 3000 mg/kg). Le Δ^5 -Avenastérol et le campestérol sont présent à des taux variant de 4 à 14% et de 0,5 à 4%, respectivement.

Les phytostérols contribuent à la stabilité de l'huile d'olive vierge par inhibition des réactions de polymérisation au cours du chauffage à de températures de friture (Lopez *et al.*, 2014).

Le profil stérolique de l'huile d'olive vierge est affecté par le type de cultivar, le degré de maturation des olives, la région et la saison de production, la durée de stockage des olives et la technologie d'extraction de l'huile (Rivera del Alamo *et al.*, 2004 ; Sanchez-Casas *et al.*, 2004).

Le profil stérolique est utilisé par ailleurs pour la détection de l'adultération et le contrôle de l'authenticité de l'huile d'olive vierge (Garcia-Gonzalez *et al.*, 2008 ; Mathison et Holstege, 2013)

II.2.2.4. Alcools aliphatiques et aromatiques

Les alcools aliphatiques et aromatiques sont présents dans l'huile d'olive, et se trouvent sous deux formes : libres et estérifiées. Les alcools gras et les alcools diterpènes sont les prédominants (Reiter et Lorbeer, 2001).

- **Alcools gras** : Cette classe de constituants mineurs se compose d'alcools linéaires saturés, avec plus de 16 atomes de carbones. Les principaux alcools gras présents dans l'huile d'olive vierge sont le docosanol, le tétracosanol, l'hexacosanol, et l'octacosanol (Freaga *et al.*, 1993).

- **Cires** : les cires sont des esters d'alcools gras avec des acides gras. Les principales cires détectées dans l'huile d'olive sont des esters d'acides oléique ou palmitique avec des alcools à 36, 38, 40, 42, 44, et 46 atomes de carbone (Reiter et Lorbeer, 2001).

- **Alcools diterpéniques** : le phytol et le géranylgeraniol (figure 10) sont deux diterpénoïdes acycliques présent dans la fraction des alcools aliphatiques de l'huile d'olive, sous la forme libre et estérifiée (Reiter et Lorbeer, 2001).

II.2.2.5. Composés phénoliques

L'huile d'olive vierge est la seule huile végétale qui contient des quantités appréciables en phénols totaux (Gomez-alonso *et al.*, 2002)

Les polyphénols communément dénommés, composés phénoliques est une appellation générique qui désigne un vaste ensemble de substances aux structures chimiques variées (Mompon *et al.*, 1998). Actuellement, plus de 8000 composés naturels ont été isolés et identifiés (Hennebelle *et al.*, 2004).

Leurs teneurs dans l'huile d'olive vierge dépendent non seulement de la variété, mais aussi de la maturation des fruits (Angérosa *et al.*, 1996; Brenes *et al.*, 1999; Visioli *et al.*, 2002).

L'oleuropéine et le ligstroside sont les sécoiridoïdes majoritaires de l'olive (Idrissi *et al.*, 2004 ; Bešter *et al.*, 2008). Les deux principaux flavonoïdes présents dans l'huile d'olive vierge sont la lutéoline et l'apigénine (Cortesi et Rovellini, 2004)

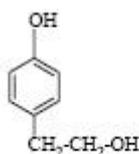
Les principaux composés phénoliques de l'huile d'olive sont illustrés par la figure 8.

Les composés phénoliques sont de puissants antioxydants naturels. Ils sont en effet des pièges à radicaux libres. et bloquent par conséquent les réactions de propagation en chaîne de l'oxydation. En outre, les polyphénols peuvent inhiber l'oxydation des lipides de façon indirecte en désactivant l'oxygène singulet, oxydant très puissant des acides gras insaturés, ou en chélatant les métaux de transition (Fe^{+3} , Cu^{+}) qui accélèrent fortement l'auto-oxydation des lipides. Certains, enfin, sont des inhibiteurs des enzymes d'oxydation, en particulier la lipoxigénase ou la cyclo-oxygénase (Pokorny, 2003)

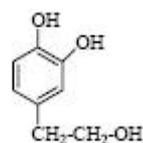
Sur le plan sensoriel, les composés phénoliques confèrent aux produits végétaux frais et transformés certaines propriétés organoleptiques majeures. En effet, en plus de leurs contributions à la couleur et à l'arôme, ils jouent un rôle déterminant sur le plan gustatif, et tout particulièrement sur les sensations d'astringence et d'amertume (Cheynier et Sarni-Manchado, 2006).

Ainsi, l'attribut amer est associé principalement aux dérivés de l'oleuropéine aglycones, en particulier le décarboxyméthyle oleuropéine aglycone et l'oleuropéine aglycone (Gutiérrez-Rosales *et al.*, 2003)

Les alcools phénoliques

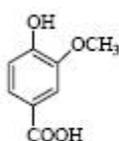


Tyrosol

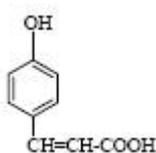


Hydroxytyrosol

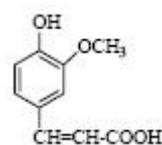
Les acides phénoliques



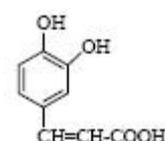
Acide vanillique



Acide p-coumarique

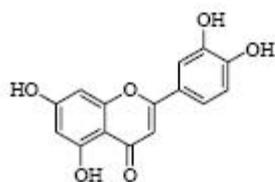


Acide férulique

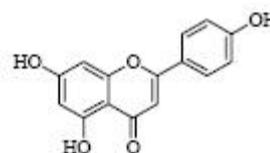


Acide caféique

Les flavonoïdes

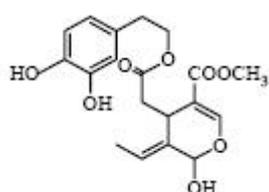


Lutéoline

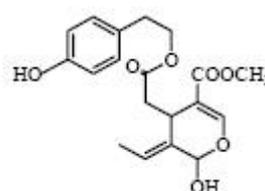


Apigénine

Les sécoïridoïdes

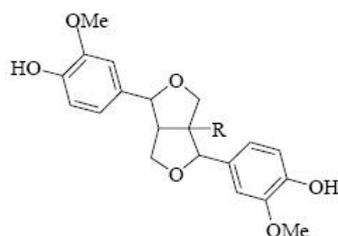


Oleuropéine aglycone



Ligstroside aglycone

Les lignanes



R=H Pinorésinol

R=OCOCH₃ 1-acétoxy-pinorésinol

Figure 8: Principaux composés phénoliques de l'huile d'olive (Ollivier *et al.*, 2004).

II.2.2.6. Composés triterpéniques

D'origine naturelle, les composés triterpéniques sous la forme de dialcools (Érythrodiol et uvaol, figure 9) ou acides (acides maslinique et oléanolique, figure 10) Érythrodiol et uvaol sont deux composés triterpéniques qui sont largement répartis dans le règne végétal, soit sous une forme libre ou estérifiée à des acides gras, tandis que l'acide oléanolique et l'acide maslinique se trouvent sous forme d'acides libres ou en partie sous la forme de triterpénoïdes saponines (Stiti et Triki, 2007).

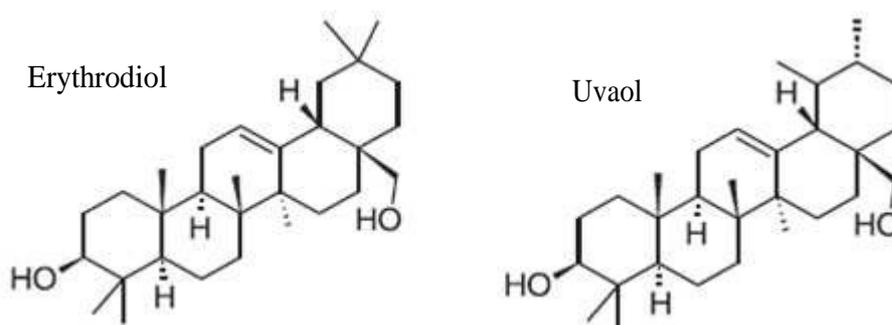


Figure 9 Structure chimique des dialcools triterpénique

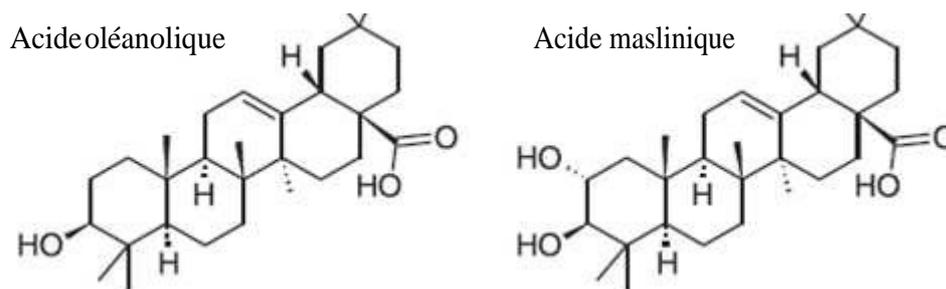


Figure 10: Structure chimique des acides triterpéniques

Ensemble avec les stérols, l'érythrodiol et l'uvaol sont des marqueurs pertinents pour l'authentification de l'huile d'olive vierge et la détection de l'adultération. L'acidité de l'huile est le facteur principal contribuant à l'élévation de la teneur en acides triterpéniques (Perez-Camino et Cert, 1999)

II.2.2.7. Pigments

Deux classes de pigments naturels sont présent dans l'huile d'olive vierge: les chlorophylles et les caroténoïdes (Boskou, 2002). La nature lipophile de ces pigments favorise leur passage dans l'huile au cours de l'extraction (Gallardo -Guerrero, 2002). Ces pigments sont responsables de la couleur de l'huile, qui varie du vert au jaune doré (Salvador et *al.*, 2001).

➤ Chlorophylles

Parmi toutes les huiles végétales comestibles, la teneur en chlorophylles est la plus élevée dans l'huile d'olive vierge : chlorophylles a et b qu'on retrouve naturellement dans les olives fraîches et les phéophytines a et b qui sont formés durant l'extraction de l'huile (Facourelis *et al.*, 1987; Guandual-Rojas et Minguez-M osquera, 1996; Schoefs, 2004).

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

Par ailleurs, les chlorophylles jouent un rôle important dans la stabilité oxydative de l'huile, en raison de leur nature anti- oxydante à l'obscurité et pro-oxydante à la lumière (Tanouti *et al.*, 2010).

➤ Caroténoïdes

L'huile d'olive est riche en caroténoïdes (Fakourelis *et al.*, 1987; Schoefs, 2004). Leur présence dans l'huile d'olive dépend de la variété, du degré de maturité, des conditions environnementales, du procédé d'extraction et les conditions de stockage. (Giuffrida *et al.*, 2007).

Les principaux caroténoïdes dans l'huile d'olive sont la lutéine, le beta-carotène et les xanthophylles suivantes : néoxanthine, violaxanthine, lutéoxanthine, anthéroxanthine, mutatoxanthine et beta-cryptoxanthine (Ryan *et al.*, 1998; Roca et Minguez-Mosquera, 2003). La

figure 11 illustre les structures chimiques de la lutéine et de la β -carotène.

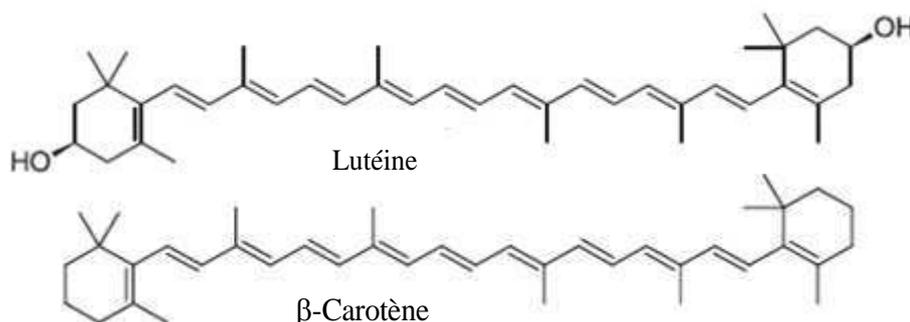


Figure 11: Structures chimiques de la lutéine et de la β -carotène

Les caroténoïdes sont des inhibiteurs très efficaces de la photo-oxydation induite par les pigments chlorophylliens (Aparicio-Ruiz et Gandul-Rojas, 2012).

Les caroténoïdes sont utilisés par ailleurs comme étant des marqueurs pour la différenciation variétale et de l'origine géographique des cultivars (Giuffrida *et al.*, 2007). Le rapport caroténoïdes/lutéine a été suggéré pour la détermination de stade de maturité des olives (Boskou, 2002).

II.2.2.8. Composés volatils et aromatiques

L'arôme de l'huile d'olive vierge est l'un des principales composantes de la qualité sensorielle de l'huile. Cet arôme est la résultante d'un mélange complexe de constituants chimiques volatils (Bianco *et al.*, 2006).

L'huile d'olive vierge extraite, par des techniques appropriées, à partir d'olives saines à un stade de maturité optimal, contient des composés volatils dérivant principalement de la décomposition de l'acide linoléique et de l'acide α -linoléique, par la voie de la lipoxygénase.

La figure 11 illustre les étapes de formation des différents composés volatils par la voie de la lipoxygénase (Salas *et al.*, 2000). Ces composés sont responsables de la perception de l'arôme fruité et vert de l'huile d'olive vierge

Luna *et al.* (2006) ont identifié 64 substances volatiles dans 39 variétés d'olive. Leurs concentrations varient selon le cultivar, le degré de maturité, les conditions agronomiques, le système d'extraction, l'état sanitaire des olives et surtout l'activité enzymatique (Zunin *et al.*, 2004; Runcio *et al.*, 2008).

Par ailleurs, de nombreux autres composés volatils, identifiés dans l'huile d'olive vierge, sont responsables de défauts sensoriels de l'huile. Ces constituants sont pour la plupart des acides, des esters, des aldéhydes, des alcools et des cétones (Morales *et al.*, 2005). Plusieurs facteurs sont responsables de la production de ces composés volatils : une sur-maturation des olives, une attaque importante des olives par des moisissures et des bactéries, le stockage prolongé des olives, et également par l'auto-oxydation des acides gras insaturés suite à des conditions de stockage inappropriées de l'huile (Angerosa, 2002).

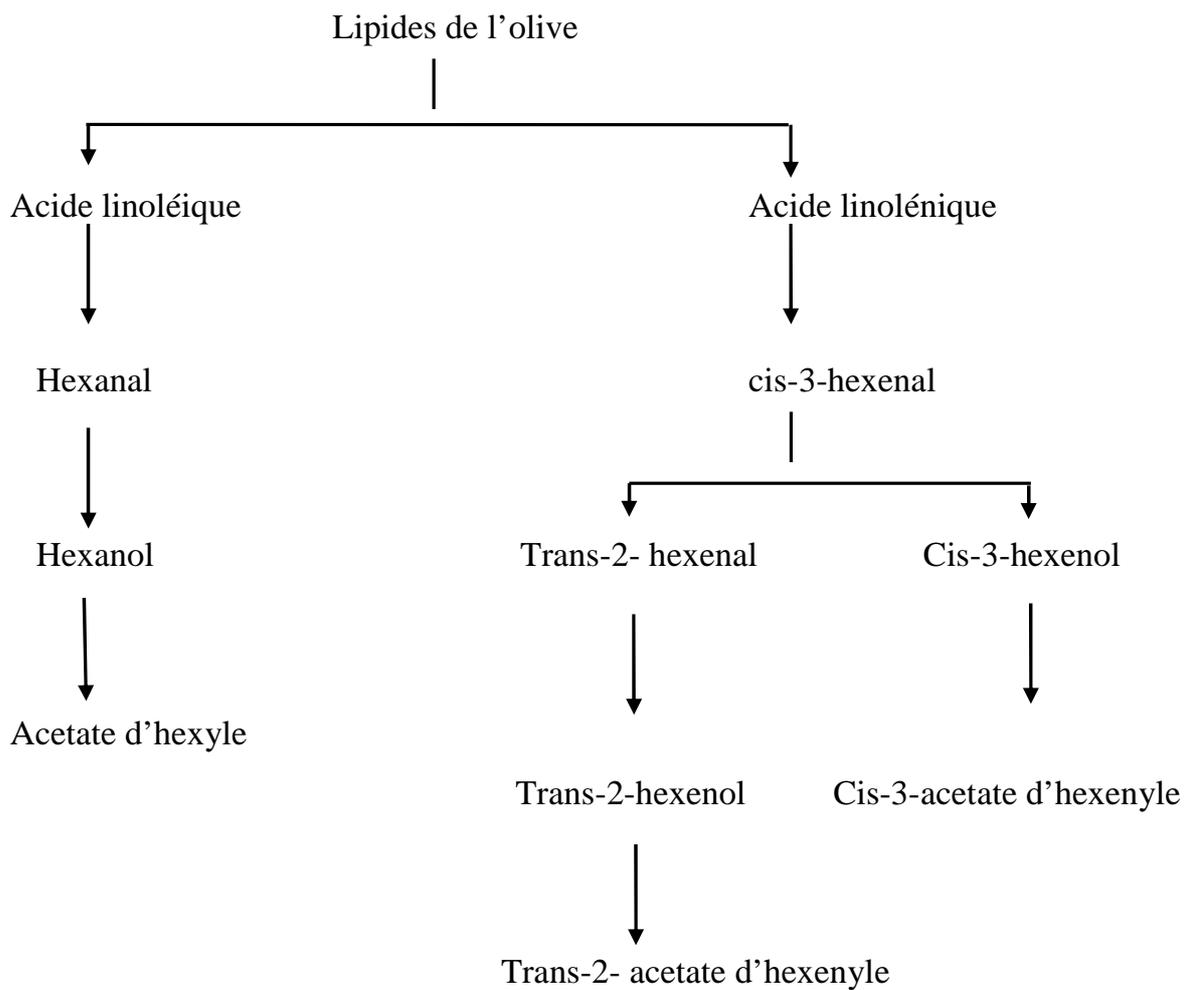


Figure 12: Formation des substances aromatiques par la voie de lipoxygénase
(Zunin *et al.*, 2004)

II.2.2.9. Contaminants

L'huile d'olive, comme tout produit d'origine végétal préparée industriellement, peut être contaminée par des substances étrangères provenant des traitements des olives, du procédé technologique, du conditionnement, etc ; certaines sont sans effet important (eau, matières volatiles, les impuretés banales insolubles), d'autres peuvent poser problèmes au plan de la qualité et même de la sécurité alimentaire. Parmi les contaminants à surveiller on peut citer :

- les métaux à l'état de traces : Fe, Cu, mais surtout Pb, Cd, Hg, As ;
- les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) ;
- les pesticides organo-chlorés ou phosphorés (Uzzan, 1992)

II.3. Procédés d'extraction de l'huile d'olive

La qualité de l'huile d'olive commence au moment de la plantation de telle ou telle variété, continue à travers la conduite culturale de l'olivier, l'époque et les modalités de récolte, les travaux préliminaires et la durée de stockage au niveau de l'oliveraie, les conditions de transport des fruits à l'unité, la durée de stockage avant transformation et la conduite technologique d'extraction, ainsi que les conditions de stockage et de distribution de l'huile.

Les principales opérations impliquées dans le processus de fabrication de l'huile sont résumées dans le tableau III

Tableau III : Principales opérations impliquées dans le processus de fabrication de l'huile (Ouaouich et Chimi, 2007).

Récolte des olives : Période optimale et système de récolte
Transport des olives
Réception des olives
Stockage des olives avant transformation
Effeuilage
Lavage
Trituration des olives : Broyage et malaxage
Séparation de l'huile et du grignon
Conditionnement et stockage des huiles d'olives
Etiquetage des huiles d'olive
Marché de la consommation

II.3.1. Opérations préliminaires

Les olives destinées à être triturées doivent faire l'objet d'un traitement approprié depuis la récolte et sont toujours soumises à une préparation préliminaire (nettoyage, lavage, effeuillage, etc.) en vue des traitements ultérieurs. Ces opérations de préparations varient selon la nature des olives et l'outil technologique de transformation utilisé.

II.3.1. 1. Récolte des olives

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

Elle peut faire appel à l'usage des gaules pour faire tomber les fruits. Le fait de frapper les branches fructifères provoque la chute des brindilles qui doivent porter la fructification de l'année suivante. Par ailleurs, les olives qui tombent par terre, subissent des lésions à travers lesquelles pénètrent les parasites du sol. La productivité de l'olivier s'en trouve compromise et la qualité de l'huile altérée. L'acidité augmente et le profil du goût et de l'arôme change.

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

Des équipements sont utilisés actuellement en récolte mécanique et parmi eux on peut citer les crochets vibrants, les peignes oscillantes et les vibreurs (Ouaouich et Chimi, 2007).

II.3.1.2. Transport des olives

Dans le souci de conserver les caractéristiques de qualité que les olives possèdent au moment de la récolte sur l'arbre, il s'avère nécessaire de les acheminer immédiatement vers les moulins.

Le moyen le plus approprié pour le transport des olives est représenté par les caisses à claire voie en matière plastique permettant la circulation de l'air et évitant des réchauffements préjudiciables causés par l'activité catabolique des fruits.

Ces caisses limitent la couche d'olive et réduisent donc le danger d'écrasement, tout en représentant un moyen idéal pour le stockage en attendant la mouture (Ouaouich et Chimi, 2007).

II.3.1.3. Stockage des olives

Les lots d'olives doivent être stockés séparément dans des aires aménagées à cet effet, et séparées par des murettes d'environ 1 m de hauteur. Les lots d'olives sont stockés de manière individualisée, selon la provenance, le degré de maturité et l'état sanitaire des fruits, etc. Le stockage des olives est effectué sous forme de couches, d'environ 20 à 30 cm d'épaisseur, ou de tas ne dépassant pas 1 m de hauteur. La durée de stockage des olives avant transformation doit être aussi réduite que possible, et dans tous les cas inférieure à 3 jours, car un stockage prolongé représente une cause principale de détérioration de la qualité de l'huile (Chimi, 2006).

II.3.2. Trituration des olives

II.3.2.1. Effeuilage

Cette opération est nécessaire pour éviter une coloration trop verdâtre de l'huile, se traduisant par un excès d'amertume et par une moindre aptitude à la conservation de l'huile. Le poids de feuilles à tolérer ne doit pas dépasser 1 % du poids du lot d'olives à triturer.

L'effeuillage des olives peut être effectué manuellement, ou à l'aide d'un système rectangulaire en fils de fer, séparés entre eux par environ 1 cm. Cette opération peut être aussi effectuée au moyen d'équipement mené d'un flux d'air permettant l'élimination des feuilles, brindilles et autres matières végétales comme les matières minérales, poussières, cailloux et pierres ou par des machines effeuilleuse- laveuse en même temps.

II.3.2.2. Lavage

Il se fait par immersion des olives dans un bac d'eau ou, dans les installations modernes, dans des laveuses qui maintiennent l'eau en mouvement forcé pour améliorer le résultat de l'opération. Pour obtenir une huile de qualité, il est important dans cette phase que l'eau utilisée soit potable et propre en la renouvelant fréquemment. Au terme de l'opération, les olives subissent un égouttage.

II.3.2.3. Broyage

Cette étape sert à écraser le fruit d'olive, pour libérer les petites gouttelettes d'huile incluses dans les différentes parties de l'olive, principalement le mésocarpe.

Deux types de broyeurs sont actuellement utilisés: les broyeurs en pierre (broyeurs traditionnels) et les broyeurs à marteau ou à disque (broyeurs métalliques). Cependant, la majeure différence entre ces 2 types réside dans le fait que le premier travaille en discontinu tandis que le second en continu (El Murr, 2005).

Le type de broyeur influence par ailleurs la teneur en composés phénoliques de l'huile. En effet, le broyeur à marteau, comparativement au broyeur à meules traditionnel, permet une extraction plus élevée de composés phénoliques (Caponio *et al.*, 2001), et produit par conséquent des huiles plus amers avec des pouvoirs antioxydant élevés (Di Giovachino *et al.*, 2002; Inarejos-García *et al.*, 2011).

Selon la norme du Conseil Oléicole International (COI), la durée de broyage ne doit pas dépasser 20 à 30 minutes. Si le broyage est plus prolongé, les polyphénols inhibiteurs naturels de l'oxydation ainsi que l'huile produite s'oxydent en présence de l'air et cette dernière perd de sa qualité (Chimi, 2006).

II.3.2.4. Malaxage

Il est réalisé dans des malaxeurs à doubles parois avec circulation d'eau qui permet de maintenir la pâte à une température convenable. Cette étape est essentielle car elle favorise non seulement la séparation des phases solide et liquide, mais aussi celle des émulsions afin d'agglomérer les particules d'huile en gouttes plus grandes qui tendent à se séparer spontanément de l'eau de végétation.

