

Remerciements

Nous tenons à remercier le bon dieu de nous avoir donnés le courage pour mener à terme ce modeste travail.

Nous voudrions exprimer nos vives gratitudee et nos sincères remerciements à :

Monsieur **SADOUDI RABAH** pour m'avoir proposé ce sujet ainsi que pour son soutien, son aide, sa disponibilité

A Madame HADJAL MARIEM: D'avoir accepté de présider notre jury

Mr BENGANA e : d'avoir acceptés d'examiner notre travail.

Monsieur Metna BOUSSAD : pour son soutien, son aide, sa disponibilité

Tous les membres du laboratoire des analyses physico-chimiques de département biologie à l'UMMTO.

Enfin, Nos remerciements s'adressent à nos familles et amis (es) pour leurs soutiens et encourage

Un grand merci toutes les personnes ayant contribué de près ou de loin à l'accomplissement de ce travail.

Merci

Dedicaces

Je dédie ce travail à :

Mes précieux parents à qui je dois le mérite d'en arriver là, qu'ils trouvent ici L'expression de ma profonde gratitude et mon affection

MON très cher frère Tahar et sa femme Abir et son petit fils Racime

je le remercie pour son soutiens sur tous les plans

Ma très chère sœur djidji et son marie Malek et ces enfants Racha Anais et yanni

A Mon Frère Moustafa

A tous les enseignants du département d'Agronomie ainsi que tous les responsables de l'UMMTO.

A ceux qui me sont très chers et qui m'ont aidé de près ou de loin à finaliser ce travail.

Yamina



Liste des abréviations

AFNOR : Association française de normalisation

AG : Acide gras.

AGE : Acide gras essentiel

AGI : Acide gras insaturé.

AGL: Acide gras libre.

AGMI : Acide gras mono insaturé

AGPI : Acide gras polyinsaturé

FAO: Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture

ISO : International Standards Organisation.

R° : Radical libre d'acide gras

MG : Matière grasse

ROO° : Radical proxy

ROOH: Hydroperoxyde

Sen: Sensibilisateur

TG: Triglycerides

ANOVA: Analyse of variance

COI : Conseil Oléicole International

AI : Indice d'acidité

Meq : Milliéquivalent

Liste des Figures

N°	Titre	page
1	Répartition des oliviers dans la région méditerranéenne	4
2	Extraction par presse (méthode traditionnelle)	17
3	Diagramme expérimental	30
4	Evaluation de la couleur d'huile étudié après 60 Jours de stockage	38
5	Evolution de l'humidité des huiles stockées en fonction de la durée de stockage	39
6	Evolution de la densité des huiles stockées en fonction de la durée de stockage	42
7	Evolution de viscosité des huiles stockées en fonction de la durée de stockage	44
8	Evolution de l'acidité des huiles stockées en fonction de la durée de stockage	47
9	Evolution de l'indice de peroxyde des huiles stockées en fonction de la durée de stockage	49
10	Evolution de l'indice d'iode des huiles stockées en fonction de la durée de stockage	51
11	Evolution de teneur en composé phénolique en fonction de la durée de stockage	52
12	Evolution des teneurs en chlorophylle en fonction de la durée de stockage	53

Liste des tableaux

N°	Titre	Page
I	Classification botanique de l'olivier	2
II	Composition en acide gras d'une huile d'olive	9
III	Les principales altérations que peuvent subir les corps gras	22
IV	Variation de l'humidité des d'huiles stocké en fonction du type de stockage	38
V	Variation de Densité des huiles stockées en fonction de type de stockage	40
VI	Analyse de la variance de la densité	41
VII	Variation de la viscosité des huiles stockées en fonction de type de stockage	41
VIII	Analyse de la variance de la viscosité	42
IX	Variation de L'indice d'acidité des huile stocker en fonction de type de stockage	43
XI	Analyse de la variance de l'acidité	45
XII	Variation de l'indice de peroxyde des l'huiles stockée en fonction de type de stockage	45
XIII	Analyse de la variance de l'indice de peroxyde	47
XIV	Variation de l'indice d'iode des huiles stocké en fonction de type de stockage	48
XV	Analyse de la variance de L'indice d'iode	49
XVI	Variation de la teneur en composé phénolique des huiles stockée en fonction de type de stockage	50
XVII	Analyse de la