Cette opération doit être réalisée pendant 60 minutes au minimum et à des températures supérieures à la température ambiante mais ne dépassant pas 30°C afin d'obtenir un bon rendement d'extraction d'huile avec des concentrations élevées en composés phénoliques. (Angerosa *et al.*, 2001 et Stefanoudaki *et al.*, 2011)

Cependant, l'allongement de la durée de malaxage favorise la dégradation enzymatique, par les polyphénoloxydases et les peroxydases, des composés phénoliques de l'huile (Fregapane et Salvador, 2013).

II.3.3. Extraction de l'huile

La méthode d'extraction idéale est celle qui donne le rendement en huile le plus élevé, sans altérer ni la qualité ni la composition naturelle de l'huile. Elle consiste à utiliser seulement des méthodes mécaniques en évitant l'utilisation des produits chimiques et les réactions enzymatiques qui pourraient changer sa composition naturelle. Les méthodes d'extraction se rattachent à trois types fondamentaux (pression, centrifugation et percolation) figure 13.

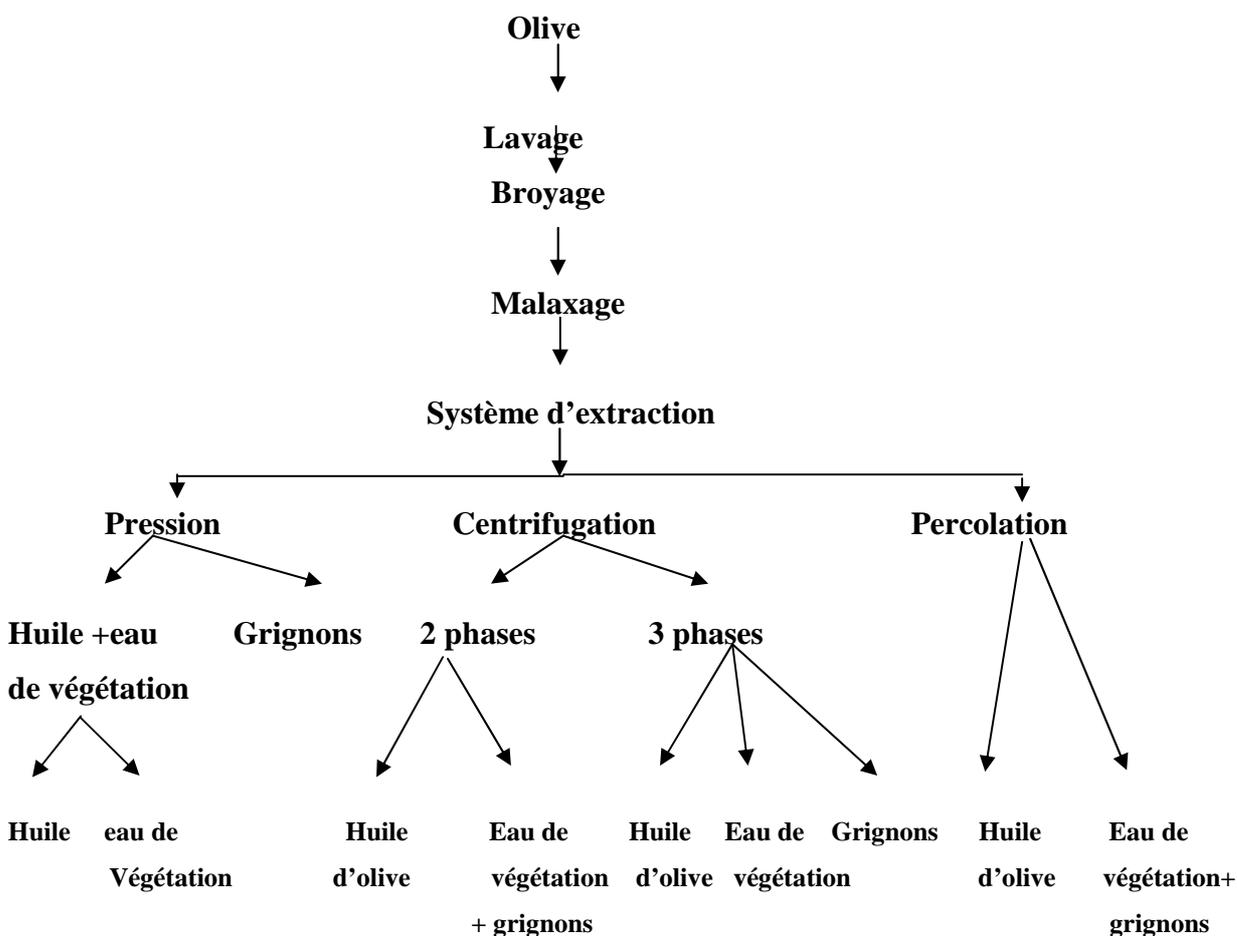


Figure 13 : Diagramme des procédures d'extraction (Fares, 2002).

II.3.3.1. Système d'extraction par pression

Ce système, dont le processus d'extraction est illustré dans la figure 14, utilise des presses métalliques à vis ou, le cas échéant, des presses hydrauliques. La pâte issue du broyage est empilée sur les scourtins, à raison de 5 à 10 kg/scourtin.

L'application de la pression sur la charge des scourtins doit être réalisée de manière progressive. La durée totale de l'opération de pressage, réalisée en une seule fois, varie entre 45 à 60 mn.

Le système de presse peut donner une huile riche en polyphénols permettant de la conserver convenablement, propre à la consommation selon les caractéristiques physico-chimiques mises en œuvre par la réglementation en vigueur, mais peut être déclassée par les propriétés organoleptiques, surtout le défaut du critère de goût lié au goût "scourtin" et le goût "margines".

L'avantage de ce système est la production d'une huile pressée à froid et de bonne qualité lorsque les bonnes pratiques d'extraction d'huile et d'hygiène sont respectées (Chimi, 2006)

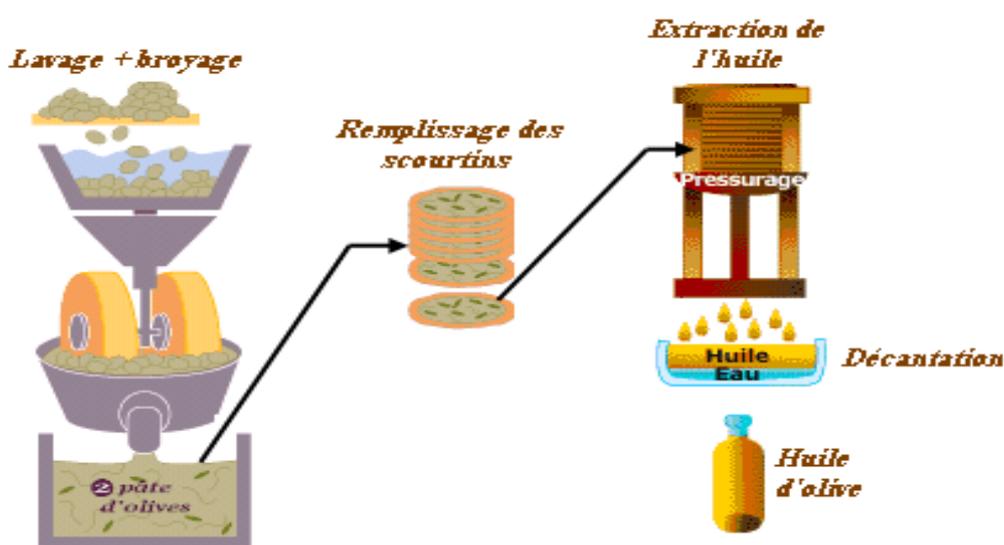


Figure 14 : Processus d'extraction d'huile par le système de pression (Discontinué).

II.3.3.2. Système d'extraction par centrifugation

L'extraction par centrifugation présente les avantages suivants: un faible degré d'encombrement, une grande puissance de travail et un faible besoin en main d'œuvre. Deux systèmes d'extraction par centrifugation (figure 15) sont actuellement utilisés :

➤ **Le système à trois phases**

La pâte obtenue après broyage des olives passe dans une centrifugeuse horizontale où s'effectue la séparation entre l'huile, la phase aqueuse et les grignons. Par la suite la phase huileuse et la phase aqueuse subissent chacune une centrifugation verticale pour une bonne séparation entre huile et margine. Ce système nécessite l'addition d'une grande quantité d'eau à la pâte d'olive (El Murr, 2005).

L'introduction de ces installations "continues" a permis de réduire les coûts de transformation et la durée de stockage des olives, avec comme conséquence, une production oléicole de moindre acidité. Cependant, étant donné les apports élevés en eau chaude (40 à 60% du poids de la pâte), l'huile extraite se trouve appauvrie en composés aromatiques et en composés phénoliques avec comme conséquence une résistance plus faible à l'oxydation.

➤ **Le système à deux phases**

Ce système est caractérisé par l'utilisation d'une centrifugation à 2 phases (huile et grignons) qui ne nécessite pas l'adjonction d'eau pour la séparation des phases huileuses et solides contenant les grignons et les margines.

Les caractéristiques qualitatives et organoleptiques des huiles obtenues avec le décanteur à 2 phases sont conformes avec la réglementation en vigueur. En plus, ces huiles sont plus riches en polyphénols totaux et en diphénols que celles obtenues avec le décanteur conventionnel à 3 phases ou le système presse. Il en résulte une plus grande stabilité oxydative des huiles extraites en comparaison avec le décanteur conventionnel à 3 phases ou le système de presse (Chimi, 2006)

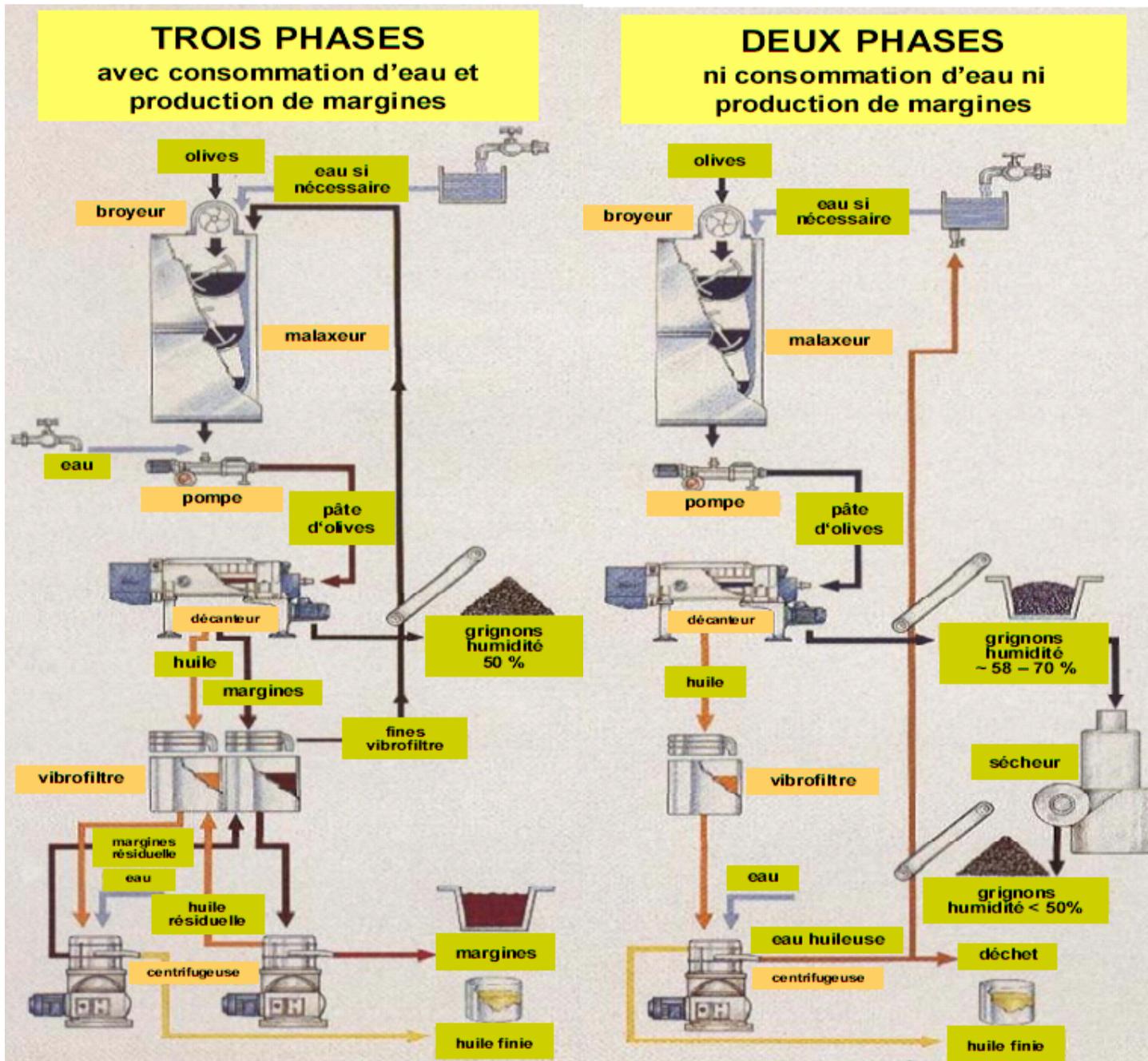


Figure 15: Comparaison entre les deux systèmes d'extraction deux phases et trois phases

II.3.3.3. Système d'extraction par percolation

La séparation des phases liquides de la phase solide est basée sur la différence entre les tensions interfaciales que présente l'huile et les margines par rapport à une lame d'acier qui, de façon continue, plonge dans le mélange pour en sortir aussitôt (Di Giovachino, 1991).

Ce système permet de tirer en moyenne près de 70 % d'huile contenue dans la pâte d'olive (Solinas, 1992).

II.3.4. Séparation

Les mouls huileux obtenus des différents procédés d'extraction doivent subir un traitement final afin de séparer l'huile complètement des margines. Deux procédés sont habituellement utilisés.

- **Décantation** : Elle se fait dans des bassins et repose sur la différence de densité existante entre l'huile et l'eau de végétation (Chabour, 1986).

- **Centrifugation** : Elle est réalisée dans les séparateurs centrifuges verticaux à décharge automatique, en donnant d'une part l'huile et d'autre part une phase aqueuse appelée eau de végétation ou margine.

Afin d'obtenir de l'huile d'olive vierge de qualité, il convient d'effectuer la séparation par centrifugation. En effet, la décantation naturelle est une opération lente, le contact prolongé de l'huile avec les margines présente un risque de contamination du produit (COI, 2000).

Quelque soit le système d'extraction, les résidus générés sont évacués dans la nature sans aucune valorisation (eau de végétation et du grignon). (Ghezlaoui, 2011)

II.3.5. Conditionnement et stockage de l'huile d'olive

La consommation de l'huile d'olive vierge peut s'étaler sur plus d'une année, et il est donc nécessaire de la stocker sous des conditions appropriées pour conserver ses propriétés nutritionnelles et sensorielles. Ainsi, les meilleures conditions de stockage consistent à mettre l'huile à l'abri de la lumière et de l'air et à des températures oscillant entre 15 et 22°C (Samaniego-Sánchez *et al.*, 2012)

La production oléicole doit être stockée de manière individualisée, selon l'acidité. Le local servant au stockage de l'huile doit être exempt d'odeurs étrangères et protégé contre la lumière solaire.

Les récipients utilisés doivent être toutefois en bon état, étanches et inertes à l'égard de l'huile. En ce qui concerne la tolérance de remplissage des récipients, le volume occupé par le contenu ne devra en aucun cas être inférieur à 90% de la capacité du récipient.

D'une manière générale ces matériaux utilisés doivent répondre aux exigences suivantes :

- ne communiquer à l'huile aucune odeur ni saveur étrangères,
- ne pas donner lieu à une contamination par les métaux.
- être résistants à la corrosion due éventuellement aux acides gras libres de l'huile,
- être imperméable à l'oxygène de l'air et à l'humidité,
- protéger l'huile contre les amplitudes thermiques et être opaques (Chimi, 2006).

II.3.6. L'étiquetage de l'huile d'olive

Le conseil oléicole international a retenu pour l'étiquetage des huiles d'olive les indications suivantes :

- Nom de l'huile d'olive (dénomination des huiles d'olives) : nom générique et dénomination spécifique de l'huile d'olive contenue conforme en tous points aux dispositions pertinentes de la norme en vigueur ;
- Contenu net de l'huile d'olive : Le contenu net doit être déclaré selon le système métrique ;
- Nom et adresse : Le nom et l'adresse du fabricant, de l'emballleur, du distributeur, de l'importateur, de l'exportateur ou du vendeur doivent être déclarés. ces indications sont très utiles, dans le cas de fraude, pour délimiter les responsabilités ;
- Pays d'origine : Le nom du pays d'origine doit être déclaré ;
- Indication de provenance et appellation d'origine : identification des lots ;
- Datage et conditions d'entreposage : il s'agit de la date de durabilité minimale et les instructions d'entreposage qui doivent être indiquées sur l'étiquette.

I. Définition de la qualité

La notion de qualité d'un produit alimentaire est très complexe et englobe plusieurs aspects :

- La qualité hygiénique : un produit alimentaire doit offrir une parfaite innocuité au consommateur lors de sa consommation
- La qualité nutritionnelle : quantité d'énergie, composition en nutriments, équilibre en nutriments, etc
- La qualité organoleptique ou hédonique: comprend les qualités gustative, olfactives, tactiles, visuelles, etc
- La qualité d'usage : un produit commode, qui se conserve longtemps, facile à utiliser : stockage, ouverture, fermeture, etc
- La régularité : une qualité reproductible du produit
- La qualité technologique : aptitude à la transformation et à la distribution

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

II. Facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive

L'huile est la résultante d'une série d'interaction entre les facteurs génétiques, environnementaux et technologiques qui marquent aussi bien la phase de développement et de la maturation du fruit que sa transformation (Inglese, 1994)

II.1. La variété

La composition des huiles varie étroitement en fonction du patrimoine génétique de l'olive (Ryan *et al.*, 1998; Busconi *et al.*, 2003).

La composition en acides gras varie sensiblement d'une variété à une autre, particulièrement la teneur en acide oléique, linoléique et le rapport saturés/insaturés. De même, les teneurs en polyphénols totaux et tocophérols sont étroitement liés à la variété (Aparicio et Luna, 2002). La variété d'olivier est l'un des principaux facteurs influençant la teneur et le profil en composés phénoliques de l'huile d'olive vierge.(Fregapane et Salvador,2013).

Ces composants sont importants car ils permettent la caractérisation organoleptique de l'huile (Cavusoglu et Oktar,1994)

II.2. L'environnement

II.2.1. Le climat

Le climat exerce une grande influence sur la qualité du fruit, et donc sur la composition chimique de l'huile d'olive. Des travaux de recherche réalisés par Aparicio ont prouvé que les structures cycliques de l'huile d'olive sont affectées par le climat (Aparicio *et al.*, 1994), un déficit hydrique génère une situation de stress induisant la production des composés phénoliques. Par ailleurs, pendant les saisons caractérisées par le gel, les teneurs en phénols totaux de l'huile diminuent fortement (Romero et Motilva, 2010).

Les conditions climatiques, relativement douces, permettent d'obtenir des huiles de qualité, y compris à des époques tardives (Panaro *et al.*, 2003; Cerretani *et al.*, 2004).

Selon Zarouk *et al.* (1996) et Mouawad (2005), les basses températures favorisent la biosynthèse de l'acide linoléique au désavantage de l'acide oléique

La température élevée diminue la synthèse des stérols, squalène, l'acide oléique et certains triglycérides (Aparicio et Luna, 2002).

II.2.2. Facteurs géographiques

Les olives cultivées dans différentes zones géographiques présentent des caractéristiques différentes. Ainsi la qualité de l'huile d'olive est affectée par l'altitude. Cette dernière affecte la composition de l'huile d'olive en acides gras, principalement l'acide oléique. Les olives cultivées à haute altitude donnent des huiles riches en acide gras monoinsaturés, bien que les olives cultivées à faible altitude donnent des huiles riches en acides gras saturés donc plus stable. De même elle présente un effet sur l'acidité, l'indice de peroxyde, l'indice d'iode et la teneur en polyphénols (Ranalli, 1999).

II.2.3. Le sol

L'influence du sol sur la qualité de l'huile d'olive est un phénomène assez complexe. Plusieurs facteurs tels que la nature du sol, le pH et la composition chimique peuvent influencer la qualité d'une huile.

La teneur en polyphénols totaux varie selon le type de sol (155,7 ppm pour le sol argileux et 314,2 ppm pour le sol calcique). La salinité du sol augmente la teneur en alcools aliphatiques et tritèrpeniques (Aparicio et Luna, 2002). De plus, les huiles provenant des sols calcaires ont une acidité plus basse que celles des sols argileux.

II.3. L'irrigation

L'irrigation permet d'obtenir des olives à gros calibre et améliore la teneur en huile. Elle permet également d'agir sur la maturité des fruits, soit en l'avancé si la charge fructifère de l'arbre est faible ou en la retardant dans le cas inverse (El Antari *et al.*, 2000). Selon Artajo Medina (2006) et Grattan *et al.* (2006), un déficit hydrique accélère le processus de maturation et affecte la composition de l'olive durant les premières phases de maturation.

Une irrigation avec une eau chargée en sel entraîne des variations qualitatives et quantitatives dans la composition lipidique de l'olive (Chartzoulakis, 2005). La teneur en acide linoléique augmente d'une manière régulière et importante lorsque la concentration en sel du milieu de culture croît.

La concentration en phénols de l'huile d'olive vierge est fortement affectée par la quantité d'eau disponible et sa distribution durant le cycle végétatif de l'olivier. Généralement, la teneur en composés phénolique de l'huile d'olive vierge diminue avec l'augmentation de la dose d'irrigation (Fregapane et Salvador, 2013).

II.4. Degré de maturation du fruit

Des recherches ont démontré que la qualité de l'huile dépendait plus particulièrement de degré de maturation du fruit. En général, les paramètres liés à l'oxydation des huiles extraites indiquent une détérioration progressive de la qualité de l'huile au fur et à mesure de la maturation du fruit. Toutefois, la teneur totale de l'huile en alpha-tocophérol ne change pas de façon significative au cours de ce processus. Le niveau de maturation a affecté principalement la qualité organoleptique des huiles obtenues, celle-ci ayant diminué au fur et à mesure de la maturation du fruit alors que les teneurs en acide oléique, stéarique et linoléique augmentent au cours de la maturation (Ait Yacine *et al.*, 2002).

La composition en acides gras saturés comme l'acide palmitique décroît durant la période de maturation, tandis que celle de l'acide oléique et linoléique augmente (Pereira *et al.*, 2002)

II.5. Influence des insectes ravageurs

La mouche d'olive (*Bactrocera oleae*) est l'insecte nuisible le plus dévastateur des olives dans la région méditerranéenne (Ochando and Reyes, 2000). La sévérité des dégâts occasionnés par ce ravageur dépend : de son stade de développement, de son degré d'infestation et de la variété d'olive (Tamendjari *et al.*, 2004a,b; Pereira *et al.*, 2004). Les huiles, issues des olives fortement détériorées par cet insecte, sont fortement altérées. En effet, dans le cas des composés phénoliques, leurs teneurs diminuent considérablement à mesure que le taux d'infestation augmente (Tamendjari *et al.*, 2004 a,b; Mraicha *et al.*, 2010)

II.6.Facteurs technologiques

L'huile d'olive vierge est produite exclusivement par un procédé mécanique et à froid. Les étapes du processus de production de l'huile incluent la récolte, le lavage, le broyage des olives, le malaxage de la pâte d'olive, la séparation des phases (l'huile, les margines et le grignon), le stockage, la filtration et le conditionnement (EC Regulation, 2001).

II.6.1.Récolte des olives

La récolte des olives doit s'effectuer à une période optimale permettant à la fois un bon rendement en huile et les meilleurs caractéristiques qualitatives (saveur, parfum,...) (Cimato, 1990).

Plusieurs paramètres peuvent être étudiés afin de déterminer la date optimale de récolte tel que : indice de maturité, rendement en huile, dosage des polyphénols, poids et dimensions du fruit, etc (Ait Yacine *et al.*, 2001).

Le mode de récolte est l'un des nombreux facteurs ayant une incidence sur la qualité de l'huile :

- **La cueillette manuelle** est le mode de récolte qui assure, quand les fruits sont sains l'obtention d'une huile de bonne qualité

➤ **La récolte des olives à terre**, après la chute spontanée soit lors du gaulage nécessite un temps plus long, s'ajoute à cela le contact prolongé des fruits avec le sol qui provoque l'altération de la pulpe des olives avec des conséquences négatives inévitables sur la qualité de l'huile qui en sera extraite

L'huile d'olive obtenue d'olives recueillies au sol ne pourra prétendre à la qualité qui caractérise l'huile extraite d'olives saines, recueillies sur l'arbre (Alba, 2000). Le tableau IV illustre l'influence de la provenance des olives sur les caractéristiques de l'huile

Tableau IV: Influence de la provenance des olives sur les caractéristiques de l'huile (Alba, 2000)

	Acidité (%)	Indice de peroxyde (meq O ₂ /kg d'huile)	Polyphénols (mg/kg)	Stabilité oxydative (heures)
Arbre	0.21	6.04	619	122.9
Arbre et sol	0.51	10.19	411	77.9
Sol	1.30	11.65	255	69.4

II.6.2. Transport et stockage des olives

La cueillette terminée, les olives doivent être acheminées immédiatement vers les unités de trituration afin de préserver leur qualité.

La qualité de l'huile d'olive est liée au mode et à la durée de stockage des olives avant l'extraction (Rayan *et al.*, 1998). En effet plus le temps de stockage est long, plus l'acidité libre dans le fruit est importante, ce qui déprécie et dégrade la qualité organoleptique de l'huile extraite

Le stockage des olives dans des sacs en plastiques étant le moyen le plus communément utilisé pour le transport et le stockage des olives a des conséquences nefastes sur la qualité des huiles extraites. En effet, les caractéristiques organoleptiques de l'huile s'avèrent affectées négativement (Kopnovjak *et al.*, 2002), la pression à l'intérieur des tas d'olives peut causer la sécrétion de fluides à partir des fruits qui peuvent fournir un milieu optimal pour la croissance des champignons et des bactéries. La chaleur produite par l'activité respiratoire des olives peut accélérer la détérioration des fruits (Agar *et al.*, 1998)

Deux types d'altération sont observés lors d'un stockage inadéquat :

- Hydrolyse des triglycérides de l'huile d'olive caractérisée par une teneur élevée en acides gras libres dûe à l'activité des lipases, l'humidité et la chaleur ;
- un rancissement par oxydation qui se manifeste surtout quand le fruit est blessé et en présence d'air (Chimi, 2001)

Aussi, le stockage des olives en couches minces de 20 à 30 cm sous abri aéré et frais est recommandé afin d'éviter les fermentations. On recommande les claies en bois qui permettent une aération efficace et augmente la surface disponible pour le stockage. les caisses à parois perforées qui permettent l'aération sont aussi recommandées (Chimi, 2001).

II.6.3. Broyage des olives

Pour le broyage des olives, il est préférable d'utiliser le broyeur à meules qui permet une meilleure préparation de la pâte avec un bon rendement à l'extraction (Di Giovacchino, 1996)

Les broyeurs métalliques présentent plusieurs aspects négatifs notamment l'augmentation de la température de la pâte et un goût de métal est souvent communiqué à l'huile à cause de l'usure considérables des parties métalliques (Khelif *et al.*, 2003)

II.6.4. Malaxage de la pâte d'olive

En vue de l'extraction d'une huile de qualité, le malaxage des pâtes d'olives doit être de courte durée et il est recommandé d'opérer à une température ne dépassant pas 25-30°C. En effet, l'élévation excessive de la température de malaxage exerce un effet néfaste sur la qualité de l'huile et provoque une dégradation des composés mineurs notamment les polyphénols, se traduisant ainsi par l'altération de sa flaveur et une fragilité à la conservation (Khelif *et al.*, 2003)

Au cours de cette étape la composition en polyphénols diminue sous l'effet de l'action des enzymes intrinsèques de l'olive (notamment les polyphénols oxydases), ces derniers sont activés en présence d'oxygène relié au temps d'exposition de la pâte d'olive à l'air pendant le malaxage (Salvador *et al.*, 2003).

II.6.5. Séparation des phases

Après malaxage, la pâte d'olive obtenue est soumise à une étape de séparation des phases (huile/margine/grignon) par pression ou par centrifugation.

Les procédés d'extraction connus peuvent altérer la qualité de l'huile d'olive en affectant sa stabilité durant la conservation. L'huile d'olive obtenue par centrifugation contient une quantité faible en polyphénols et α -tocophérol par rapport à celle obtenue par pression. Cette différence est due à l'eau utilisée lors de la centrifugation (Salvador *et al.*, 2003)

La qualité de l'huile peut être également influencée lors de la séparation, par le temps de séjour dans des bacs de décantation et la qualité de l'eau ajoutée. En effet, l'huile surnageant à la surface du bac et en contact direct avec l'air s'oxyde facilement.

Les huiles assez longtemps en contact avec les margines s'appauvrissent en polyphénols et leur résistance à l'oxydation diminue (Chimi,2001)

II.6.6. Filtration de l'huile

L'huile d'olive vierge contient des matières sèches en suspension, dérivés du fruit d'olive, considérées comme des impuretés. Ces matières en suspension sont constituées de sucres, d'enzymes, de protéines, de phospholipides, d'eau de végétation, de cires, et qui peuvent favoriser l'hydrolyse et le rancissement de l'huile. Dans le but d'améliorer la qualité et la stabilité de l'huile d'olive vierge, certaines industries appliquent la filtration pour éliminer ces impuretés. Toutefois, cette opération peut également produire de légères modifications dans la fraction mineure de l'huile, tels que la réduction des composés carbonylés, phénols totaux et la teneur en chlorophylles (Lozano-Sanchez *et al.*,2012).

II.6.7. Stockage de l'huile d'olive

L'huile d'olive vierge, une fois extraite doit être conservée dans de bonnes conditions (matériaux inertes, imperméables et faciles à nettoyer, température de conservation adéquate, à l'abri de l'air et de la lumière).

Les conditions de stockage (la durée, la température, etc) ont un effet direct sur l'acidité, l'indice de peroxyde, la stabilité, la couleur, la composition en acide gras et en tocophérols (Pereira *et al.*, 2002).

Au cours du stockage, l'huile d'olive comme toute huile végétale subie des détériorations d'ordre organoleptique et physico-chimique modifiant et altérant sa qualité initiale.

Le défaut le plus remarquable est le rancissement de l'huile due à l'oxydation, cela entraîne une dégradation nutritionnelle de l'huile et la formation de divers produits qui confèrent à l'huile d'olive vierge une odeur et une saveur indésirables (Rahmani, 1989)

III-Critères de classification d'une huile d'olive vierge

La qualité et le Classement de l'huile d'olive vierge résultent de la comparaison entre les résultats des analyses chimiques et sensorielles effectuées sur le produit dans les limites prévues par la réglementation européenne et la norme commerciale du conseil oléicole international.

Les critères de classification de l'huile d'olive vierge sont classés en deux catégories:

- Les critères de qualité
- Les critères de pureté

III.1.Critères de qualité

La «qualité» est la somme d'un certain nombre de caractéristiques ou d'attributs individuels qui sont importants pour mesurer le degré d'acceptation d'un produit par le consommateur (Christopoulou *et al.*, 1995)

Conformément au règlement N°2568/91 de la communauté européenne modifiée en 2002 et la norme commerciale du conseil oléicole international (COI, 2018), les attributs qui déterminent la qualité de l'huile d'olive sont l'acidité, les valeurs d'extinctions spécifiques dans l'UV à 232 nm et 270 nm, l'indice de peroxyde et la notation organoleptique (Kalua *et al.*, 2006)

III.1.1.L'acidité

L'acidité est un critère important aux fins de la destination de l'huile d'olive à la consommation alimentaire et constitue une caractéristique fondamentale de la qualité (Michelakis, 1992 ;Salvador *et al.*,2000; Kalua *et al.*,2006).L'acidité de l'huile est la conséquence de l'hydrolyse de cette dernière sous l'influence d'une enzyme hydrolytique « lipase » ou de différents microorganismes qui se développent dans le fruit à des conditions favorables de températures et d'humidité (Psyllakis *et al.*,1980)

III.1.2.L'indice de peroxyde

L'oxydation est l'ensemble des modifications que l'huile subit pendant son exposition à l'oxygène, ce phénomène est responsable de la dégradation de l'huile (Psyllakis *et al.*, 1980)

L'indice de peroxyde est le test le plus courant d'évaluation du niveau d'oxydation des huiles, il représente donc la mesure du vieillissement de l'huile d'olive (Benhayoum et Lazzeri, 2007)

III.1.3.Absorbance dans l'UV à 232 nm et 270 nm

La mesure de l'absorbance dans l'UV est une méthode de mesure de l'oxydation, les valeurs d'extinction retenues sont celles de 232 nm et 270 nm (Roehly, 2007).

Au début de l'oxydation, divers composés commencent à se former, les premiers qui se forment sont les peroxydes ou produits d'oxydation primaire dont l'évaluation s'effectue au moyen de l'indice de peroxyde, ils peuvent également être quantifiés par leur absorption de la lumière dans la zone UV du spectre aux environs de 232nm (Gutierrez et Izquierdo,1994), pour ce qui concerne l'absorbance UV à 270nm,elle est la résultante de la présence de composés secondaires s'oxydation (aldéhydes,cétones,...) qui peuvent se former au cours du processus d'auto-oxydation de l'huile (Mordret,1999).

III.1.4.Caractérisation organoleptique

L'analyse organoleptique est basée sur l'évaluation de la médiane du fruité et des défauts, afin de classer l'huile d'olive vierge dans les catégories : vierge extra, vierge, vierge courante et vierge lampante

Les limites établies pour chaque critère de qualité et chaque dénomination sont résumées dans le tableau V

III.2. Critères de pureté

Les caractéristiques d'identification constituant les critères de pureté applicables aux huiles d'olive vierges sont :

- Composition en acides gras par CPG.
- Composition en stérols et dialcools triterpéniques
- Teneur en cires
- Teneur en 2-glycérol monopalmitate
- Teneur en insaponifiable

Les limites établies pour chaque critère sont résumés dans le tableau VI

Tableau V : Critères de qualité des huiles d'olive vierges (COI, 2018)

Critères / Catégories	Huile d'olive vierge extra	Huile d'olive vierge	Huile d'olive vierge courante	Huile d'olive vierge lampante
Caractéristiques organoleptiques : - Médiane de défaut - Médiane de fruité	Me = 0 Me > 0	0 < Me ≤ 3,5 Me > 0	3,5 < Me ≤ 6	Me > 6
Acidité libre (%)	≤ 0,8	≤ 2,0	≤ 3,3	> 3,3
Indice de peroxyde (meq O ₂ / kg)	≤ 20	≤ 20	≤ 20	Non limité
Absorbance dans l'UV : - à 270nm - à 232 nm - ΔK	≤ 0,25 ≤ 2,5* ≤ 0.01	≤ 0,25 ≤ 2,6** ≤ 0.01	≤ 0,30 - ≤ 0.01	Non limité - -
Teneur en eau et en matières volatiles (%)	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,3
Teneur en impuretés insolubles dans l'éther de pétrole (%)	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,2

* : Cette détermination est uniquement d'application par les partenaires commerciaux et à caractère facultatif.

Tableau VI : Critères de pureté de l'huile d'olive vierge selon Codex Alimentarius (2017) et COI (2018)

Composants	Codex Alimentarius 2017	COI 2018
1-Acides gras		
- Acide myristique (C14 :0)	0,0-0,05	≤0,03
- Acide palmitique (C16 :0)	7,5-20%	7,5-20%
- Acide palmitoléique (C16 :1)	0,3-3,5%	0,3-3,5%
- Acide heptadécanoïque (C17 :0)	0,0-0,3	≤0,4
- Acide heptadécénoïque (C17 :1 n-8)	0,0-0,3	≤0,6
- Acide stéarique (C18 : 0)	0,5-5,0%	0,5-5,0%
- Acide oléique (C18 :1 n-9)	55,0-83,0%	55,0-83,0%
- Acide linoléique (C18 :2 n-6)	3,5-21%	2,5-21%
- Acide linoléénique (C18 :3 n-3)	≤1,0%	≤1,0%
- Acide arachidique (C20 :0)	0,0-0,6%	≤0,6%
- Acide gadoléique (éicosénoïque) (C20 :1 n-9)	0,0-0,4%	≤0,5%
- Acide béhénique (C22 :0)	0,0- 0,2%	≤0,2%
- Acide lignocérique (C24 :0)	0,0-0,2%	≤0,2%
2-Acide gras trans		
- C18 :1 T	0,0-0,05%	≤ 0,05
- C18 :2 T + C18 : 3 T	0,0-0,05%	≤ 0,05%
3-Stérols et dialcools triterpéniques		
➤ Desméthylstérols	≤ 0,5%	≤ 0,5%
- Cholestérol	≤ 0,1%	≤ 0,1%
- Brassicastérol	≤ 4,0%	≤ 4,0%
- Campesterol	< Campesterol	<Campesterol pour hc
- Stigmastérol	≤0,5%	≤0,5%
- Déлта-7- stigmastérol		
- Bêta sitostérol+ delta-5-avénatérol+ déлта 5-23-Stigmastadiéol+clérostérol+sitostanol+déлта 5-24 stigmastadiéol	≥93%	≥ 93%
➤ Stérols Totaux	1000 mg/kg	≥ 1000 mg/kg
➤ Erythrodiol et uvaol (% des stérols totaux)	≤4,5%	≤ 4,5%
4- Cires		
C40+C42+C44+C46	≤ 250 mg/kg	≤ 150mg /kg
5- Ecart maximal entre la teneur réelle et la teneur théorique en triglycérides à ECN 42	0,2	0,2
6- Stigmastadiènes	0,15 mg/kg	≤ 0,05 mg/kg
7- Acides gras saturés en position 2 dans les triglycérides : somme des acides palmitique et stéarique (% des acides gras en position 2)	-	≤ 1,1 %
8-Insaponifiables	-	≤ 15g/kg

IV- Rôles biologiques et nutritionnels de l'huile d'olive

Le régime alimentaire méditerranéen, dominé par la consommation quotidienne d'huile d'olive, a été identifié comme un modèle nutritionnel protecteur vis-à-vis des risques d'accidents cardiovasculaires et de certains cancers. Ces propriétés sont dues à son profil lipidique et à la présence de nombreux antioxydants (caroténoïdes, tocophérols et composés phénoliques) jouant le rôle de capteurs des radicaux libres (Ghedira, 2008).

L'huile d'olive, qui est constituée de l'acide oléique, acide gras mono-insaturé, possède un effet vasoprotecteur. En effet, l'acide oléique réduit le taux du cholestérol LDL et fait augmenter celui du cholestérol HDL, attribuant ainsi à l'huile d'olive vierge un effet protecteur contre l'athérosclérose (Keys *et al*, 1986 ; Jacotot , 1999 et Kratz *et al* 2002)

Les propriétés digestives de l'huile d'olive ont conduit à son utilisation dans le traitement des troubles gastriques, biliaires, et de la constipation. En fait, les principaux effets digestifs de l'huile d'olive portent sur le fonctionnement biliaire et la motricité gastrique qui stimulée par les acides gras mono-insaturés comparativement à des acides gras saturés. (Jacotot, 1997 ; Charbonier , 1985)

De par sa teneur élevée en acide oléique, l'huile d'olive semble être selon (Charbonier et Richard, 1996), la mieux tolérée par l'estomac, c'est donc la matière grasse qui entraîne le moins de phénomènes de reflux gastro-oesophagien et de stase gastrique. Ces auteurs ont montré que l'absorption de l'huile d'olive abaisse considérablement l'acidité gastrique, c'est également un laxatif doux, et présente donc des effets bénéfiques sur les gastrites hyper chlorhydrique et les ulcères gastroduodénaux.

Néanmoins, tous les effets bénéfiques de la consommation d'huile d'olive ne sont pas dus à l'acide oléique, d'autres composants secondaires de l'huile d'olive ont des effets bénéfiques sur la santé :

- Les caroténoïdes et les vitamines C et E réduisent le risque de dégénérescence maculaire liée à l'âge. Ces caroténoïdes ont également été proposés pour favoriser la densité optique du pigment maculaire et de protéger contre les cataractes liées à l'âge, le déclin cognitif, la fibrillation auriculaire, les fractures ostéoporotiques et le vieillissement vasculaire (Lopez *et al.*, 2014).

- Les phytostérols ont une activité antioxydante, antibactérienne, anti-inflammatoire et peuvent par ailleurs protéger contre certains cancers, tel que le cancer de sein, de colon et de prostate

- Les polyphénols possèdent une forte capacité antioxydante qui pourrait prévenir ou ralentir l'apparition de certaines maladies dégénératives ainsi que les maladies cardiovasculaires (Gigno et Le Jeune, 2010). Ils sont aussi impliqués dans la prévention des diverses pathologies dégénératives associées au stress oxydant (Manach *et al.*, 2006).

Le stress oxydatif est impliqué dans de nombreuses pathologies (athérosclérose, diabète, maladies neurodégénératives, cancer...) et dans le processus du vieillissement (Gardès-Albert *et al.*, 2003).

- Les hydrates de carbone, comme le squalène, jouent un rôle protecteur dans le développement de certains types de cancers (action chimiopréventive) (Smith *et al.*, 1998 ; Carralafuente, 2003)

Selon (Berra et De Gasperi, 1980), l'huile d'olive joue aussi un grand rôle dans la prévention et le ralentissement de l'apparition du diabète sucré. En outre, l'huile d'olive permet un meilleur contrôle du glucose dans le sang et diminue la pression artérielle elle améliore de manière significative l'utilisation du glucose par les cellules et réduit les niveaux de triglycérides dans le sang.

L'huile d'olive est aussi très conseillée pour la friture à cause de sa composition en acides gras mono insaturés qui la rend plus résistante à la chaleur. C'est l'huile la plus légère et la plus savoureuse pour la friture des aliments (Terdazi *et al.*, 2010).

L'huile d'olive joue un rôle important dans l'augmentation de l'espérance de vie à cause de sa richesse en vitamine E qui joue un rôle biologique positif pour déplacer les radicaux libres, molécules impliquées dans certaines maladies chroniques et dans le processus de vieillissement. La consommation d'huile d'olive protège les individus contre la détérioration des fonctions cognitives provoquée par le vieillissement et contre la perte de mémoire liée à l'âge (Rosa *et al.*, 2004)

L'objectif de cette étude consiste en l'évaluation de la qualité commerciale des huiles d'olives vierge extra produites en Algérie et leur classification commerciale selon la norme du conseil oléicole international en effectuant des analyses physicochimiques et organoleptiques.

Les analyses physico chimique des échantillons ainsi que l'analyse organoleptique ont été réalisées au niveau du service Agro-alimentaire du Laboratoire Centrale de l'Institut Technique de l'Arboriculture Fruitière et de la Vigne de Birtouta(ITAFV)

L'analyse organoleptique a été réalisée par les membres dn jury national formés par des experts du COI.

I. Echantillonnage

Les échantillons d'huiles d'olives ont été recueillis auprès des producteurs eux même lors du 2^{ème} salon international de l'olive, huile d'olive, process et dérivés de l'olivier organisé à Alger et la foire des produits de terroirs organisée à maatkas en mars 2018.

Les quinze échantillons ont été choisis d'une façon aléatoire, ils sont tous conditionnés dans des bouteilles en verre portant un étiquetage avec l'indication huile d'olive vierge extra et produits durant la campagne 2017/2018 (fin décembre 2017 et début janvier 2018).

II .Méthodes d'analyses

Toutes les analyses sont réalisées sur la base de deux répétitions pour chaque échantillon et le résultat final sera la moyenne arithmétique des deux déterminations.

II.1.Les indices de qualité de l'huile d'olive

Les paramètres d'appréciation de la qualité des huiles d'olive étudiés ; indice d'acidité libre, indice de peroxyde, l'absorbance dans l'Ultraviolet à K232 et K270, la teneur en eau et en matières volatiles, et l'analyse organoleptique sont déterminés selon les protocoles décrits ci après :

- Acidité (**Règlement CEE n° 2568/91-annexe II**).
- Indice de Peroxyde(**Règlement CEE n° 2568/91-annexe III**).
- Absorbance dans l'UV (**Règlement CEE n° 2568/91-annexe II**).
- Analyse organoleptique (**COI/T.20/DOC.n°15/rev.10/2018**).

- Teneur en eau (ISO 662).

II.1.1. Acidité libre

La teneur en acides gras libres dans les huiles d'olive, est un indicateur de l'activité de lipase ainsi que de la qualité du fruit, du temps de stockage et de la stabilité de l'huile (Ryan et *al.*, 1998). Conventionnellement, c'est la quantité de KOH, en milligrammes, nécessaire pour neutraliser l'acidité contenue dans 1 g de corps gras et exprimée en % d'acide oléique.

- **Principe**

Mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange de solvants, puis titrage des acides gras libres présents à l'aide d'une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium (Annexe 1)

- **Expression des résultats**

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

$$A = V.C.M.100/1000.m = V.C.M/10.m$$

Où:

V: volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de potassium ;

C: concentration exacte, en moles par litre, de la solution titrée de KOH (0,1 mol/l);

M: poids molaire, en grammes par mole, de l'acide oléique = 282g/mol;

m: poids en grammes, de la prise d'essai.

II.1.2. Indice de Peroxyde

L'indice de peroxyde d'un corps gras est le nombre de microgrammes d'oxygène actif contenu dans un gramme de produit capable d'oxyder l'iodure de potassium dans les conditions de travail décrites avec libération d'iode.

L'indice de peroxyde renseigne sur le degré de l'oxydation de l'huile. Il est déterminé selon l'annexe III du règlement CEE n°2568(1991), exprimé en milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme de l'huile et/ou matière grasse.

- **Principe**

La prise d'essai en solution dans un mélange acide acétique et chloroforme est traitée par une solution d'iodure de potassium. L'iode libéré est titré avec une solution de thiosulfate de sodium. (Annexe 2)

- **Expression des résultats**

L'indice de peroxyde (IP), exprimé en milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme, est fourni par la formule:

$$IP = (V - V_0) \cdot 1000 \cdot T / m$$

Où:

V : est le volume, en millilitres, de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai

V₀ : est le volume, en millilitres, de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc;

m: est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

T : est la normalité de la solution de thiosulfate de sodium (0,001N).

II.1.3. Extinction spécifique dans l'ultra-violet

L'examen spectrophotométrique dans l'ultraviolet peut fournir des indications sur la qualité de l'huile, sur son état de conservation et sur les modifications dues aux processus technologiques. Les absorbances aux longueurs d'onde prévues dans la méthode sont dues à la présence de systèmes diéniques et triéniques conjugués. Les valeurs de ces absorbances sont exprimées comme extinction spécifique $E^{1\%}_{1\text{ cm}}$ (extinction d'une solution de matière grasse à 1% dans le solvant prescrit, pour une épaisseur de 1 cm) notée de façon conventionnelle par K (dit également coefficient d'extinction).

Les méthodes UV reposent sur la détermination des coefficients d'extinction spécifiques dans l'ultraviolet à 232 nm (K232) ; 270nm(K270) et ont été déterminés avec un Spectrophotomètre de type Thermo UV/Vis. Elles correspondent à

l'absorption maximale des diènes et triènes conjuguées qui résultent de la décomposition de l'huile.

La détermination de l'absorbance spécifique dans l'UV a été effectuée conformément à l'annexe II du règlement CEE n°2568(1991)

- **Principe**

L'huile d'olive est dissoute dans le cyclohexane, puis l'extinction de la solution est déterminée aux longueurs d'onde prescrites (Annexe 3)

- **Expression des résultats**

Les extinctions spécifiques aux différentes longueurs d'onde, sont exprimées avec deux décimales et déterminées par lecture directe.

II.1.4. Teneur en eau et en matières volatiles

C'est la perte en masse par l'échantillon après chauffage à $103 \pm 2^\circ\text{C}$ exprimée en pourcentage de masse. Il consiste à provoquer le départ d'eau par chauffage d'une quantité connue d'huile jusqu'à élimination complète de l'eau. Elle renseigne sur la pureté de l'huile. La détermination de la teneur en eau et en matières volatiles a été réalisée selon la norme (ISO 662)

- **Principe**

Dessiccation du produit tel quel, à une température de $103^\circ\text{C} \pm 2$ dans une étuve à la pression atmosphérique jusqu'à l'obtention d'un poids constant (Annexe 4)

- **Expression des résultats**

La teneur en eau et en matières volatiles, en pourcentage en masse de l'échantillon est donnée par la formule suivante:

$$T_{EMV} \% = (m_1 - m_2) \times 100 / (m_1 - m_0)$$

T_{EMV} : Taux en pourcentage.

m_0 : masse, en gramme, de la capsule vide et séchée.

m_1 : masse, en gramme, de la capsule avec la prise d'essai, avant chauffage.

m_2 : masse, en gramme, de la capsule avec la prise d'essai, après chauffage.

II.1.5. Analyse organoleptique

- **Mode opératoire**

L'analyse sensorielle a été faite sur les 15 échantillons d'huile d'olive, conformément à la méthode d'évaluation du jury de dégustation préconisée par la méthode du COI/T 20/Doc.N°15/Rév.10/ 2018

Les échantillons d'huiles ont été maintenus à $28\pm 2^{\circ}\text{C}$, alors que la température de la salle de dégustation était $20\pm 1^{\circ}\text{C}$. Les analyses ont été effectuées en plusieurs séances et les dégustateurs ont réalisé au maximum 6 dégustations par jour.

Le jury de dégustation, composé de 10 dégustateurs sélectionnés selon une procédure précise par le chef de jury. Le jury est chargé de procéder à l'évaluation sensorielle des huiles d'olive en vue de leur classement. Les appréciations du jury sont consignées sur des fiches de profil. La feuille de profil à utiliser par le dégustateur comporte deux types de perception : la perception des défauts et la perception des attributs positifs sur une échelle de 10 (Annexe 5)

Le responsable du jury doit recueillir les feuilles de profil remplies par chacun des dégustateurs, contrôler les intensités attribuées et calculer les médianes des différents attributs grâce à un logiciel prévu à cet effet.

II.2. Analyse de la composition chimique de l'huile

Les paramètres étudiés et les méthodes utilisés sont :

- La composition de l'huile en acide gras par CPG (**CEE n° 2568/91**).
- La teneur en pigments chlorophylliens et caroténoïdes (**Méthode décrite par Minguez-Mosquera *et al.*, 1991**)
- La teneur en composés phénoliques (**Méthode décrite par Gutfinger, 1981**).

II.2.1. Composition en acide gras

- **Principe**

Les acides gras des huiles sont analysés par chromatographie en phase gazeuse sous forme d'esters méthyliques préparés conformément à la norme CEE n° 2568/91 (Annexe 6)

L'analyse des esters méthyliques des acides gras a été effectuée par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire. Les acides gras sont identifiés en fonction de leurs temps de rétention en comparaison avec celui des étalons purs. Leur taux est déterminé par le rapport entre l'aire des pics correspondants et la somme des aires des pics de tous les acides gras (Annexe 7)

- **Evaluation quantitative**

Le pourcentage de chaque acide gras est calculé automatiquement par intégrateur ou à partir du rapport entre l'aire du pic correspondant et la somme des aires de tous les pics présents selon la formule:

$$100 \times A_x / OA$$

où: A_x : aire du pic de l'acide gras x;

OA : somme des aires de tous les pics. Le résultat est exprimé avec deux décimales. Un logiciel Chemstation HP 3365 est utilisé pour le traitement des données.

II.2.2. Teneur en pigments

- **Principe**

Le principe consiste en la mesure de l'absorbance à 670 nm pour les chlorophylles et 470 nm pour les caroténoïdes, d'un échantillon d'huile en solution dans le cyclohexane (Annexe 8).

- **Expression des résultats**

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

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

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

où:

A : Absorbance à la longueur d'onde indiquée

d : épaisseur de la cuve en cm

II.2.3. Teneur en phénols totaux

- **Principe**

Les teneurs en polyphénols totaux des huiles ont été quantifiées par la méthode décrite par Gutfinger (1981).

La concentration en composés phénoliques est déterminée en utilisant le réactif Folin-ciocalteu. Ce dernier est réduit 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 9)

- **Expression des résultats**

Les résultats sont calculés en se référant à la courbe d'étalonnage réalisée avec l'acide gallique. Ils sont exprimés en mg d'acide gallique par kg d'huile d'olive.

II.3. Stabilité oxydative

La stabilité oxydative (rancimat) se définit comme étant le temps nécessaire pour que l'huile d'olive commence à présenter des symptômes de rancissement suite à l'oxydation accélérée des acides gras insaturés.

La méthode utilisée est celle décrite par Gutierrez *et al.*, (1989).

- **Principe**

La stabilité oxydative est déterminée par le test rancimat, qui consiste à faire passer un courant d'air purifié à travers une prise d'essai, portée à une température de $98 \pm 1,6^\circ\text{C}$, mesurée par l'appareil Rancimat 743 (Annexe 10)

- **Expression des résultats**

Les résultats sont exprimés par le temps d'induction à l'oxydation (heures)

I. Indices de qualité de l'huile d'olive

Les indices de qualité physico-chimiques, qui sont le taux d'acides gras libres, l'indice de peroxyde, l'absorbance dans l'UV et la teneur en eau et en composés volatils, en plus des caractéristiques sensorielles, sont les principaux critères établis par le COI, pour la classification de l'huile d'olive vierge en différentes catégories (HOVE, HO, HOVC, HOVL). Cette classification permet une distinction entre les huiles d'olive vierges sur le plan commercial et alimentaire.

Par ailleurs, les indices de qualité renseignent sur les processus hydrolytique et oxydatifs de l'huile. D'après Kristakis (1998), le cultivar et la région de la culture n'ont pas d'influence significative sur les indices de qualité de l'huile, lesquels sont cependant et principalement, affectés par l'attaque par la mouche de l'olive, les techniques de récoltes, le transport et le stockage des olives.

I.1. Acidité libre

L'acidité libre est un facteur de qualité de l'huile d'olive, il renseigne sur l'altération de celle-ci par hydrolyse et dégradation de la matière grasse, qui est constituée de triglycérides. L'huile dégradée contient de plus en plus d'acides libres ce qui fait croître son acidité (Ben Tekaya et Hassouna, 2007).

La valeur commerciale et thérapeutique de l'huile d'olive vierge est directement liée à son taux d'acidité (De Oliveira *et al.*, 2010).

Les huiles étudiées présentent des valeurs d'acidité variant de 0,2% à 1,69 (Annexe 11). On a 80% des échantillons qui appartiennent à la catégorie vierge extra et 20% à la catégorie vierge

Les huiles analysées sont marquées par de faibles taux d'acidité avec des valeurs enregistrées nettement inférieures à la limite d'acidité d'huile d'olive de la catégorie vierge extra. Les facteurs responsables d'acidité élevée sont liés au non respect des bonnes pratiques de récolte et de fabrication d'huile d'olive (Afidol, 2003; El Antari *et al.*, 2000; Ocakoglu, 2008)

Les valeurs de l'acidité des huiles étudiées sont représentées par la figure 16

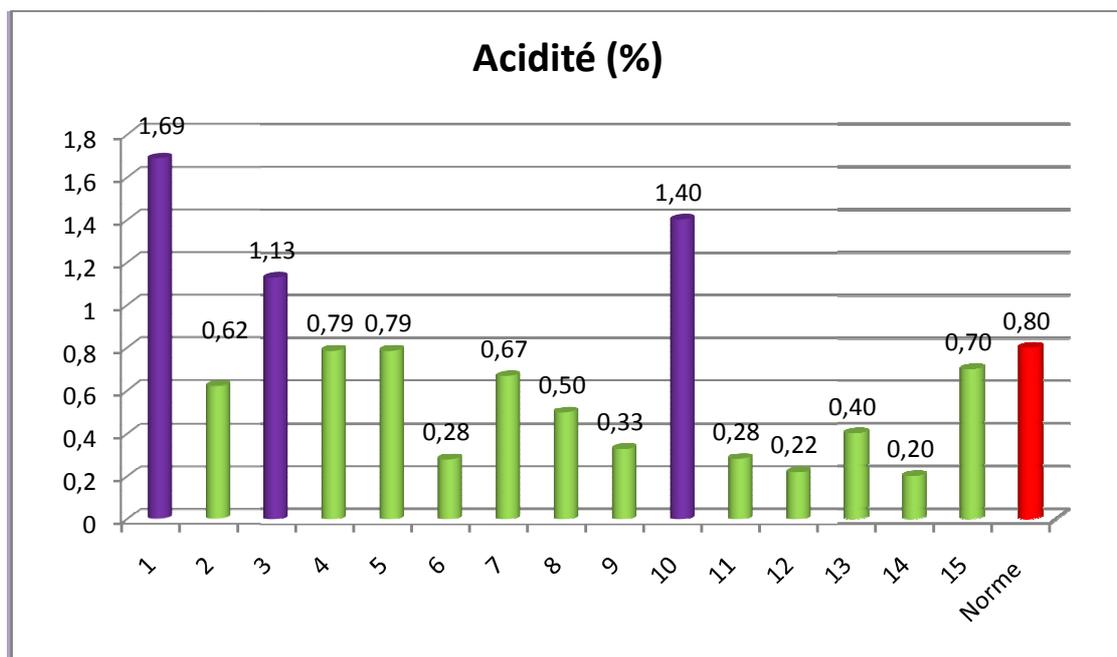


Figure 16: Représentation graphique des résultats de l'acidité

(Nombre de répétition n=2)

Selon Grati-Kamoun (2007), l'acidité est un critère de qualité de l'huile d'olive lorsqu'il est obtenue à partir d'olives récoltées à la main et transformées rapidement avec peu ou sans temps de stockage et à un stade de maturité approprié (pas très avancé).

Ces résultats sont sous l'influence de la maturité des fruits, des variétés d'olivier et la durée de conservation (El Antariet *al.*, 2000; Tanoutiet *al.*, 2011). Par contre, Di Giovacchino (1996) a montré que la variété n'a pas d'influence sur l'acidité.

Un niveau d'acidité libre élevé peut être dû à l'état de maturité avancé du fruit, ou au stockage inadéquat des olives avant la trituration par l'action des lipases sur les triglycérides de l'huile d'olives qui provoquent l'augmentation de sa teneur en acides gras libres (Chimi., 2001).

En plus, il existe d'autres facteurs d'altération comme les moisissures, les fermentations et la mouche d'olive. Pour produire une huile à faible acidité, il est nécessaire de triturer les olives saines, rapidement après récolte, pressées à froid dans un délai le plus court possible après avoir été récoltées (Tsimidou *et al.*, 2005).

I.2. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde permet d'estimer l'état d'auto-oxydation de l'huile ; c'est un mécanisme lent mais inéluctable. En effet, les corps gras peuvent s'oxyder en présence d'oxygène et de certains facteurs favorisant (température élevée, eau, enzyme, trace de métaux Cu, Fe...). Cette auto-oxydation ou rancissement aldéhydique conduit dans un premier temps à la formation de peroxydes (ou hydroperoxydes) qui se décomposent ultérieurement en dérivés carbonylés aldéhydes et hydrocétone (responsables de l'odeur de rance) et en divers produits oxygénés (alcools, acides...).

L'oxydation est le facteur principal de la détérioration de la qualité de l'huile d'olive. Elle affecte, en effet, sa valeur nutritionnelle et sensorielle (Frankel, 1985; Morales *et al.*, 1997).

Pour tous les échantillons d'huiles analysés, les valeurs de l'IP varient entre 3,9 meq O₂/kg d'huile et 11,5 meq O₂/kg d'huile (Annexe 12) elles restent donc, dans la norme fixée par le COI pour l'huile d'olive de la catégorie vierge extra (IP ≤ 20 meq O₂/kg).

Ces basses valeurs de l'IP montrent que l'huile a été extraite rapidement après la récolte des olives et qu'elle a été stockée dans de bonnes conditions. Il permet de penser que l'huile ne s'oxydera pas prématurément et se conservera au cours du temps.

Il faut noter que l'IP augmente avec la maturité des olives, et surtout à la suite d'un choc thermique ou à un processus de fabrication défectueux (Afidol, 2003). Le stockage inadapté ou prolongé, est également une des causes d'augmentation de l'IP.

Les valeurs de l'indice de peroxyde des huiles étudiées sont représentées par la figure 17

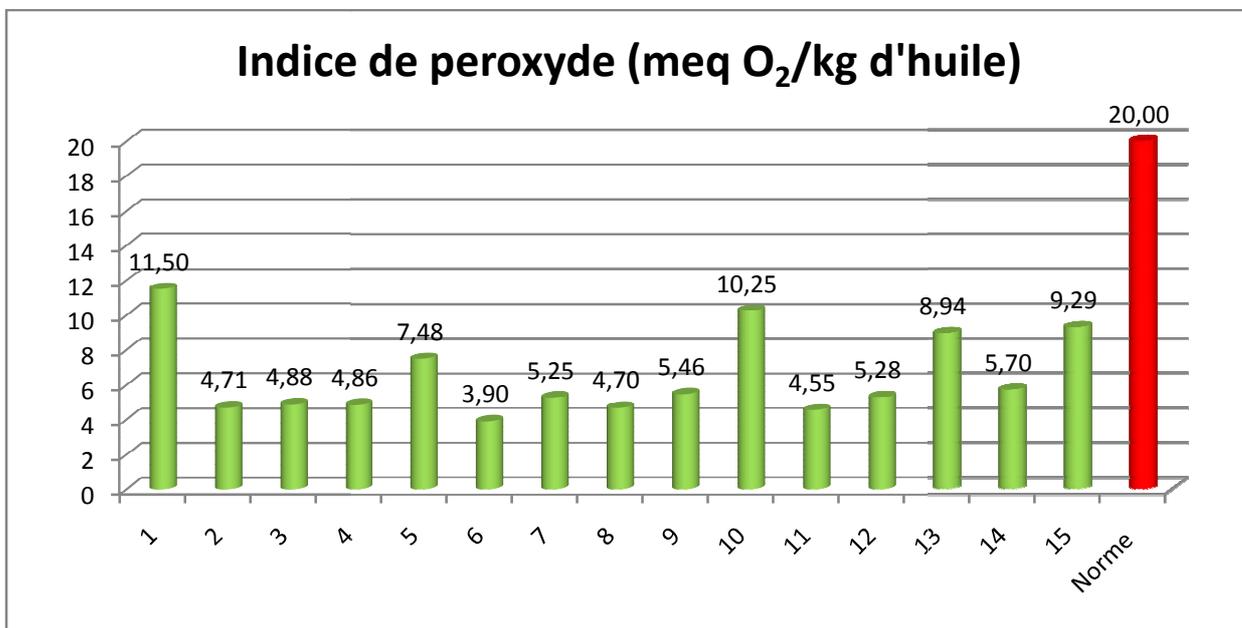


Figure 17: Représentation graphique des résultats de l'indice de peroxyde

(Nombre de répétition n=2)

Ainsi, Yildirim (2009) a confirmé que le mode de conservation des huiles d'olive influence fortement sur la variation d'indice de peroxyde qui augmente au cours des stockages des échantillons en contact avec l'oxygène atmosphérique.

Par ailleurs, une étude a révélé que les procédés technologiques adoptés durant le broyage des olives issues aussi bien d'une seule variété que d'un mélange de variétés n'avaient pas une grande influence sur l'augmentation de l'indice de peroxyde (Cecchi *et al.*, 2006).

De plus, il a été démontré dans d'autres études, qu'il n'y a aucune différence entre les huiles d'olive extraites par les procédés de centrifugation et de presse (Caponio *et al.*, 1999; Gimeno *et al.*, 2002; Salvador *et al.*, 2003).

I.3. Extinction spécifique dans (UV).

Les valeurs de l'IP ≤ 20 meq O₂/kg d'huile ne signifient pas toujours l'absence du phénomène d'oxydation. Le recours à la détermination des coefficients (K232, K270) d'absorbance dans l'ultraviolet, renseigne sur la présence ou l'absence de produits d'oxydation secondaire dans l'huile. Les hydroperoxydes des premiers stades de l'oxydation absorbent à 232 nm, alors que les produits d'oxydation secondaires tels que les cétones insaturées-dicétones absorbent au voisinage de 270 nm (Jeantet *et al.*, 2006; Ben Temime *et al.*, 2000; Ollé, 2002).

L'absorbance dans l'ultraviolet est un moyen d'évaluation de l'état de conservation de l'huile. C'est également un indicateur sur la douceur de la méthode d'extraction et sur l'oxydation par surexposition de l'huile à l'air lors de la trituration. Plus l'extraction se fera à température basse (<28°) et moins il y aura de contact avec l'air pendant l'extraction, et plus les valeurs de K232, K270, seront faibles.

Les résultats d'absorbance en UV (Annexe 13) montrent qu'à l'exception de trois échantillons d'huile d'olive de la campagne, tous les autres échantillons analysés ont des absorbances en UV qui respectent les valeurs préconisées par la norme du COI(2018): K232 $\leq 2,5$; K270 $\leq 0,25$.

La comparaison des valeurs moyennes des absorbances en UV des échantillons montre que les échantillons qui présentent les valeurs les plus élevées pour le K232 et le K270 (l'échantillon 1 et l'échantillon 10) ont présenté également les valeurs moyennes de l'IP (11,50 meq O₂/kg et 10,25) les plus élevées.

Les valeurs des extinctions spécifiques dans l'UV à 232 nm et 270 nm des huiles étudiées sont représentées par les figures 18 et 19 respectivement

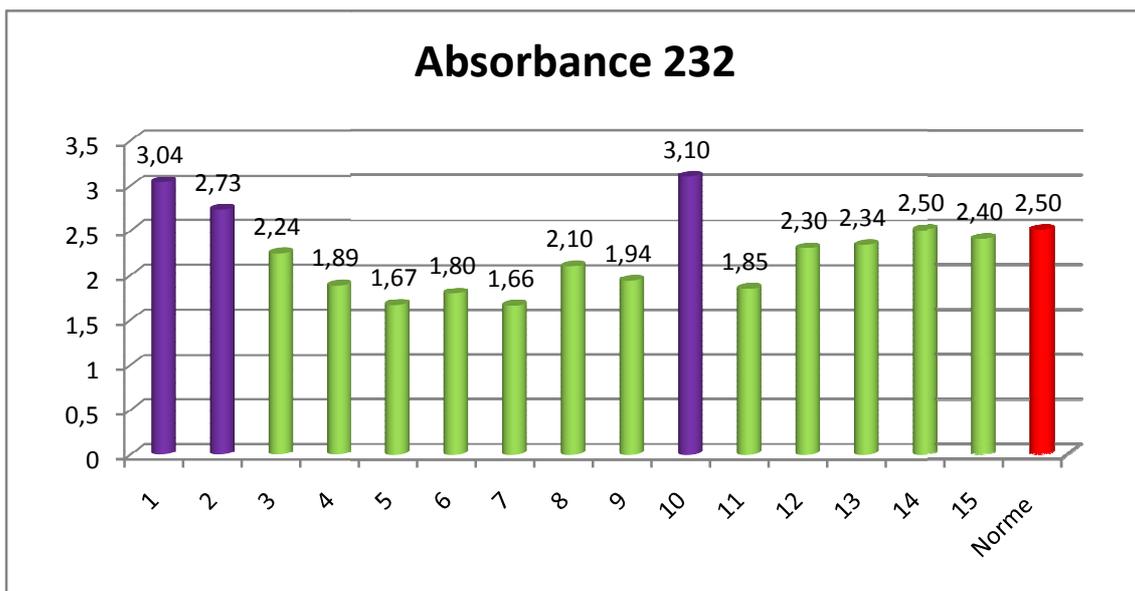


Figure 18: Représentation graphique des résultats de l’extinction spécifique à 232 nm
(Nombre de répétition n=2)

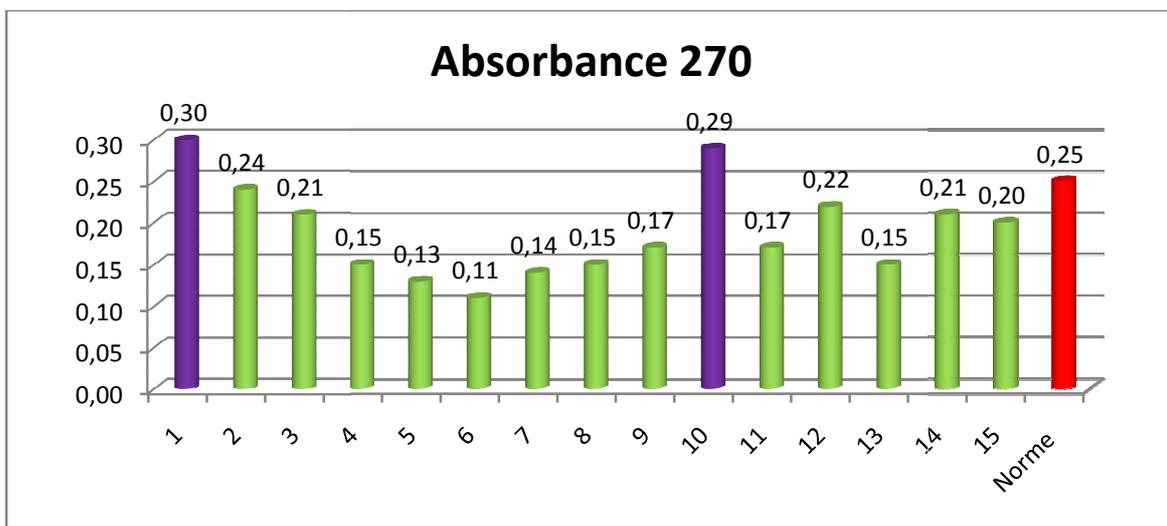


Figure 19: Représentation graphique des résultats de l’extinction spécifique à 270 nm
(Nombre de répétition n=2)

Ces résultats seraient liés à plusieurs facteurs tel que la récolte tardive des olives, une exposition excessive des olives et de l’huile extraite à l’oxygène de l’air et à la lumière, voir aussi à un réchauffement de la pâte lors de la trituration.

Selon Tanoutiet *al.* (2011), l'oxydation de l'huile d'olive commence après que les olives soient cueillies de l'arbre, et continue pendant le stockage des fruits et leur traitement.

I.4. Teneur en eau et en matières volatiles

Les valeurs obtenues pour l'ensemble des échantillons sont conformes aux normes établies par le C.O.I. Elles varient entre 0,03 et 0,20 (Annexe 14), elles sont représentées par la figure 20.

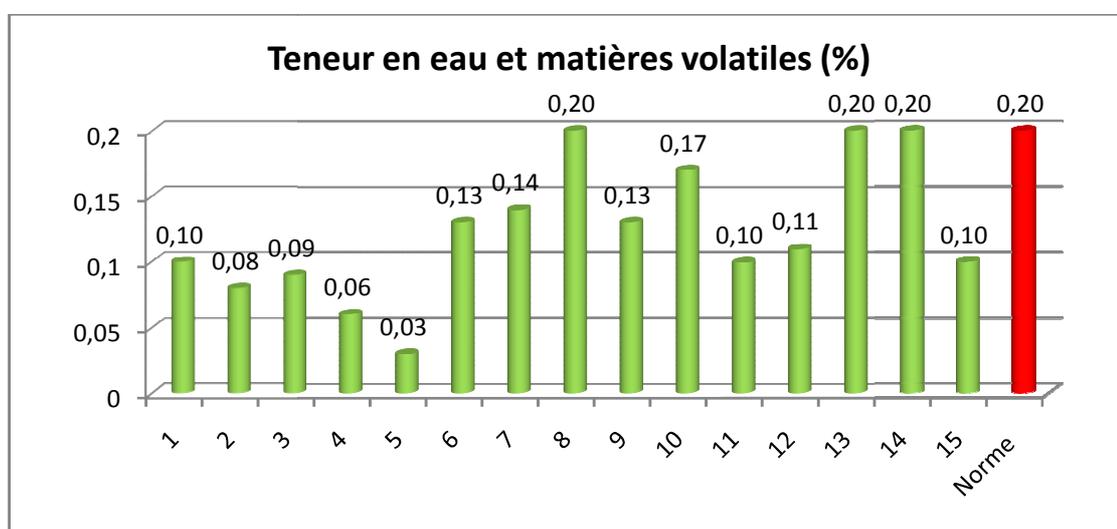


Figure 20: Représentation graphique des résultats de la teneur en eau et matières volatiles (Nombre de répétition n=2)

Les valeurs relatives à l'humidité sont tributaires des conditions environnementales dominantes, dont la pluviosité (Alves *et al.*, 1995)

I.5. Analyse organoleptique

Si la caractérisation physico-chimique des huiles d'olive est une étape essentielle dans la classification des huiles, elle n'est pas suffisante pour déterminer la qualité d'une huile et sa valeur marchande. En effet, les composés volatiles qui se développent au cours du procédé de fabrication de l'huile puis pendant son stockage sont capables de modifier l'odeur et la saveur de l'huile. Pour cela, une analyse sensorielle codifiée et détaillée a été développée par le COI et la Communauté Economique Européenne (CEE).

Pour être catégorisée en huile d'olive vierge extra, l'huile ne doit présenter aucun

défaut organoleptique, une très faible acidité et un très faible état d'oxydation. Ces caractéristiques assurent l'obtention d'un produit de qualité qui se conservera bien dans le temps.

Le tableau VII présente les résultats de l'évaluation sensorielle des huiles analysées.

Les résultats de l'évaluation sensorielle montrent que 70% des huiles analysées appartiennent à la catégorie vierge extra. La médiane de leur fruité se situe entre 2,5 et 7,25 permettant ainsi de distinguer trois catégories:

- Huile vierge extra à fruité léger (Me du fruité ≤ 3) : 10%
- Huile vierge extra à fruité moyen ($3 < Me \leq 6$) : 70%
- Huile vierge extra à fruité intense ($Me > 6$) : 20%

Sur les quinze échantillons analysés, 40% ont un fruité vert moyen (échantillons 6, 7, 11 et 14) avec des arômes rappelant la pomme verte, l'artichaud et l'amande amère ; les 60% restant présentent un fruité mûr avec des saveurs de tomate mûre, pomme mûre et fruits secs caractéristiques de ce type de fruité.

L'analyse sensorielle a également révélé la présence d'attributs négatifs dans 30% des huiles étudiées, principalement:

- **le rance**, témoin d'un processus d'oxydation intense;
- **le chômé**, caractéristique de l'huile tirée d'olives entassées ou stockées dans des conditions telles qu'elles se retrouvent dans un état avancé de fermentation anaérobie ou de l'huile restée en contact avec les « boues » de décantation, ayant elles aussi subi un processus de fermentation anaérobie, dans les piles et les cuves ;
- **le vineux**, lié à un processus de fermentation des olives formant de l'acide acétique et l'éthyle d'éthanol

Ces huiles ont été déclassées à la catégorie huile d'olive vierge courante conformément à la méthode de l'analyse sensorielle des huiles d'olive vierges préconisée par le conseil oléicole international (COI, 2018).

Tableau VII : Résultats de l'évaluation sensorielle des huiles analysées

N° échantillon	paramètres statistiques	Perception des défauts			Perception des attributs positifs			Classement
		Chômé	Rance	Vineux	Fruité	Amer	Piquant	
1	Médiane	0	2,95	1,8	0	0	0	HOVC
	Ecart type robuste (S)	0	0,87	0,36				
	Coefficient de variation (R)	0	18,53	19,93				
2	Médiane	3,7	0	0	2,5	2,25	2,15	HOVC
	S	0,81	0	0	0,54	0,4	0,25	
	R%	13,5	0	0	15,67	16,89	11,58	
3	Médiane	1,1	0	1,45	0	2,5	0	HOVC
	S	0,34	0	0,73		0,29		
	R%	7,93	0	5,48		11,42		
4	Médiane	0	0	0	3,3	1,8	1,45	HOVE
	S				0,46	0,24	0,42	
	R%				13,96	13,18	18,88	
5	Médiane	0	0	0	2,5	1,15	1,25	HOVE
	S				0,29	0,1	0,23	
	R%				14,24	8,27	18,15	
6	Médiane	0	0	0	4,25	3,85	2,4	HOVE
	S				0,55	0,16	0,61	
	R%				12,92	4,18	13,62	
7	Médiane	0	0	0	4,45	1,4	0,8	HOVE
	S				0,28	0,19	0,43	
	R%				6,25	13,59	12,39	
8	Médiane	0	0	0	6,5	3	3,5	HOVE
	S				0,14	0,05	0,2	
	R%				4,38	3,17	10,58	

N° échantillon	paramètres statistiques	Perception des défauts			Perception des attributs positifs			Classement
		Chômé	Rance	Viveux	Fruité	Amer	Piquant	
9	Médiane	0	0	3,25	0	0	0	HOVC
	Ecart type robuste (S)			0,231				
	Coefficient de variation (R)			18,51				
10	Médiane	2,95	0	0	1,35	0	0	HOVC
	S	0,41			0,26			
	R%	1,4			16,98			
11	Médiane	0	0	0	3,2	2,75	2,5	HOVE
	S				0,17	0,26	0,29	
	R%				5,26	9,32	11,71	
12	Médiane	0	0	0	3,65	2,2	2,25	HOVE
	S				0,47	0,29	0,21	
	R%				12,84	13,31	9,43	
13	Médiane	0	0	0	7,25	3	3,5	HOVE
	S				0,19	0,23	0,2	
	R%				8,05	16,14	4,17	
14	Médiane	0	0	0	5,25	3	4,5	HOVE
	S				0,51	0,14	0,05	
	R%				16,69	6,45	3,17	
15	Médiane	0	0	0	6	4	3,33	HOVE
	S				0,28	0,09	0,19	
	R%				11,1	15,83	12,5	

II. Analyse de la composition chimique de l'huile

II.1. Composition en acides gras

La composition en acide gras totaux est un paramètre de qualité et d'authenticité des huiles, elle joue un rôle important pour sa qualité nutritionnelle et organoleptique.

L'acide oléique (C18 : 1) est l'acide gras dominant de l'huile d'olive, suivi par les acides palmitique (C16 : 0) et linoléique (C18 : 2).

Les résultats du profil en acides gras des huiles analysées (Tableau VIII) concordent avec ceux établis par le Conseil Oléicole International (2018) concernant la composition moyenne en acides gras de l'huile d'olive pour l'ensemble des échantillons analysés.

Tableau VIII: Composition en acides gras (%) des huiles d'olive analysées

N° échantillon	C16:0 Palmitique	C16:1 palmitoleique	C18:0 stéarique	C18:1 oléique	C18:2 linoléique	C18:3 linoléinique
1	18,27	2,21	2,57	58,57	17,22	0,67
2	14,70	1,60	2,38	69,83	10,17	0,75
3	16,55	1,79	2,36	67,16	10,92	0,67
4	17,94	2,11	2,08	64,47	12,19	0,61
5	14,95	1,34	2,78	68,97	10,92	0,72
6	17,71	2,06	2,07	64,75	12,11	0,62
7	15,94	1,59	2,66	67,92	10,77	0,56
8	16,62	2,15	1,79	64,55	13,65	0,57
9	16,80	2,14	1,76	64,86	13,12	0,59
10	10,65	0,60	3,29	56,01	15,11	0,79
11	17,87	1,77	1,98	65,76	11,90	0,49
12	18,43	2,33	2,10	63,56	12,47	0,59
13	17,87	1,77	1,98	65,76	11,90	0,49
14	18,43	2,33	2,10	63,56	12,47	0,59
15	13,35	1,27	2,54	70,14	11,55	0,77
Norme COI 2018	7,50 – 20,00	0,30 – 3,50	0,5 – 5,0	55,0 – 83,0	2,5 – 21,00	≤ 1,00

Ces résultats sont caractérisés par des variations entre les échantillons, le taux d'acide oléique fluctue entre 56,01% et 70,14%, l'acide palmitique et l'acide linoléique varient respectivement de (10,65%-18,43%) et (10,17%–17,22%). La teneur en acide linoléinique est inférieure à 1%.

Divers facteurs, tels que le degré de maturité des olives, notamment l'étalement de la récolte sur une longue période – olives à différents stade de maturité- les conditions agro climatiques, la variété ont une incidence sur le profil de composition en acides gras de l'huile d'olive (Ollé, 2002; Garcia *et al.*,1996; Judde, 2004; Bruni *et al.*,1994; Aparicio et Luna, 2002; Inglese *et al.*, 2010).

Certains auteurs ont utilisé ce profil comme paramètre de classification des huiles d'olive selon leurs origines (Ben Temime *et al.*, 2000;Ranalli *et al.*,1997 ; Aguilera *et al.*, 2005), d'autres notent plutôt des variations minimales de taux d'acide gras principal (C18 : 1) chez la même variété d'olivier même si elle est cultivée dans des lieux différents (USAID, 2006).

II.2.Teneur en pigments

II.2.1.Chlorophylles

Les chlorophylles sont des pigments responsables de la couleur caractéristique de l'huile d'olive, elles sont impliquées dans les mécanismes d'auto-oxydation et la photo-oxydation (Ryan *et al.*, 1998).

Les résultats obtenus montrent que les teneurs en chlorophylles des huiles analysées sont variables (Annexe 15). La valeur la plus élevée est en de 6,63 mg/kg et la plus faible de 0,33 mg/kg. Les teneurs des autres échantillons oscillent entre 0,48 mg/kg et 2,90 mg/kg.

Les valeurs des teneurs en chlorophylles des huiles étudiées sont représentées par la figure 21

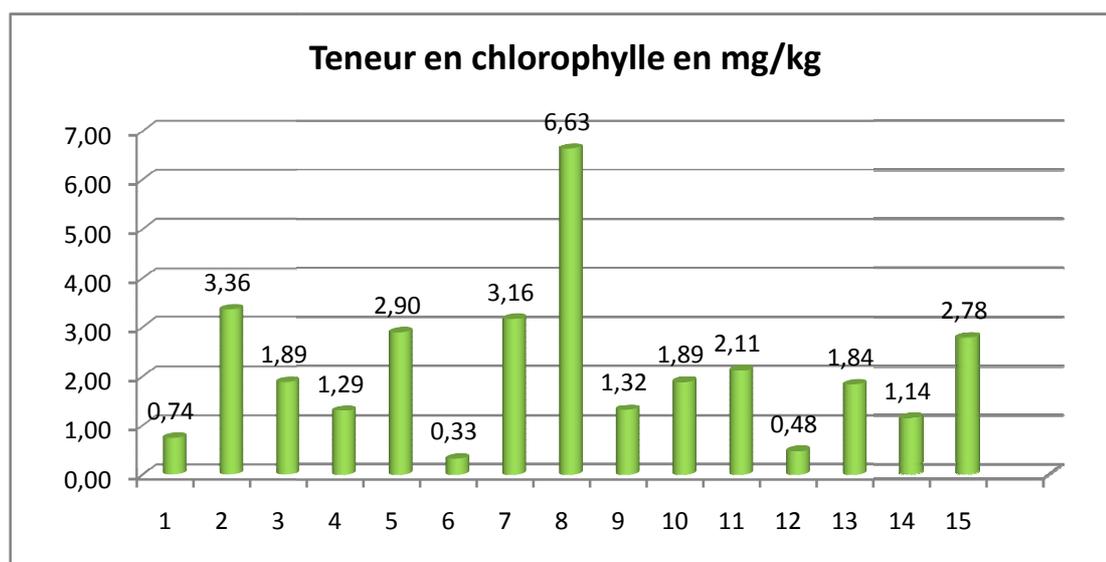


Figure 21: Représentation graphique des résultats de la teneur en chlorophylle
(Nombre de répétition n=2)

Globalement, les résultats enregistrés sont faibles comparativement à ceux obtenus dans l'huile vierge extra de la variété Chemlal, variété dominante en Algérie, dont les teneurs varient de 12,8 à 22,3 mg/kg (Bengana *et al.*, 2013). Ils sont faibles aussi par rapport aux résultats obtenus par Issaoui *et al.* (2010) qui varient entre 8,80 et 17,30 mg/kg.

Selon Garcia *et al.* (1996), la maturation influence la teneur en pigments chlorophylliens, plus la maturation progresse, plus l'activité photosynthétique diminue ainsi que la concentration. La concentration en chlorophylles peut dépasser 80 mg/kg pour des huiles obtenues à partir d'olives en stade précoce de maturité, pour chuter à des valeurs d'environ 2 mg/kg lorsque le fruit est bien mûr (Salvador *et al.*, 2001 ; Giuffrida *et al.*, 2007)

Les faibles concentrations en chlorophylles des échantillons analysés seraient dues à leur dégradation au cours du stockage des olives, par l'action des chlorophyllases et des lipoxygénases (Rayan *et al.*, 1998), des larves et des microorganismes (Fakourelis *et al.*, 1987; Perrin, 1992).

Elles peuvent aussi s'expliquer par leur dégradation lors du processus d'extraction par une phéophytinisation des chlorophylles initialement présentes dans le fruit, l'oxydation des chlorophylles par les *peroxydases* y serait plus importante (Gandul-Rojas et Minguez-Mosquera, 1996).

Pour Allalout *et al.*, (2009), les faibles teneurs en chlorophylles peuvent être dues à l'effet du degré de maturité, le système d'extraction, le sol et les conditions climatiques.

II.2.2. Caroténoïdes

Les caroténoïdes sont des inhibiteurs très efficaces de la photo-oxydation induite par les pigments chlorophylliens (Aparicio-Ruiz et Gandul-Rojas, 2012). Ils sont aussi responsables de la couleur jaune de l'huile, possèdent des propriétés antioxydantes et suscitent beaucoup d'intérêts pour la santé humaine (Morello *et al.*, 2004).

Les teneurs en caroténoïdes des huiles étudiées varient entre un minimum de 0,67 mg/kg et un maximum de 3,31 mg/kg (Annexe 16), ces résultats sont proches de ceux enregistrés pour l'huile d'olive vierge extra des deux variétés dominantes, Chemlal et Azeradj par Bengana *et al.* (2013).

Les valeurs des teneurs en caroténoïdes des huiles étudiées sont représentées par la figure 22

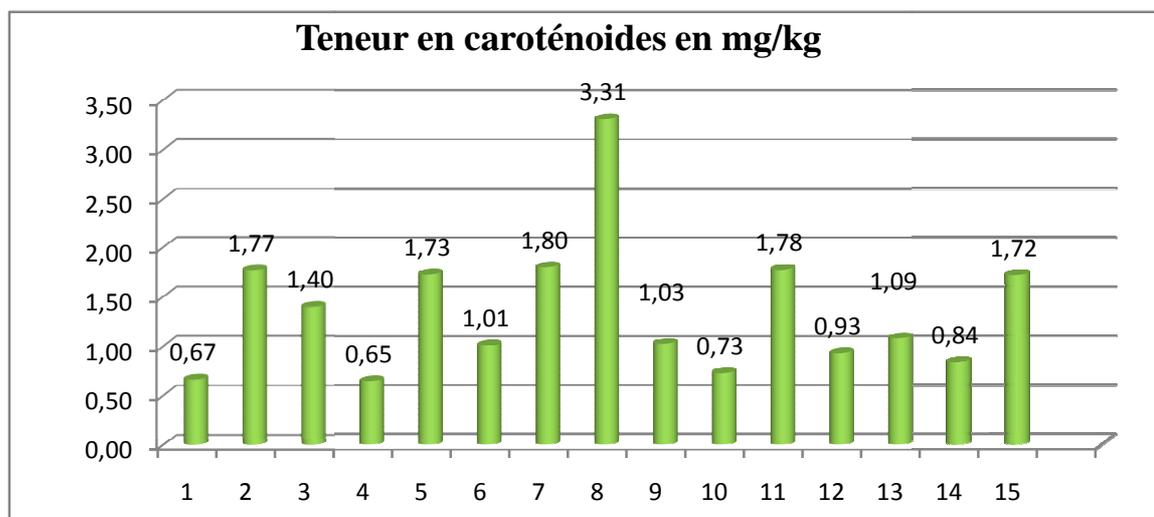


Figure 22: Représentation graphique des résultats de la teneur en caroténoïdes
(Nombre de répétition n=2)

La teneur en caroténoïdes augmente au fur et à mesure de la maturité des olives, cette augmentation est accompagnée par la diminution de la teneur en chlorophylles, ces pigments confèrent à l'huile sa couleur jaune au dépend de la coloration chlorophyllienne (Ait Yacine, 2001).

L'étude faite par a révélé que la teneur en caroténoïdes dépend ainsi de la variété, du stade de maturité du fruit, le mode d'extraction de l'huile et des conditions de stockage. (Psomiadou et Tsimidou, 2001)

II.3.Teneur en polyphénols totaux

Les huiles d'olives sont connues pour leur teneur élevée en composés phénoliques par rapport aux autres huiles végétales raffinées. Ces composés contribuent à la saveur globale complexe de l'huile d'olives et lui fournissent des effets antioxydants et sont en grande partie responsables de sa durée de conservation (Del Carlo *et al.*, 2004).

La concentration des polyphénols totaux est déterminée par la méthode de Folin-Ciocalteu (Gutfinger, 1981) à partir d'une courbe d'étalonnage utilisant l'acide gallique comme témoin dont la quantité est exprimée en milligramme d'acide gallique par kilogramme d'huile d'olive (mg / kg d'huile).

L'absorbance est étroitement corrélée à la concentration de l'acide gallique utilisée dans la gamme d'étalonnage avec un R^2 de 0,999 (Annexe 9).

Les teneurs en composés phénoliques des échantillons analysés varient de 14,65mg/kg à 115,56 mg/kg (Annexe 17). Globalement, les teneurs en polyphénols sont faibles comparativement à celles enregistrées dans l'huile d'olive vierge extra de la plupart des variétés d'oliviers.

Les valeurs des teneurs en polyphénols totaux des huiles étudiées sont représentées par la figure 23

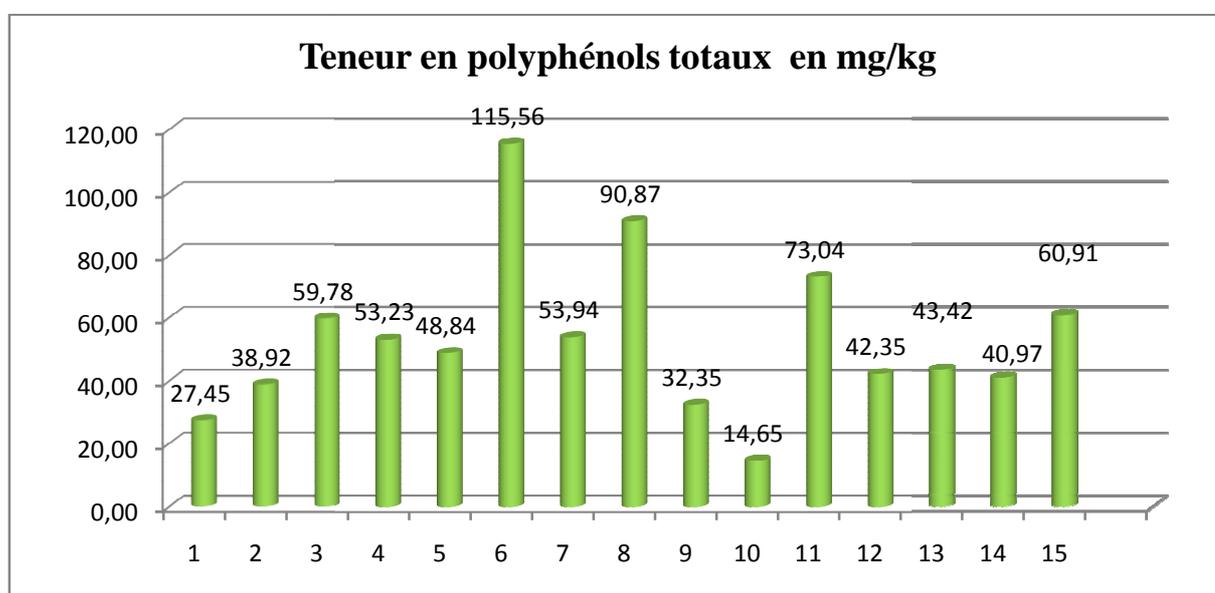


Figure 23: Représentation graphique des résultats de la teneur en polyphénols totaux (Nombre de répétition n=2)

Les quantités des polyphénols présentes dans les huiles d'olives qui ont été rapportées dans la littérature sont très variables. Elles sont supérieures à 0,5 mg/g dans l'étude réalisée par Montedero *et al.* (1992) et elle varie entre 0,1 et 0,8 mg/g dans la recherche de Maestro-Duran *et al.* (1994).

D'après Owen *et al.* en 2000, la teneur en polyphénols est de 0,232 mg/g pour l'huile d'olives extra vierge et de 0,062 mg/g pour l'huile raffinée. Le résultat annoncé par Nakbiet *al.* (2010) pour la variété tunisienne nommée Chemlali est de l'ordre de $0,16 \pm 2.82$ mg/g.

En effet, la composition et la concentration des polyphénols dans l'huile d'olive sont fortement influencées par plusieurs facteurs agronomiques et technologiques, comme le cultivar, la zone géographique, le climat et la saison de la récolte. En outre, le degré de maturité du fruit influence fortement sur la concentration en polyphénols. En général, au cours de la maturation, la concentration en acides phénoliques diminue et celle en anthocyanes augmente (Nakbiet *et al.*,2010).

Par ailleurs, la variation des teneurs en phénols totaux des huiles étudiées sont également influencées par :

- Le stockage prolongé des olives avant trituration provoque une perte considérable en composés phénoliques (Angerosa *et al.*,1996; Kiritsakis,1998; Brenes *et al.*, 1999; Chimi, 2001 ;Servili *et al.*,2004; Servili *et al.*,2009).
- Le mode d'extraction: l'addition d'eau chaude à la pâte d'olive provoque le lessivage des polyphénols qui se traduit par l'altération de la flaveur des huiles et une faible résistance à l'oxydation au cours de la conservation (Di Giovacchino,1996).
- L'élévation excessive de la température et la prolongation de la durée de malaxage provoquent la dégradation des composés phénoliques (Khelifet *et al.*,2003).

III. Stabilité oxydative

L'indice de stabilité de l'huile ou le temps d'induction, mesuré par l'appareil de rancimat, permet d'évaluer la vitesse à laquelle les huiles deviennent rances (Bendini *et al.*, 2010).

Les valeurs de la stabilité oxydative des échantillons analysés varient de 1,50 h à 16,25 h (Annexe 18). Ces résultats sont faibles rapport aux données bibliographiques notamment les résultats de Allaout *et al.*(2009) qui oscillent entre 14,6 h et 59,10 h et de Oueslati (2009) dont les valeurs de la stabilité oxydative se situent entre 20,6 h et 100 h , obtenus sur des variétés cultivées en Tunisie.

Elles restent également en dessous des valeurs médianes de stabilité oxydative obtenues par Bengana *et al.* (2013) sur les huiles produites en Kabylie et qui varient de 10,6 h et 14,4 h.

Les valeurs de la stabilité oxydative des huiles étudiées sont représentées par la figure 24.

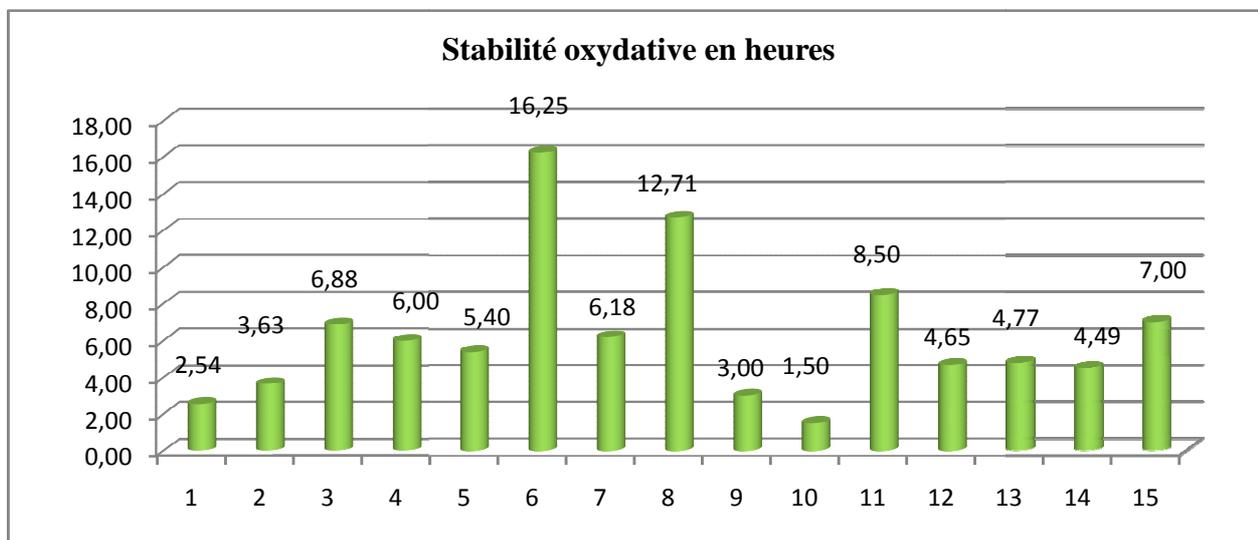


Figure 24: Représentation graphique des résultats de la stabilité oxydative
(Nombre de répétition n=2)

Les faibles valeurs de la stabilité oxydative enregistrées dans les différents échantillons des huiles analysées prévoiraient une dégradation oxydative rapide de l'huile au cours de son stockage.

IV-Test de corrélation

Le test de corrélation a été réalisé en utilisant le programme Excel Stat.

Les résultats du test sont donnés par le tableau IX.

Tableau IX: Résultats du test de corrélation

	Absorbance 270	Absorbance 232	indice de peroxyde	acidité libre	Stabilité oxydative	Teneur en polyphénols	Teneur en caroténoïdes	Teneur en chlorophylle	Teneur en eau
Absorbance 270	1	0,772	0,574	0,63	-0,651	-0,682	-0,353	-0,206	0,016
Absorbance 232	0,782	1	0,644	0,554	-0,541	-0,591	-0,318	-0,132	0,242
indice de peroxyde	0,574	0,644	1	0,661	-0,536	-0,576	-0,317	-0,142	0,075
acidité libre	0,63	0,554	0,661	1	-0,405	-0,438	-0,214	-0,026	-0,263
Stabilité oxydative	-0,651	-0,541	-0,536	-0,405	1	0,792	0,47	0,252	0,101
Teneur en polyphénols	-0,682	-0,591	-0,576	-0,438	0,792	1	0,48	0,243	0,03
Teneur en caroténoïdes	-0,353	-0,318	-0,317	-0,214	0,47	0,48	1	0,83	0,126
Teneur en chlorophylle	-0,206	-0,132	-0,142	-0,026	0,252	0,243	0,83	1	0,204
Teneur en eau	0,016	0,242	0,075	-0,263	0,101	0,03	0,126	0,204	1

En gras, valeurs significatives (hors diagonale) au seuil $\alpha=0,050$ (test bilatéral)

Le tableau IX met en évidence les corrélations existantes entre les différents paramètres étudiés, parmi elles:

Corrélation entre l'IP et l'acidité qui signifie par ailleurs que les acides gras libres sont plus susceptibles à l'oxydation comparativement aux acides gras liés aux triglycérides. Cette corrélation a été rapportées par plusieurs auteurs (Choe et Min,2006 ,Bendini *et al.*, 2010)

Tout en comparant entre les résultats d'IP et les taux des polyphénols dans les échantillons d'huile d'olive étudiés , il faut noter que l'huile d'olive qui présente l'IP le plus élevé possède à la fois un taux plus bas en polyphénols totaux en comparaison avec les autres échantillons.

Les faibles teneurs en polyphénols dans les huiles pourraient expliquer, du moins partiellement, les valeurs relativement élevées de degré d'oxydation (IP, Abs232 et 270nm) enregistrées dans certaines huiles. Cette corrélation négative entre la teneur en polyphénol et le degré d'oxydation de l'huile, a été mise en évidence par plusieurs auteurs (Tsimidou *et al.*, 1992; Cinquanta *et al.*, 2001; Blekasetal.,2002).

Selon Oumeddoure *et al.* (2011), la résistance à l'oxydation est due à la protection des polyphénols qui sont par ailleurs les plus sollicités pour résister à l'oxydation et que l'indice de peroxyde diminue au fur et à mesure que les concentrations en polyphénols augmentent.

Plusieurs équipes ont montré qu'il existe une forte corrélation entre la teneur de l'huile d'olive vierge en composés phénoliques et sa stabilité (Baldioli *et al.*, 1996 ; Gutierrez *et al.*, 1999 ; Aparicio *et al.*, 1999).les valeurs relativement élevées de la stabilité oxydative correspondent à des taux d'acidité les plus faibles et des valeurs les plus élevées en composés phénoliques. Cette corrélation positive entre la stabilité oxydative et la teneur en antioxydants de l'huile d'olive vierge a été déjà rapportée par Benidini *et al.* (2010).

Dans la présente étude, l'intérêt est donné aux huiles d'olives vierges extra en évaluant d'une part, leurs caractéristiques physicochimiques et d'autre part, leurs caractéristiques organoleptiques. Ceci dans le but de déterminer la conformité de ces huiles d'olives par rapport aux normes internationales.

A l'issue de notre travail il a été constaté ce qui suit:

- Les échantillons étudiés ont des valeurs d'indice d'acide conformes aux normes établies par le C.O.I., 80% appartiennent à la catégorie vierge extra et 20% à la catégorie vierge.
- Les indices de peroxyde et la teneur en eau sont conformes à la norme commerciale pour tous les échantillons étudiés
- Les résultats d'absorbance en UV ont montré qu'à l'exception de trois échantillons d'huile d'olive de la campagne, tous les autres échantillons analysés ont des absorbances en UV qui respectent les valeurs préconisées par la norme du COI(2018) $K_{232} \leq 2,5$; $K_{270} \leq 0,25$.
- Les résultats de l'évaluation sensorielle montrent que 70% des huiles analysées appartiennent à la catégorie vierge extra. La médiane de leur fruité se situe entre 2,5 et 7,25, permettant ainsi de distinguer trois catégories:
 - Huile vierge extra à fruité léger (Me du fruité ≤ 3) : 10%
 - Huile vierge extra à fruité moyen ($3 < Me \leq 6$) : 70%
 - Huile vierge extra à fruité intense ($Me > 6$) : 20%

L'analyse sensorielle a également révélé la présence d'attributs négatifs dans 30% des huiles étudiées, principalement le rance, le chôme et le vineux, témoins d'un processus d'oxydation intense et de fermentations anaérobies.

Ainsi et sur la base des résultats de l'analyse des critères de qualité des huiles étudiées, 70% appartiennent à la catégorie vierge extra et 30% à la catégorie vierge courante.

L'analyse de la composition chimique des huiles a permis de constater que:

- Les résultats du profil en acides gras des huiles analysées concordent avec ceux établis par le Conseil Oléicole International (2018) concernant la composition moyenne en acides gras de l'huile d'olive pour l'ensemble des échantillons analysés.
- Les huiles produites se caractérisent par des teneurs faibles en composés mineurs, principalement les composés phénoliques et les chlorophylles. Une baisse de ces derniers est en effet responsable de la perte de la qualité sensorielle de l'huile et de la diminution de la stabilité oxydative limitant ainsi sa durée de conservation dans le temps et compromettant sa commercialisation (voir exportation).

En définitive, la production d'une huile d'olive vierge extra ,de qualité supérieure répondant aux normes commerciales internationales, exige le respect des bonnes pratiques tout au long de la chaîne de production, de transformation et du conditionnement, qui doivent être effectuées avec soin et dans le respect des normes appliquées par la norme en vigueur COI, entre autre :

- Procéder à une récolte précoce des olives (octobre, novembre, début du mois de décembre)
- Eviter le gaulage comme moyen de récolte ;
- Transport dans des caisses appropriées
- Stockage des olives en couches minces dans un endroit aéré et frais
- Eviter le stockage prolongé et procéder rapidement à la trituration
- Utiliser des broyeurs à marteaux (au lieu des broyeurs à disques ou à meules),
- Utiliser des malaxeurs hermétiques, et choisir un couple température/durée optimal, afin de réduire l'oxydation enzymatique des composés phénoliques ;
- Utiliser des superpresses ou des décanteurs à deux phases (sans addition d'eau) ou à deux phases et demi avec addition d'une faible quantité d'eau, au lieu des décanteurs classique à trois phases
- Stockage et conditionnement des huiles à l'abri de la lumière et à des températures adéquates dans un matériel inerte et étanche

Effectuer les analyses physico chimiques et sensorielles de l'huile d'olive sont primordiales pour connaître le produit, ressortir sa typicité, parer aux pratiques frauduleuses, le valoriser au mieux et se frayer une place sur le marché extérieur.

A

Abaza L., Msalem M., Daoud D. and Zarrouk M. (2002). Caractérisation des huiles de sept variétés d'olivier tunisiennes. *Oléagineux Corps gras Lipides*, 9 (2): 9-174.

Agar I., Tayfun H. P., Betty S., Mohamed M., Kader A. (1998). Quality of fruit and oil of black-ripe olives is influenced by cultivar and storage period. *J. Agric. Food Chem.* 46:3415–3421.

Aguilera M.P., Beltrán G., Ortega D., Fernández A., Jiménez A. and Uceda M. (2005). Characterization of virgin olive oil of Italian olive cultivars: 'Frantoio' and 'Leccino', grown in Andalusia ;, *Food Chemistry*, Vol 89, 3, pp 387-391.

Ait Yacine Z., Serhrouchni M. and Hilali S. (2001). Etude de quelques paramètres déterminant la date de récolte des olives dans le périmètre de Tadhla. *Olivae*, 88: 39-45.

Ait Yacine Z., Serhrouchni M. and Hilali S. (2002). Evolution de la composition acide de l'huile d'olive à différents stades de la maturité des olives. Cas du Périmètre du Tadla- Maroc. *Olivae*, 94 :51-53.

Ajana H., El Antari A. and Hafidi A. (1999). Evolution of biometric parameters and chemical composition of olives from the Moroccan *Picholine* variety during fruit ripness. *Grasas y Aceites*, 50 (1): 1-6.

Alba J., (2000). El cultivo del olivo, Elaboración del aceite de oliva virgen, 5ème Edición, MP coedición

Allalout A., Krichène D., Methenni K., Taamalli A., Oueslati I., Daoud D., Zarrouk M. (2009). Characterisation of virgin olive oil from superintensive Spanish and Greek varieties grown in northern Tunisia. *Scientia Horticulturae* 120(2009)77- 83.

Références bibliographiques

Angerosa F., Lanza B., Marsilio V. (1996). Biogenesis of Fusty Defect in Virgin Olive Oils. *GrasasAceites*47: 142-150.

Angerosa, F., Mostallino, R., Basti, C., & Vito, R. (2001). Influence of malaxation temperature and time on the quality of virgin olive oils. *Food Chemistry*, 72:19–28.

Angerosa F., (2002). Influence of Volatile Compounds on Virgin Olive Oil Quality Evaluated by Analytical Approaches and Sensor Panels. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.*, 104:639-660.

Aparicio R., Ferreiro L., Alonso V., (1994). Effect of climate on the chemical composition of virgin oil, *Analytica Chimica Acta.*, Vol.292, pp : 235-241

Aparicio R., Roda L., Albi M.A., Gutierrez F. (1999). Effect of various compounds on virgin olive oil stability measured by Rancimat. *Agriculture Food Chemistry*; 47: 4150-4155.

Aparicio R., Luna G., (2002). Characterisation of monovarietal virgin olive oils. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* 104:1-12.

Aparicio-Ruiz R., Gandul-Rojas B., (2012). Thermal degradation kinetics of neoxanthin, violaxanthin, and the xanthin in virgin olive oils, *J. Agric. Food Chem.* 60: 5180–5191.

Artajo Medina L.S. (2006). Phenolic compounds: Their role during olive oil extraction and in flax seed – transfer and antioxidant function. *Thèse doctorat Technologie des aliments.* pp. 1-21.

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

B

Baldioli M, Servili M, Perretti G, Montedoro G.F. (1996). Antioxidant activity of tocopherols and phenolic compounds of virgin olive oil. *JAOCS*; 73: 1589-1593.

Bendini A., Cerretani L., Salvador M.D., Fregapane G., Lercker G., (2010). The stability of sensory quality of virgin olive oil during storage. *Italian Food and Beverage Technology*, LX, March, 5.

Ben Temime S., Taamalli W., baccouri. B., Abaza L., Daoud D., Zarrouk M. (2000). Changes in olive oil quality of chétoui variety according to origin of plantation. *Journal of Food Lipids* 13 88–99.

Berra G., et De Gasperi R.(1980). Qualità nutrizionale dell'olio di oliva. In: III Congresso internazionale sul valore biologico dell'olio d'oliva - la Conea, Creta (Grecia), 8-12 settembre p. 427.

Bengana M., Bakhouch A., Lozano-Sánchez J., Amir Y., Youyou A., Segura-Carretero A., Fernández-Gutiérrez A., (2013). Influence of olive ripeness on chemical properties and phenolic composition of Chemlale extra-virgin olive oil. *Food Research International* 54(2013) 1868–1875

Benhayoum G. et Lazzeri Y.(2007). Condition pour relever les défis de la mondialisation : Amélioration de la qualité et de la compétitivité. In « l'olivier méditerranéen symbole de l'économie ». Ed L'harmattan. 1-135. ISBN 229603635x.

Bentekaya I., Hassouna M. (2007). Effets des chlorophylles, du bêta-carotène, de l'alphatocophérol, du tyrosol et de leurs interactions sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive tunisienne. Institut National Agronomique de Tunisie (INAT) ; 14.

Références bibliographiques

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

Bianco A., Dezzi S., Bonadies. F., Romeo G., Scarpati. M.L., Uccella, N. (2006). The variability of composition of the volatile fraction of olive oil. *Nat. Prod. Res.* 20, 475-478.

Blekas, G., E. Psomiadou, M. Tsimidou, Boskou, D., (2002). On the importance of total polar phenols to monitor the stability of Greek virgin olive oil. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* 104: 340-346.

Boskou D., in: Gunstone, F. (2002). *Vegetable Oils in Food Technology: Composition, Properties, and Uses*, Blackwell Publishing, Oxford, UK 2002, pp. 244–277.

Brenes M., Garcia A., Garcia P., Rios J.J., Garrido A. (1999). Phenolic compounds in Spanish olive oil. *J. Agric. Food Chem.* 47, 3535–3540.

Bruni U., Cortesi N. y Fiorino P. (1994). Influence of agricultural techniques, cultivar and area of origin on characteristics of virgin olive oil and on levels of some of its minor components. *Olivae*, 53, 28-33.

Busconi M., Foroni C., Corradi M., Bongiorni C., Cattapan F. and Fogher C. (2003). DNA extraction from olive oil and its use in the identification of the production cultivar. *Food Chemistry*, 83: 127–134.

C

Caponio F., Allogio V. et Gomes T. (1999). Phenolic compounds of virgin olive oil : influence of paste preparation techniques. *Food Chemistry* ; 64 : 203-209.

Références bibliographiques

Caponio, F., Gomes, T., & Pasqualone, A. (2001). Phenolic compounds in virgin olive oils: Influence of the degree of olive ripeness on organoleptic characteristics and shelf-life. *European Food Research and Technology*, 212, 329–333.

CAR/PP. (2000). Prévention de la pollution dans la production d'huile d'olive. Centre d'Activités Régionales pour la Production Propre. 08036 Barcelone, Espagne.

Carralafurte L.E. (2003). Les bienfaits de l'huile d'olive. *Diabetes Voice*, Vol. 48, No 4. pp: 36 -38.

Çavusoglo A. and Oktar A. (1994). Les effets des facteurs agronomiques et des conditions de stockage avant la mouture sur la qualité de l'huile d'olive. *Olivae*, 52 :18-24.

Cecchi T., De Marco C., Passamonti P., Pucciarelli F. (2006). Analytical definition of the quality of extra-virgin olive oil stored in polyethylene terephthalate bottles. *Journal of Food Lipid* ; 13 : 251-258.

Chabour M. (1986). Oléotechnie et valorisation des sous produits de l'olivier. 6^{ème} cours international d'oléiculture.

Chartzoulakis K.S. (2005). Salinity and olive: Growth, salt tolerance, photosynthesis and yield. *Agricultural Water Management*, 78: 108–12.

Cheyrier V. et Sarni-Manchado P. (2006). Structure phénoliques et goût. In, les polyphénols en agroalimentaire. Coordonatrices Sarni-Manchado P., et Cheyrier V., Editions Techniques et Documentation, Lavoisier Paris. P.89.

Chimi H. (2001). Qualité des huiles d'olives au Maroc. Transfert de technologie en Agriculture. *MADREF/DERD*, 79 :1-4.

Chimi H. (2006). Amélioration de la qualité des huiles d'olive : Application des bonnes pratiques de production et d'hygiène. Institut Agronomique et Vétérinaire Hassan II- Rabat – Maroc.

Références bibliographiques

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

Choe E. et Min D. B. (2006). Mechanisms and factors of edible oil oxidation. *Comprehensive Rev. Food Sci. Food Safety*. 5:169.

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

Cerretani L., Bendini A., Rotondi A., Mari M., Lercker G. and Gallina Toschi T. (2004). Evaluation of the oxidative stability and organoleptic properties of extra-virgin olive oils in relation to olive ripening degree. *Progress in Nutrition*, 6(1): 50-56.

Charbonier A. (1985). Acquisitions récentes sur la valeur biologique de l'huile d'olive en France. In : 1° Congr. Nazionale di Terapia, 8-12 décembre, Rome, Italie.

Charbonier A. et Richard J. L. (1996). L'huile d'olive, aliment –santé, Ed, Frison-Roche, France, page 1000.

Christopoulou E., Lazaraki M. et Alexiou F. (1995). La qualité de l'huile d'olive vierge grecque. Critères chimiques et organoléptiques. *Olivae*, 56 :54-59.

Cichelli A. and Pertesana G. P. (2004). High-performance liquid chromatographic analysis of chlorophylls, pheophytins and carotenoids in virgin olive oil: chemometric approach to variety classification. *Journal of Chromatography A*, 1046:141-146.

Cimato A. (1990). La qualité de l'huile d'olive vierge et les facteurs agronomiques. *Olivae*, 31:20-23

Cinquanta, L., Esti, M. and Di Matteo, M. (2001). "Oxidative stability of virgin olive oils." *Journal of the American Oil Chemists Society* 78(12): 1197-1202.

Références bibliographiques

Codex Alimentarius (2017). Norme pour les huiles d'olive vierges et huiles de grignons d'olive Codex STAN 33-1981 (Rév.2017).

Colombo M.L. (2010). An update on vitamin E, tocopherol and tocotrienol-perspectives, *Molecules* 15, 2103-2113.

Conseil OleicoleInternational. (2000).Collection : Manuels pratiques, Amélioration de la qualité de l'huile d'olive, COI, Madrid. Edi. ADICOM. S.L, 70 P.

Conseil OleicoleInternational(2018). Analyse sensorielle de l'huile d'olive: méthode d'évaluation organoleptique de l'huile d'olive vierge. COI/T/ 20/Doc. n° 15/Rev.10. 2018.

Conseil OleicoleInternational(2018). COI/T.15/NC n° 3/Rév. 12 Juin 2018. Normes commerciales applicables aux huiles d'olive et aux huiles de grignon d'olive. Conseil Oléicole International.

Conseil OleicoleInternational(2018). La production de l'huile d'olive.

Cortesi N. and Rovellini P. (2004). L'état d'oxydation de l'huile d'olive vierge : effet des antioxydants naturels. *Olivae*, 101 : 27-33.

Cunha S.C., Amaral J.S., Fernandes J.O., Oliveira M.B.

(2006). Quantification of tocopherols and tocotrienols in portuguese olive oils using HPLC with three different detection systems, *J. Agric. Food Chem.* 54, 3351–3356.

D

DiGiovachino L. (1991). L'extraction de l'huile des olives par les systèmes de la pression, de la centrifugation et de la percolation : Incidences des techniques d'extraction sur les rendements en huile. *Olivae*, 36: 14 - 41.

DiGiovachino L. (1996). L'influence du système d'extraction sur la qualité de l'huile d'olive. *Olivae*, 63: 52- 63.

Références bibliographiques

DiGiovachino L., Sestili S. & Di Vincenzo D. (2002). Influence of olive processing on virgin olive oil quality. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 104:587–601.

De Oliveira M.A.L., Balestros M.R., Faria A.F. and Vas F.A.S. (2010). Determination of olive oil acidity. In *Olives and olive oil in health and disease prevention*. First edition 2010. Academic Press in an imprint of Elsevier

E

El Antari A., Hilal A., Boulouha., and El Moudni A. (2000). Etude de l'influence de la variété, de l'environnement et des techniques culturales sur les caractéristiques des fruits et la composition chimique de l'huile d'olive vierge extra au Maroc. *Olivae*, 80 : 29-36.

El Murr M. (2005). Applications des méthodes chimiométriques pour la caractérisation des huiles d'olive Libanaises en fonction des biotopes. Mémoire DEA, Contrôle et gestion de la qualité "application à l'agroalimentaire. Université Saint Esprit de Kaslik (USEK).

European Community (2001). Commission regulation No 1513/2001 of 23 July 2001 amending regulations No 136/66/EEC and (EC) No 1638/98 as regards the extension of the period of validity of the aid scheme and the quality strategy for olive oil. *Official Journal of the European Communities*, L201,47.

European Community (2002). Regulation n° 796 of 6 May 2006 on changes EC-Regulation. 2568/91. *Official J.L.* 128/815/05/02. 2002. Bruxelles (Belgium).

F

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

Fares Y. (2002). Incidence de facteurs agronomiques sur la qualité de l'huile d'olive, mémoire pour l'obtention du diplôme d'ingénieur agronome, Université Saint Esprit de Kaslik, pp.9-26, Liban.

Références bibliographiques

Frankel E. (1985). Chemistry of autoxidation, mechanism, products and flavor significance. In: "Flavor chemistry of fats and oils". D.B. Min, T. H Smouse Eds. p 1. AOCS Press, Champaign, IL, USA.

Frankel E., Bakhouché A., Lozano-Sánchez J., Segura-Carretero A., Fernández-Gutiérrez A. (2013). Literature review on production processes to obtain extra virgin olive oil enriched in bioactive compounds. Potential use of by-products as alternative sources of polyphenols, J. Agric. Food Chem. 61, 5179–5188.

Frega N., Bocci F., Lercker G. (1993). Free Fatty Acids and Diacylglycerols as Quality Parameters for Extra Virgin Olive Oil. Riv. Ital. Sost. Grasse 70: 153-156.

Fregapane G., Salvador M.D. (2013). Production of superior quality extra virgin olive oil modulating the content and profile of its minor components. Food Research International 54, 1907-1914

G

Gallardo-Guerrero L., Roca M., Minguéz-Mosquera I. (2002). Distribution of chlorophylls and carotenoids in ripening olives and between oil and alperujo when processed using a two-phase extraction system, J. Am. Chem. Soc. 79, 105–109.

Gandul-Rojas B., & Minguéz-Mosquera, M.I. (1996). Chlorophyll virgin olive varieties and carotenoid composition in oils from various Spanish olive varieties. Journal of the Science of Food and Agriculture, 72, 31–39.

García J.M., Sella S. and Pérez-Camino C. M. (1996) Influence of Fruit Ripening on Olive Oil Quality, J. Agric. Food Chem., 1996, 44 (11), pp 3516–3520.

García-González D., Aparicio-Ruiz R., Aparicio R., (2008). Virgin olive oil chemical implications on quality and health. Eur. J. Lipid Sci. Technol., 110, 602–607.

Références bibliographiques

Jimeno E., Castellote A.I., Lamuela-Raventós R.M., De la Torre M.C. et López-Sabater M.C. (2002). The effects of harvest and extraction methods on the antioxidant content (phenolics, atocopherol and b-carotent) in virgin olive oil. *Food Chemistry* ; 78 :207-211.

Ghedira K. (2008). L'olivier (6) :83-89.

Ghezlaoui B.(2011). Influence de la variété, Nature du sol et les conditions climatiques sur la qualité des huiles d'olives des variétés *Chemlal, Sigoise et d'Oléastre* dans la Wilaya de Tlemcen. *Mém. Mag. Univ. Tlemcen*, p 213.

Gigno F. et Jeune R. (2010). Huile d'olive, *Olea Europaea L.* phytothérapie 8 :129-135.

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

Gomez-Alonso, S., Salvador, M.D., Fregapane, G. (2002). Phenolic compounds profile of *Cornicabra* virgin olive oil. *J. Agric. Food Chem.* 50, 6812–6817.

Grati- Kamoun N. (2007). Etude de la diversité génétique de l'olivier en Tunisie. Approche pomologique, chimique et moléculaire. Thèse de doctorat en sciences biologiques. Institut de l'olivier. Faculté des sciences de Sfax / Université de Sfax: 68-70.

Grattan S.R., Berenguer M.J., Connell J.H., Polito V.S. and Vossen P.M. (2006). Olive oil production as influenced by different quantities of applied water. *Agricultural Water Management*, 85: 133-140.

Gutfinger T (1981). Polyphenols in olive oil. *J Am Oil Chem Soc* 58:966–968.

Gutierrez F., Jimenez B., Ruiz A & Albi M. A. (1989). Effect of olive ripeness on the oxidative stability of virgin olive oil extracted from the varieties *Pictual* and *hojiblanca* and on the different components involved. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 47 (1) : 121-127.

Références bibliographiques

Gutiérrez F. et Izquierdo J.R.(1999) . Les critères de qualité applicables à l'huile d'olive:méthodes d'analyses physico-chimiques et organoleptiques. In :cours international, 123-156.

Gutiérrez-RosalesF.,RíosJ.J.&Gómez-ReyM.L.(2003).Mainpolyphenolsinthebitter taste of virgin olive oil. Structural confirmation by on-line high performance liquid chromatographyelectrosprayionizationmassspectrometry.JournalofAgricultureandFood Chemistry, 51,6021–6025.

H

Hennebelle T., Sahpaz S. and Bailleul F.(2004). Polyphénols végétaux, sources, utilisationset potentiel dans la lutte contre le stress oxydatif. Phytothérapie, 1: 2-5.

I

Inglese P. (1994).L'influence de la variété sur les caractéristiques qualitatives de l'huile d'olive. Olivae, 54 : 42-44.

IngleseP.,FamianiF.,GalvanoF.,ServiliM.,EspositoS.,UrbaniS. (2010).FactorsAffecting Extra-virginOliveOilComposition,JohnWiley&SonsInc.,2010JournaloftheScienceof FoodandAgriculture,93,1242–1248

J

Jacotot. B. (1997) .Intérêt nutritionnel de la consommation de l'huile d'olive.*OCL*4(5), 373-374.

Jacotot B. (1999). Huile d'olive et lipoprotéines.*OCL*6(1), 84-85.

Jeantet R., Croguennec T., Schuck P., Brulé G. (2006), Science des aliments. Ed. Tec. &Doc. , Vol.1, ISBN. 2-7430-0833- 4.p:197-223.

Références bibliographiques

Judde A. (2004). Prévention de l'oxydation des acides gras dans un produit cosmétique : mécanisme, conséquences, moyens de mesure, quels antioxydants pour quelle application ? OCL- Vol. 11- N. 6, p:414-418.

K

Kalua C.M., Allen M.S., Bedgood JR D.R., Bishop A.G., Prenzler P.D., Robards K. (2006). Olive oil volatile compounds, flavor development and quality: A critical review. *J. Food Chemistry*, 100: 273-286.

Keys A. et al. (1986). The diet and 15 year death rate in seven countries study. *Am. J. Epidemiol.* 124, 903-915.

Kiritsakis A., G. D. Nanos, Z. Polymenopoulos, T. Thomai, E.M. Sfakiotakis (1998). Effect of fruits storage conditions in olive oil quality. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, volume 75, issue 6, p721_724.

Khelif M., Rekik H. and Arous M.N. (2003). La chaîne continue dans l'extraction de l'huile d'olive en Tunisie : Technique d'utilisation. *Olivae*, 96: 38-42.

Koprivnjak O., Conte L., Totis N. (2002). Influence of olive storage in bags on oil quality and composition of volatile compounds. *Food Technol, Biotechnol*, 40 (2) :129-134. ISSN 1330-9862.

Kratz M. et al. (2002). Effect of dietary fatty acids on the composition and oxidizability of low density lipoprotein. *European Journal of Clinical Nutrition*. 56(1) :72-81

Kiritsakis A., Nanos G.D., Polymenopoulos Z., Thomai T., Sfakiotakis E.M. (1998). Effect of fruits storage conditions in olive oil quality. *Journal of the American Oil Chemists' Society* 1998, volume 75, issue 6, p721_724.

L

Références bibliographiques

Lanzon A., Albi T., Cert A. et al. (1994). The Hydrocarbon Fraction of Virgin Olive Oil and Changes Resulting From Refining. *JAOCS* 71:285-291

Leger C.L. (2003). L'huile d'olive : sa place dans l'alimentation humaine. In : *Lipides et corps gras alimentaires*. Ed. Technique et Documents. pp.81-101.

Lopez S., Bermudez B., Montserrat-de la Paz S., Jaramillo S., Varela L., Ortega-Gomez A., Abia R., Francisco J.G.M. (2014). Membrane composition and dynamics: A target of bioactive virgin olive oil constituents. *Biochimica et Biophysica Acta* 1838, 1638–1656.

Lozano-Sanchez J., Bendini A., Quirantes-Piné R., Cerretani L., Segura-Carretero A., Fernández-Gutiérrez A. (2012). Monitoring the bioactive compounds status of extra-virgin olive oil and storage by product over the shelf life. *Food Control*, 30, 606–615.

Luna G., Morales M.T. and Aparicio R. (2006). Characterisation of 39 varietal virgin olive oils by their volatile compositions. *Food chemistry*, 98: 243-252.

M

Maestro-Duran R., Leao-Cabello R., Ruiz-Gutierrez V., Fiestas P., Vasquez-Roncera A. (1994). *Grasas y Aceites* ; 45 : 30-32.

Manach C., Scalbert A., Remesy Ch., et Morand Ch. (2006). Consommation et biodisponibilité des polyphénols. In, *les polyphénols en agroalimentaire*. Coordonatrices Sarni-Manchado P., et Cheynier V., Editions Techniques et Documentation, Lavoisier Paris. P.29.

Mateos R., Domínguez M., Espartero J.L., Cert A. (2003). Antioxidant effect of phenolic compounds, α -tocopherol, and other minor components in virgin olive oil. *J. Agric. Food Chem.*, 51, 7170–7175.

Mathison B., Holstege D. (2013). A rapid method to determine sterol, erythrodiol and uvaol concentrations in olive oil. *J. Agric. Food Chem.* 61, 4506–4513.

Références bibliographiques

Michaelakis N. (1992). L'amélioration de la qualité de l'huile d'olive en Grèce : passé, présent et avenir. *Olivae*, 42:22-30.

Minguez-Mosquera M., Gandul-Rojas B., Garrido-Fernandez J. et al. (1991). Pigments present in virgin olive oil. *JAOCS* 67:192-196.

Montedoro G.F., Servili M., Baldioli M., Miniati E., (1992). Simple and hydrolyzable phenolic compounds in virgin olive oil. 1. Initial characterization of the hydrolyzable fraction. *J. Agric. Food Chem.* 40:1571–1576.

Morales M.T., Rios J.J. & Aparicio R. (1997). Changes in the volatile composition of virgin olive oil during oxidation: Flavors and off-flavors. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 45:2666–2673.

Morales M.T., Luna G., Aparicio R., (2005). Comparative Study of Virgin Olive Oil Sensory Defects. *Food Chem.* 91: 293-301.

Mordret F. (1999). La qualité des huiles d'olive vierges. Conférence Chevreul : Evolution des critères de qualité des huiles d'olive vierge, perspectives. *OCL*, 6: 69-75.

Morelló, J.R., Romero, M.P., & Motilva, M.J. (2004). Effect of maturation process of the olive fruit on the phenolic fraction of drupes and oils from Arbequina, Farga and Morrut cultivars. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52, 6002–6009.

Mouawed M. (2005). Effet de l'altitude, sol et pressoir sur la qualité d'huile d'olive. Mémoire de master en biochimie, Usek, pp.1, 7-14, 23-28, Liban.

Mraicha F., Ksantini M., Zouch O., Ayadi M., Sayadi S., Bouaziz M. (2010). Effect of olive fruit fly infestation on the quality of olive oil from Chemlali cultivar during ripening. *Food and Chemical Toxicology* 48(2010)3235–3241

Références bibliographiques

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

Nefzaoui A.(1999). The olive cakes. In : Olive tree by-products. Ed.Icadra.pp.19-64.

NikiE.,TraberM.G.(2012).AhistoryofvitaminE,Ann.Nutr.Metab.61:207–212.

O

Ocakoglu D. (2008). Classification of Turkish virgin olive oils based on their phenolic profiles Master of Science In Food Engineering Graduate School of Engineering and Science, Izmir institute of technology Turkish.139 p

Ollé M., (2002). Analyse des corps gras DGCCRF, Laboratoire interrégional de Montpellier France, Techniques de l'ingénieur,.pp3325.

Oueslati I (2009). L'huile d'olive vierge (HOV) produite en Tunisie:le potential commercial de la majorité des variétés d'olive dans la zone de Tataouine aride

Oumeddour R., Nigri S., Djerourou A., Selaimia R., Khribeche A. (2011).Label de qualité de l'huile d'olive d'Algérie. Rapport d'activité détaillé, Université de Guelma.

Owen R.W., Mier W., Giacosa A., Hull W.E., Spiegelhalder B., Bartsch H. (2000).Phenolic compounds and squalene in olive oils: the concentration and antioxidant potential of total phenols, single phenols, secoiridoids, lignans and squalene. *Food and Chemical Toxicology* ; 38 : 647-659.

P

Panaro V., Clodoveo M. L., Leone A. and Montel G. L. (2003). Productivité de différentesmethodes de récolte et influence sur la qualité de l'huile d'olive vierge extra. *Olivae*, 98 : 29-35.

Références bibliographiques

Pereira J. A., Casal S., Bento A., Oliveira M.B.P. P. (2002). Influence of olive storage period on oil quality of three portuguese cultivars of *Olea europea*, Cabrançosa, Madural, and Verdeal Transmontana. *Food Chemistry*, Vol.50, pp:6335-6340.

Pereira J.A., Alves M.R., Casal S., Oliveira M.B.P.P.(2004). Effect of olive fruit fly infestation on the quality of olive oil from cultivars Cobrancosa, Madural and Verdeal Transmontana. *Italian Journal of Food Science* 3, 355–365.

Perrin J.,(1992). Minor Components and Natural Antioxidants of Olives and Olive Oils. *Rev. Franç. Corps Gras* 39:25-32.

Petrakis P., Agiomyrgianaki A., Christophoridou S., Spyros A., & Dais, P. (2008). Geographical characterization of Greek virgin olive oils (Cv. Koroneiki) using ¹H and ³¹P NMR fingerprinting with canonical discriminant analysis and classification binary trees. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 56, 3200–3207.

Poisson J.P. et Narce M. (2003). Corps gras alimentaires: aspects chimiques, biochimiques et nutritionnels. In *Lipides et corps gras alimentaires*. Coordonateur, Graille J.. Edition Tec et doc. Lavoisier Paris. pp :1-78.

Pokorny J. (2003). Problème de stabilité des produits alimentaires liés à la présence des lipides. In *Lipides et corps gras alimentaire*, coordonnateur, Jean Graille. ed. Tec et doc., Lavoisier, Paris. pp:51-79.

Psomiadou E., & Tsimidou M. (1999). On the role of squalene in olive oil stability. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47, 4025–4032

Psomiadou E., Tsimidou M. (2002)a. Stability of Virgin Olive Oil. 1. Autoxidation Studies, *J. Agric. Food. Chem.* 50:716-721.

Psomiadou E., Tsimidou M. (2002)b. Stability of Virgin Olive Oil. 2. Photo-oxidation Studies, *J. Agric. Food. Chem.* 50: 722-727.

Psyllakis N., Mikros L. et Kiritsakis A. (1980). Caractéristiques qualitatives de l'huile d'olive

Références bibliographiques

et les facteurs qui influencent sur ces caractéristiques. In : Actes du III^{ème} congrès international sur la valeur biologique de l'huile d'olive.553 -555

R

Rahmani M. (1989). Photo-oxydation des huiles d'olives: influence de la composition chimique.RevuFr.corps gras 36,9/10 :355-360.

Ranalli A., De Mattia G., Ferrante M.L., Giansante L. (1997). Incidence of olive cultivation area on the analytical characteristics of the oil. Note 1. Riv. Ital. Sostanze .Grasse 74,501–508.

Ranalli A., De MattiaG., Patumi M., Proietti P. (1999).Quality of virgin oil as influenced by origin area, Grasa y aceites, Vol.50, N°4, pp : 249-259.

ReiterB.,Lorbeer E.(2001).AnalysisoftheWaxEsterFractionofOliveOilandSunflower OilbyGasChromatographyandGasChromatography -massSpectrometry.JAOCS78:881 - 888.

Rigane G., Boukhris M., Salem R.B., Sayadi S., Bouaaziz M.(2013).Analytical evaluationoftwomonovarietalvirginoliveoilscultivatedinthesouthofTunisia:Jemri-Bouchoukaand Chemlali-Tataouincultivars,J.Sci.FoodAgric.93,1242–1248.

Rivera del Alamo R., G. Fregapane, F. Aranda, et al.(2004). Sterol Compositionof *Cornicabra*Virgin Olive Oil: the Campesterol Content Exceeds the Upper Limit of 4% EstablishedbyEURegulations.*FoodChem.*84:533-537.

Roca M. and Mínguez-Mosquera M.I. (2003). Carotenoid levels during the period of growthand ripening in fruits of different olive varieties (*Hojiblanca*, *Picual* and *Arbequina*). Journal of Plant Physiology, 160: 451–459.

Roehly Y. (2000).La fabrication de l'huile d'olive: étude bibliographique,25p.

RomeroM.P.,MotivaM.J.(2010).Effectofclimaticconditionsonqualityofvirginoliveoil.

Références bibliographiques

In: olives and olive oil in health and disease prevention. First edition 2010. Academic Press in an imprint of Elsevier.

Rosa M. et al. (2004). Interaction of Olive Oil Phenol Antioxidant Components with Low-density Lipoprotein. *Biol Res* 37: 247-252.

Runcio 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 removal, and antracnose attack. *Food Chemistry*, 106: 735–740.

Ryan D., Robardas K. and Lavee S. (1998). Evaluation de la qualité de l'huile d'olive. *Olivae*, 72 : 26-38

Ryan D., Robardas K. (1998). Phenolic compounds in olives *Analyst*, V12, pp: 31R -44R.

S

Salas J.J., Sanchez J., Ramli U.S., Manaf A.M., Williams M. and Harwood J.L. (2000). Biochemistry of lipid metabolism in olive and other oil fruits. *Progress in Lipid Research*, 39: 151-180.

Salvador M.D., Aranda F., Gomez-Alonso S. and Fregapane G. (2000). Quality characteristics of virgin olive oil. *Res. Adv. In Oil Chemistry*, 1: 31-38

Salvador M.D., Aranda F. and Fregapane G. (2001). Influence of fruit ripening on 'Cornicabra' virgin olive oil quality: A study of four successive crop seasons. *Food Chemistry*, 73: 45-53.

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

Références bibliographiques

Samaniego-Sánchez C., Oliveras-López M.J.; Quesada-Granados J.J.; Villalón-Mir M.; López-G-Serrana H. (2012). Alterations in picual extra virgin olive oils under different storage conditions. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.*, 114, 194–204.

Sanchez-casa J., Osorio-Bueno E., Montano-Garcia A.M., Martinez-Cano M. (2004). An HPLC method for the quantification of sterols in edible seaweeds. *Chromatogr.* 18, 183 -190

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

Servili M., Selvaggini R., Esposito S., Taticchi A. et al. (2004). Health and sensory properties of virgin olive oil hydrophilic phenols: Agronomic and technological aspects of production that affect their occurrence in the oil. *J. Chromatogr.* 2004, 1054, 113–127.

Servili M., Esposito S., Fabiani R., Urbani S., Taticchi A., Mariucci F. et al. (2009). Phenolic compounds in olive oil: Antioxidant, health and organoleptic activities according to their chemical structure. *Inflammopharmacology*, 17, 76–84.

Servili M., Taticchi A., Esposito S., Sordini B., Urbani S. (2012). Technological aspects of olive oil production. In : *Olive Germplasm – The olive Cultivation. Table Olive and Olive Oil Industry in Italy.*

Stiti N., Triki S., Hartmann M.A. (2007). Formation of triterpenoids throughout *Olea europaea* fruit ontogeny. *Lipids* 42, 55–67.

Smith T., G. Yang, D. Seril, et al. (1998). Inhibition of 4-(methyl nitrosamino)-1-(3-pyridyl)-1-butanone-induced Lung Tumorigenesis by Dietary Olive Oil and Squalene. *Carcinogenesis* 19: 703-706.

Solinas M. (1992). Les principes d'extraction de l'huile d'olive. *Olivae*, 42.: 31-35.

Soni M.G., Burdock G.A., Christian M.S., Bitler C.M. and Crea R. (2006). Safety assessment of aqueous olive pulp extract as an antioxidant or antimicrobial agent in foods. *Food and Chemical Toxicology*, 44: 903-915.

Références bibliographiques

Stefanoudaki E., Koutsafakis A., Harwood J.L. (2011). Influence of malaxation conditions on characteristic qualities of olive oil. *Food Chem.* 2011, 127, 1481–1486.

T

Tamendjari A., Bellal M.M., Laribi R. and Angerosa F. (2004) a. Impact de l'attaque de *Bactrocera oleae* et du stockage des olives de la variété *Chemlals* sur la qualité de l'huile. *La Rivista Italiana delle Sostanze Grasse*, 81 : 23-27.

Tamendjari A., Bellal M.M. and Angerosa F. (2004) b. Influence of *Bactrocera oleae* infestation on olive oil quality during ripening of *Chemlal* olives. *Italian Journal Food Science*, 16 (3): 345-356.

Tanouti K., Elamrani A., Serghini-Caid H., Khalid A., Bahetta Y., Benali A., Harkous M. et Khier M. (2010). Caractérisation d'huiles d'olive produites dans des coopératives pilotes (la krarma et kenine) au niveau du Maroc oriental. *Les Technologies de Laboratoire*, Vol 5, 18, pp 18-26.

Tanouti K., Serghini-Caid H., Chaleb E., Benalt A., Harkous M., Elamrani A. (2011). Amélioration qualitative d'huiles d'olive produites dans le Maroc Oriental. *Les technologies de laboratoires* ; Vol 6, 18, pp 12-15

Terdazi W. et al. (2010). Etude comparative de la stabilité de l'huile d'olive de la *Picholine* marocaine et de l'*Arbéquine*. *Olivae*, 113: 22- 26

Tsimidou M., Papadopoulos G. and Boskou D. (1992). Phenolic compounds and stability of virgin olive oil – Part I. *Food Chem* 45: 141–144.

Tsimidou M.Z., Georgiou A., Koidis Tassos, Boskou D. (2005). Loss of stability of “veiled” (cloudy) virgin olive oils in storage. *Food Chemistry*; 93: 377-383.

Tsimidou M.Z. (2010). Squalene and Tocopherols in olive oil: importance and methods of analysis in livre.

U

USAID/MAROC.(2006).Variétés d'olives de par le monde (de table et huile) comparaisons scientifiques, ministère de l'agriculture du développement rural, Royaume du Maroc 56 pages

Uzzan A. (1992). Huile d'olive. In : Manuel des corps gras. Ed. Technique et DocumentsLavoisier:221-228

V

Visioli F., Poli A. and Galli C. (2002). Antioxidant and other biological activities of phenols from olives and olive oil. *Medicinal Research Reviews*, 22 (1): 65-75.

Y

Yildirim G. (2009). Effect of storage time on olive oil quality. Degree of master of science. İzmir Institute of Technology, Turkey

Z

Zamora R., Alaiz M. and Hidalgo F.J. (2001). Influence of cultivar and fruit ripening on olive (*Olea europaea*) fruit protein content, composition, and antioxidant activity. *Journal of Agricultural Food Chemistry*, 49: 4267-4270.

Zarrouk M., Marzouk B., Ben Miled Daoud D. and Chérif A. (1996). Accumulation de la matière grasse de l'olive et l'effet du sel sur sa composition. *Olivae*, 61 : 41-45.

Zunin P., Boggia R., Lanteri S., Leardi R., De Androis R. and Evangelisti F. (2004). Direct thermal extraction and gas chromatographic-mass spectrometric determination of volatile compounds of extra-virgin olive oils. *Journal of chromatography A*, 1023: 271-276.

Annexe 1 : Détermination de l'acidité libre

- **Matériel** : Matériel courant de laboratoire, et notamment:

- Balance analytique ;
- Fiole conique de 250 millilitres de capacité ;
- Burette de 10 millilitres de capacité, graduée en 0,05 millilitre.

- **Réactifs**

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue et l'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de pureté équivalente.

- Oxyde diéthylique éthanol à 95 % (V/V), mélange 1-1 en volume.
- Hydroxyde de potassium, solution éthanolique titrée (KOH) à 0,1 mole par litre
- Phénolphaléine, solution à 10 grammes par litre dans l'éthanol à 95-96 % (V/V)

- **Mode opératoire**

Prélever une prise d'essai de 2,5 g dans une fiole conique et la dissoudre dans 50 millilitres du mélange oxyde diéthylique/éthanol préalablement neutralisé. Titrer, en agitant, avec la solution d'hydroxyde de potassium à 0,1 mole par litre jusqu'au virage de coloration rose persistante durant au moins 10 secondes.

Annexe 2: Détermination de l'indice de peroxyde :

- **Matériel**

Les équipements utilisés doivent être exempts de toute trace de substances oxydantes ou réductrices.

- Cuillère en verre de 3 millilitres ;
- Fioles d'environ 250 millilitres, avec col et bouchons rodés, séchées au préalable ;
- Burette de 25 ou 50 millilitres avec graduations de 0,1 millilitre.
- Balance analytique

- **Réactifs**

- Chloroforme de qualité analytique, exempt d'oxygène (ce dernier ayant été éliminé par barbotage d'un courant de gaz inerte, sec et pur) ;
- Acide acétique glacial de qualité analytique, exempt d'oxygène (ce dernier ayant été éliminé par barbotage d'un courant de gaz sec et pur) ;

- Iodure de potassium en solution aqueuse saturée de préparation récente, exempte d'iode et d'iodates ;
- Solution aqueuse de thiosulfate de sodium 0,001 N, soigneusement normalisée juste avant l'emploi ;
- Solution d'amidon (dispersion aqueuse de 10 grammes par litre) récemment préparée à partir d'amidon naturel soluble.

- **Mode opératoire**

Veiller à ce que l'échantillon soit prélevé et stocké hors de la lumière, conservé au frais et enfermé dans des conteneurs de verre remplis entièrement et fermés hermétiquement à l'aide de bouchons de liège ou de verre rodé.

L'essai doit être réalisé sous une lumière diffuse (lumière du jour) ou artificielle. Dans une cuiller en verre ou, à défaut, dans une fiole, peser, à 0,001 gramme près, une masse de 1,2 à 2,0 g de l'échantillon à analyser ;

Déboucher une fiole et introduire la cuiller en verre contenant la prise d'essai. Ajouter 10 millilitres de chloroforme. Dissoudre rapidement la prise d'essai en agitant. Ajouter 15 millilitres d'acide acétique puis 1 millilitre de solution d'iodure de potassium. Remettre le bouchon rapidement,

Agiter pendant une minute et laisser reposer pendant exactement 5 minutes à l'abri de la lumière et à une température de 15 à 25 °C.

Ajouter environ 75 millilitres d'eau distillée. Titrer l'iode libéré avec la solution de thiosulfate de sodium 0,001 N tout en gitant vigoureusement et en employant la solution d'amidon comme indicateur.

Effectuer simultanément un essai à blanc. Si le résultat de ce dernier excède 0,05 millilitre de solution de thiosulfate de sodium 0,001 N, remplacer les réactifs impurs.

Annexe 3 : Détermination de l'extinction spécifique dans l'ultraviolet.

- **Matériel**

- Spectrophotomètre pour mesure des extinctions dans l'ultraviolet entre 23nm et 270 nm, avec possibilité de lecture pour chaque unité nanométrique. (figure 1)
- Cuves de quartz prismatique, de parcours optique de 1 centimètre.
- Fioles jaugées de 100 millilitres.



Figure 1: Spectrophotomètre UV-Visible

- **Réactifs**
 - cyclohexane pur pour spectrophotomètre
- **Mode opératoire**
 - L'échantillon examiné doit être parfaitement homogène et exempt d'impuretés en suspension.
 - Peser exactement 1 gramme de l'échantillon dans une fiole jaugée de 100 millilitres, compléter avec cyclohexane et homogénéiser
 - Remplir une cuve en quartz prismatiques avec la solution obtenue et mesurer les extinctions, en utilisant comme référence le solvant employé (cyclohexane pour spectrométrie), aux longueurs d'onde 232 nm et 270 nm.

Annexe 4: Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles

- **Matériel**
 - capsule à fond plat en métal non attaquant dans les conditions de l'essai ou en verre, permettant d'obtenir une répartition de la prise d'essai d'environ 0,2g/cm²
 - Etuve électrique à contrôle thermostatique et avec une bonne aération naturelle réglable de façon que la température de l'air et des plateaux porte – échantillons, au voisinage des prises d'essai, soit comprise, en régime normal, entre 101°C et 105°C
 - Dessiccateur : contenant un agent déshydratant efficace tel que l'oxyde de phosphore ou le silicagel.
 - Balance analytique
- **Mode opératoire**

Introduire dans une capsule à fond plat préalablement séchée et tarée, à 1 mg près, 10g de l'huile, la répartir uniformément sur tout le fond de la capsule.

Placer la capsule contenant la prise d'essai dans l'étuve de type *MEMMERT* préalablement réglée à $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$. Fermer l'étuve. Maintenir la capsule durant une heure dans l'étuve.

Laisser refroidir dans le dessiccateur jusqu'à la température ambiante, puis peser à 0,001 g près. Répéter les opérations de chauffage, de refroidissement et de pesée, mais avec des séjours successifs dans l'étuve de 30 min chacun, jusqu'à l'obtention d'un poids fixe.

Annexe 5: Evaluation organoleptique de l'huile d'olive vierge

Objet

La présente méthode Internationale a pour but d'établir la procédure pour évaluer les caractéristiques organoleptiques de l'huile d'olive vierge et la méthode pour son classement sur la base de ces caractéristiques.

Domaine d'application

La méthode décrite n'est applicable qu'aux huiles d'olive vierges et à leur classement en fonction de l'intensité des défauts perçus et du fruité, déterminée par un groupe de dégustateurs sélectionnés, entraînés, testés et constitués en jury.

Cette méthode contient également des indications pour un étiquetage optionnel.

Vocabulaire spécifique à l'huile d'olive vierge

Attributs négatifs

- **Chômé/Lies** : Flaveur caractéristique de l'huile tirée d'olives entassées ou stockées dans des conditions telles qu'elles se trouvent dans un état avancé de fermentation anaérobie ou de l'huile restée en contact avec les « boues » de décantation, ayant elles aussi subi un processus de fermentation anaérobie, dans les piles et les cuves.
- **Moisi – humide**: Flaveur caractéristique de l'huile obtenue d'olives attaquées par des moisissures et des levures suite à un stockage des fruits pendant plusieurs jours dans l'humidité ou de l'huile obtenue d'olives ramassée avec de la terre ou boueuses et non lavées.
- **Vineux-vinaigré**: Flaveur caractéristique de certaines huiles rappelant le vin ou le

vinaigre.

- **Acide-aigre:** Elle est due fondamentalement à un processus de fermentation aérobie des olives ou des restes de pâte d'olive dans des scourtins qui n'auraient pas été correctement lavés, de qui donne lieu à la formation d'acide acétique, d'acétate d'éthyle et d'éthanol.
- **Rance:** Flaveur des huiles ayant subi un processus d'oxydation intense.
- **Olive gelée (Bois humide):** Flaveur caractéristique d'huiles extraites d'olives ayant fait l'objet d'un processus de congélation sur l'arbre.

Autres attributs négatifs

- **Cuit ou brûlé:** Flaveur caractéristique des huiles qui tire son origine d'un réchauffement excessif et/ou prolongé au cours de son obtention et tout particulièrement pendant le thermo-malaxage de la pâte, si celui-ci est réalisé dans des conditions thermiques inappropriées.
- **Foin - bois:** Flaveur caractéristique de certaines huiles provenant d'olives sèches.
- **Grossier:** Sensation bucco-tactile dense et pâteuse produite par certaines vieilles huiles.
- **Lubrifiants:** Flaveur de l'huile qui rappelle celle du gazole, de la graisse ou de l'huile minérale.
- **Margines :** Flaveur acquise par l'huile à la suite d'un contact prolongé avec les eaux de végétation qui ont subi des processus de fermentation.
- **Métallique:** Flaveur qui rappelle les métaux. Elle est caractéristique de l'huile qui est demeurée longtemps en contact avec des surfaces métalliques, au cours des processus de broyage, de malaxage, de pression ou de stockage.
- **Saumure:** Flaveur de l'huile obtenue d'olives conservées en saumure.
- **Sparte:** Flaveur caractéristique de l'huile obtenue d'olives pressées dans des scourtins en sparte neuf. La flaveur peut être différente selon qu'il s'agit de scourtins fabriqués à partir de sparte vert ou de sparte sec.
- **Ver :** Flaveur de l'huile issue d'olives ayant subi une forte attaque de larves de la mouche de l'olive (*Bactrocera Oleae*).
- **Concombre:** Flaveur de l'huile qui se produit à la suite d'un conditionnement hermétique excessivement prolongé, notamment dans des récipients en fer-blanc, et qui est attribuée à la formation de 2-6 nonadiénal.

Attributs positifs

- **Fruité:** Ensemble des sensations olfactives caractéristiques de l'huile, dépendant de la variété des olives, provenant de fruits sains et frais, verts ou mûrs, perçues par voie directe et/ou rétronasale.
- **Amer:** Goût élémentaire caractéristique de l'huile obtenue d'olives vertes ou au stade de la véraison, perçu par les papilles caliciformes formant le V lingual.
- **Piquant:** Sensation tactile de picotement, caractéristique des huiles produites au début de la campagne, principalement à partir d'olives encore vertes pouvant être perçu dans toute la cavité buccale, en particulier dans la gorge.

Attributs positifs (fruité, amer et piquant) : en fonction de l'intensité de leur perception

- **Intense**, lorsque la médiane de l'attribut est supérieure à 6,0 ;
- **Moyen**, lorsque la médiane de l'attribut est comprise entre 3,0 et 6,0 ;
- **Léger**, lorsque la médiane de l'attribut est inférieure à 3,0.

Utilisation de la feuille de profil par le dégustateur

La feuille de profil à utiliser par le dégustateur est représentée par la figure 2.

Chaque dégustateur faisant partie du jury doit flairer, puis déguster l'huile soumise à examen. Il doit ensuite porter, sur les échelles de 10 cm de la feuille de profil à sa disposition, l'intensité à laquelle il perçoit chacun des attributs négatifs et positifs.

Au cas où des attributs négatifs non énumérés seraient perçus, ceux-ci doivent être portés sous la rubrique « autres » en employant le ou les termes les décrivant avec le plus de précision parmi ceux défini

Utilisation des données par le chef de jury

Le chef de jury doit recueillir les feuilles de profil remplies par chacun des dégustateurs, il doit contrôler les intensités assignées aux différents attributs. Dans l'hypothèse d'une anomalie constatée, il demandera au dégustateur de réviser sa feuille de profil et, si nécessaire, de répéter l'essai.

Le chef de jury doit introduire les données de l'évaluation de chaque juge sur un logiciel en vue du calcul statistique des résultats de l'analyse, basés sur le calcul de leur médiane.

La valeur du coefficient de variation robuste qui définit le classement (défaut perçu avec l'intensité la plus forte et le fruité) ne doit pas être supérieure à 20,0 %.

Si la valeur de ce coefficient de variation robuste est supérieure à 20,0 %, le chef de jury devra répéter l'évaluation de l'échantillon concerné lors d'une autre séance de dégustation.

Calcul des paramètres statistiques

- **Médiane** : La médiane représente la valeur centrale d'une série ordonnée de nombres impairs, ou bien la moyenne des deux valeurs centrales d'une série ordonnée de nombres pairs.
- **Ecart-type robuste** : La formule de l'écart type asymptotique S dépend du N et IQR. N est le nombre d'observations et IQR l'intervalle interquartile

$$S = \frac{1,25 \text{ IQR}}{1,35 \sqrt{N}}$$

Où : IQR = 75° percentile – 25° percentile.

- **Coefficient de variation (%) robuste** :

$$\text{CVR} = \frac{S \times 100}{\text{Me}}$$

Le CVR représente le pourcentage de variabilité de la série de nombres analysée par rapport à la valeur Me de la médiane; pour cette raison, ce coefficient est très utile pour vérifier la fiabilité des membres du jury.

FEUILLE DE PROFIL DE L'HUILE D'OLIVE VIERGE

INTENSITÉ DE PERCEPTION DES DEFAUTS :

Chômé /lies _____

Moisi-humidité-terre _____

Vineux-Vinaigré _____
Acide-Aigre _____

Olives gelées (Bois humide) _____

Rance _____

Autres attributs négatifs _____

Métallique <input type="checkbox"/>	Foi <input type="checkbox"/>	Ver <input type="checkbox"/>	Grossier <input type="checkbox"/>
Saumure <input type="checkbox"/>	Cuit ou brûlé <input type="checkbox"/>	Margines <input type="checkbox"/>	
Sparte <input type="checkbox"/>	Concombre <input type="checkbox"/>	Lubrifiants <input type="checkbox"/>	

INTENSITÉ DE PERCEPTION DES ATTRIBUTS POSITIFS :

Fruité _____

Vert Mûr

Amer _____

Piquant _____

Nom du dégustateur :

Code

Code de l'échantillon :

dégustateur :

Signature :

Date :

Observation

Figure 2: Feuille de profil de l'huile d'olive vierge

Annexe 6 : Préparation des esters méthylique d'acide gras**• Réactifs :**

- Hexane ou cyclohexane pour chromatographie.
- Hydroxyde de potassium, solution méthanolique d'environ 2 N: dissoudre 11,2 g d'hydroxyde de potassium dans 100 ml de méthanol.
- Ajouter 3 ml d'hexane et agiter

• Matériel :

- Tubes à vis avec un bouchon muni d'un joint.
- Pipettes graduées ou automatiques de 5 ml et 0,5 ml.
- Balance analytique

• Mode opératoire :

- Peser 0.2 g d'huile dans un tube à vis
- Ajouter 3 ml d'hexane et agiter
- Ajouter 0.4 ml de la solution de potasse méthanoïque (2N)

Annexe 7: Analyse des esters méthyliques par CPG**• Appareillage**

Chromatographe en phase gazeuse approprié au fonctionnement sur colonne capillaire, de marque *Agilent technologies modèle 6890 N* (figure 3)

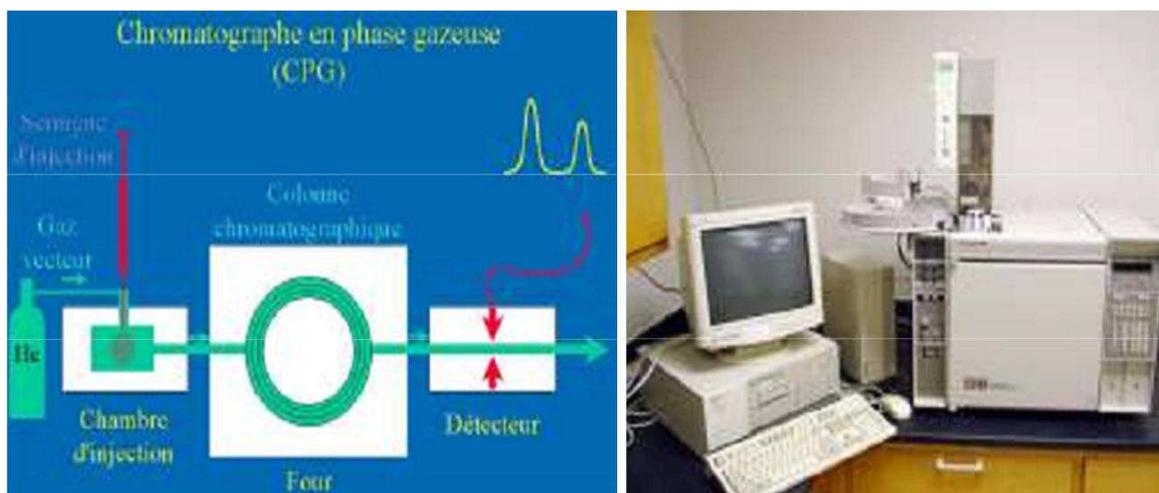


Figure 3: Le chromatographe en phase gazeuse et schéma de son principe de fonctionnement

• Réactifs

- Gaz vecteur: hydrogène pur pour chromatographie ;

- Gaz auxiliaire: air et hydrogène pour chromatographie ;
- Échantillons de référence: esters méthyliques d'acides gras purs.

- **Conditions opératoires**

Les conditions opératoires générales sont les suivantes:

- Température de la colonne de 150 à 200°C, éventuellement température programmée (par ex. 165°C pendant 15 minutes, puis augmentation de 5°C/min. jusqu'à la température de 200°C);
- Température de l'injecteur (Split): 250°C;
- Température du détecteur à ionisation de flamme (FID): de 260 à 280°C;
- Débit de gaz vecteur (hydrogène): 1,2 ml/min;
- Quantité de la substance injectée: 0.8µl de solution.
- Colonne capillaire en silice fondue, au diamètre intérieur de 0,32 mm, de 30 m de long, recouverte de DB wax avec une épaisseur de 0,2 µm comme phase fixe
- Enregistreur-intégrateur approprié au fonctionnement avec le convertisseur amplificateur, avec un temps de réponse non supérieur à 1 seconde et une vitesse de déroulement du papier variable.

- **Mode opératoire**

A l'aide de la micro-seringue introduire 0.8µl de solution, injecter rapidement, puis extraire lentement l'aiguille au bout de 5 secondes. Procéder à l'enregistrement jusqu'à élution complète des esters méthyliques présents. Le tracé de la ligne de base doit toujours répondre aux conditions requises

- **Identification des pics** (figure 4)

Les esters méthyliques des acides gras apparaissent sur le chromatogramme selon une progression qui est fonction directe de leur nombre d'atomes de carbone. Les esters insaturés sont élués après les esters saturés correspondants et leur élution est fonction directe du nombre de doubles liaisons. Les esters des acides gras trans sont élués avant les isomères cis correspondants.

L'identification des esters méthyliques individuels est effectuée ensuite à travers la mesure des temps de rétention qui sont comparés aux temps de rétention de mélanges de référence. Un exemple de chromatogramme est donné en figure

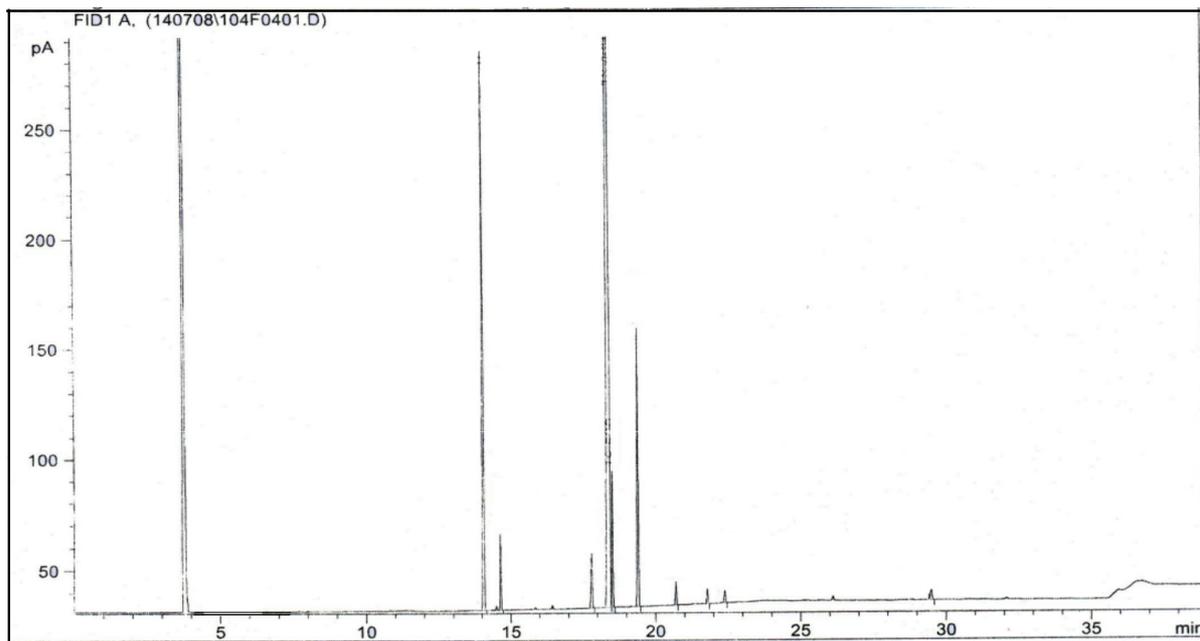


Figure 4 : Chromatogramme des acides gras d'un échantillon d'huile d'olive.

Annexe 8 : Détermination de la teneur en chlorophylle

- **Matériel**

- Spectrophotomètre
- Cuve en quartz 1 cm.

- **Réactifs**

- Cyclohexane pour spectrophotomètre

- **Mode opératoire**

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

Annexe 9: Détermination de la teneur en composés phénoliques

- **Matériel :**

- Spectrophotomètre UV.
- Cuve en quartz 1 cm.
- Tubes à vis
- Pipettes de 1ml
- Pipettes de 5 ml

- **Réactifs**

- Hexane pur.
- solution aqueuse de méthanol /eau 60/40 (V/V)
- Réactif Folin Ciocalteu
- solution de carbonate de bicarbonate de sodium à 35%
- Acide gallique : solution standardisée
- Eau distillée.

- **Mode opératoire**

- **Courbe d'étalonnage** (figure 5)

- Préparer une solution mère d'acide gallique à une concentration de 200 mg/kg (dans une solution de méthanol/eau 60/40)
- Préparer à partir de la solution mère, des solutions diluées de 5 ml aux concentrations 25 mg/kg, 50 mg/kg, 100 mg/kg, 150 mg/kg, et 200 mg/kg
- Ajouter à chaque solution successivement 0,5 ml de folin ciocalteu, 5ml d'eau distillée et 1ml d'une solution de bicarbonate de sodium à 35 %;
- Laisser à l'obscurité pendant deux heures ensuite mesurer l'absorbance à 725 nm
- Réaliser un essai à blanc

- **Extraction des composés phénoliques**

- Peser 25g d'huile dans un tube à vis, ajouter successivement 5 ml d'hexane et 5 ml de méthanol/eau (60/40, V/V);
- Agiter vigoureusement durant 2 min;
- Laisser reposer jusqu'à séparation de deux phases distinctes et non miscible

- **Détermination de la teneur en phénols totaux**

- Au moyen d'une pipette graduée, la phase aqueuse méthanol/eau (5ml) est pipetée puis placée dans un autre tube à vis;
- Ajouter ensuite successivement 0,5 ml de folin ciocalteu, 5ml d'eau distillée et 1ml d'une solution de bicarbonate de sodium à 35 %;
- Laisser au repos et à l'abri de la lumière pendant deux heures.
- Mesurer l'absorbance à 725nm contre un essai à blanc.

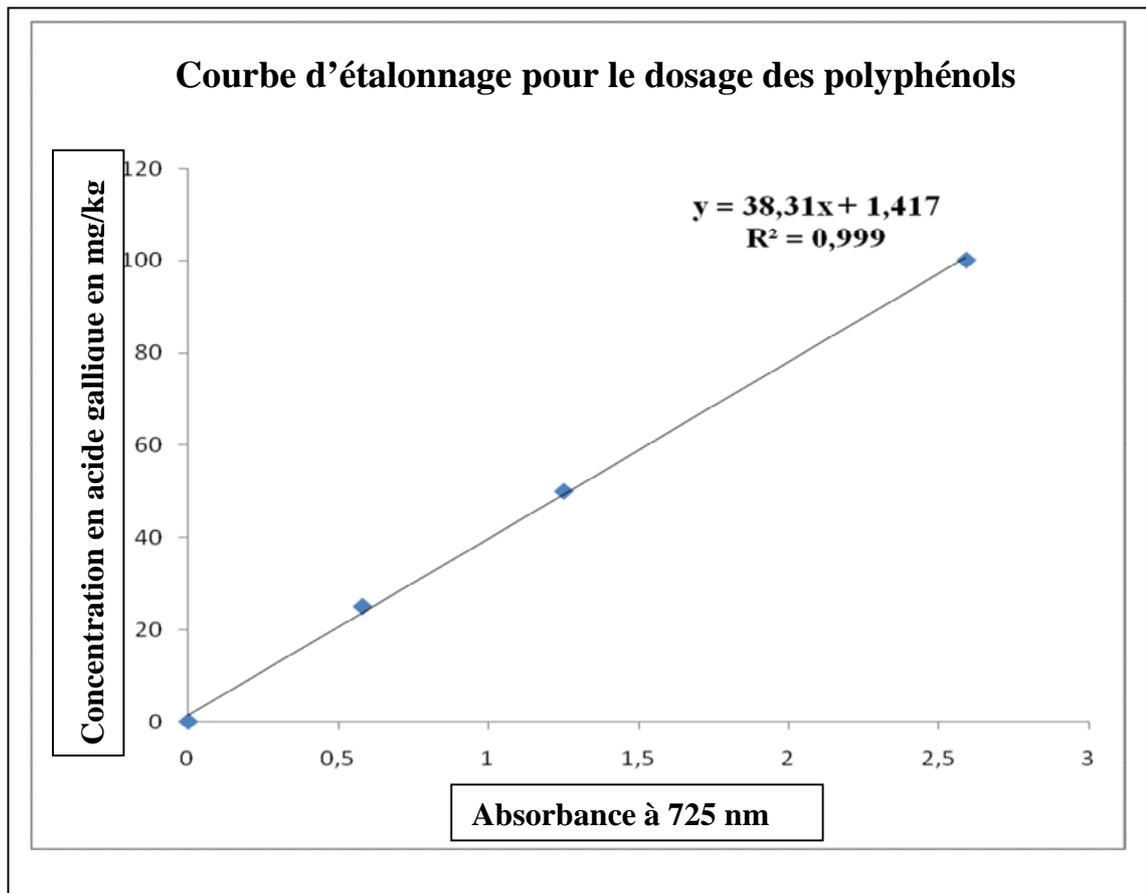


Figure 5: Courbe d'étalonnage pour dosage des polyphénols

Annexe 10 : Test de stabilité oxydative

- **Matériel**

Appareil rancimat

- **Mode opératoire**

- Peser 3.5g d'huile d'olive

- Régler l'appareil Rancimat 743 à une température de $98 \pm 1.6^\circ\text{C}$ et avec une circulation

d'air de 10 l/h.

- Introduire l'échantillon d'huile dans l'appareil Rancimat 743.

Annexe 11 : Résultats de l'acidité des huiles analysées

N° échantillon	A (%)	Code	A (%)	Code	A (%)
1	1,69	6	0,28	11	0,28
2	0,62	7	0,67	12	0,22
3	1,13	8	0,50	13	0,40
4	0,79	9	0,33	14	0,20
5	0,79	10	1,40	15	0,70

Annexe 12: Résultats de l'indice de peroxyde des huiles analysées

N° échantillon	IP (meq O ₂ /kg)	N° échantillon	IP (meq O ₂ /kg)	N° échantillon	IP (meq O ₂ /kg)
1	11,5	6	3,90	11	4,55
2	4,71	7	5,25	12	5,28
3	4,88	8	4,70	13	8,94
4	4,86	9	5,46	14	5,70
5	7,48	10	10,25	15	9,29

Annexe 13: Résultats de l'extinction spécifique à 232 nm et 270 nm des huiles analysées

N° échantillon	E 232	E 270	N° échantillon	E 232	E 270	N° échantillon	E 232	E 270
1	3,04	0,30	6	1,80	0,11	11	1,85	0,17
2	2,73	0,24	7	1,66	0,14	12	2,30	0,22
3	2,24	0,21	8	2,10	0,15	13	2,34	0,15
4	1,89	0,15	9	1,94	0,17	14	2,50	0,21
5	1,67	0,13	10	3,10	0,29	15	2,40	0,20

Annexe 14 : Résultats de la teneur en eau des huiles analysées

N° échantillon	Teneur en eau (%)	N° échantillon	Teneur en eau (%)	N° échantillon	Teneur en eau (%)
1	0,10	6	0,13	11	0,10
2	0,08	7	0,14	12	0,11
3	0,09	8	0,20	13	0,20
4	0,06	9	0,13	14	0,20
5	0,03	10	0,17	15	0,10

Annexe 15 : Résultats de la teneur en chlorophylle des huiles analysées

N° échantillon	Chlorophylle (mg/kg)	N° échantillon	Chlorophylle (mg/kg)	N° échantillon	Chlorophylle (mg/kg)
1	0,74	6	0,33	11	2,11
2	3,36	7	3,16	12	0,48
3	1,89	8	6,63	13	1,84
4	1,29	9	1,32	14	1,14
5	2,90	10	1,89	15	2,78

Annexe 16 : Résultats de la teneur en caroténoïdes des huiles analysées

N° échantillon	Caroténoïdes (mg/kg)	N° échantillon	Caroténoïdes(mg/kg)	N° échantillon	Caroténoïdes (mg/kg)
1	0,67	6	1,01	11	1,78
2	1,77	7	1,80	12	0,93
3	1,40	8	3,31	13	1,09
4	0,65	9	1,03	14	0,84
5	1,73	10	0,73	15	1,72

Annexe 17 : Résultats de la teneur en polyphénols totaux des huiles analysées

N° échantillon	Polyphénols totaux (mg/kg)	N° échantillon	Polyphénols totaux (mg/kg)	N° échantillon	Polyphénols totaux (mg/kg)
1	27,45	6	115,56	11	73,03
2	38,92	7	53,94	12	42,35
3	59,78	8	90,87	13	43,42
4	53,23	9	32,35	14	40,97
5	48,84	10	14,65	15	60,91

Annexe 18 : Résultats de la stabilité oxydative des huiles analysées en heures

N° échantillon	Stabilité oxydative (h)	N° échantillon	Stabilité oxydative (h)	N° échantillon	Stabilité oxydative (h)
1	2,54	6	16,25	11	8,50
2	3,63	7	6,18	12	4,65
3	6,88	8	12,71	13	4,77
4	6,00	9	3,00	14	4,49
5	5,40	10	1,50	15	7,00

Evaluation de la qualité physico-chimique et organoleptique d'huiles d'olives vierges extra produites en Algérie durant la campagne oléicole 2017/2018

Dans la présente étude, l'intérêt est donné aux huiles d'olives vierges extra en évaluant d'une part, leurs caractéristiques physicochimiques et d'autre part, leurs caractéristiques organoleptiques. Ceci dans le but de déterminer la conformité de ces huiles d'olives par rapport aux normes internationales.

Ainsi et sur la base des résultats de l'analyse des critères de qualité de quinze échantillons d'huile d'olive vierges extra, 70% appartiennent à la catégorie vierge extra et 30% à la catégorie vierge courante.

L'analyse de la composition chimique des huiles a permis de constater que Les huiles produites se caractérisent par des teneurs faibles en composés mineurs, principalement les composés phénoliques et les chlorophylles. Une baisse de ces derniers est en effet responsable de la perte de la qualité sensorielle de l'huile et de la diminution de la stabilité oxydative limitant ainsi sa durée de conservation dans le temps et compromettant sa commercialisation (voir exportation).

Mots-clés : [huile d'olive vierge extra ,qualité, Caractéristiques organoleptiques, Caractéristiques physicochimiques, ...]

Assessment of the physico-chemical and organoleptic quality of extra virgin olive oils produced in Algeria during the 2017/2018 olive growing season

In the present study, the interest is given to extra virgin olive oils by evaluating, on the one hand, their physicochemical characteristics and, on the other hand, their organoleptic characteristics. This is to determine the compliance of these olive oils with international standards.

Thus and on the basis of the results of the analysis of the quality criteria of fifteen samples of extra virgin olive oil, 70% belong to the extra virgin category and 30% to the current blank category.

Analysis of the chemical composition of the oils has shown that the oils produced are characterized by low levels of minor compounds, mainly phenolic compounds and chlorophylls. A drop in the latter is indeed responsible for the loss of sensory quality of the oil and the reduction of oxidative stability thus limiting its shelf life over time and compromising its marketing (see export).

Keywords: [Extra virgin olive oil, quality, Organoleptic characteristics, Physicochemical characteristics, ...]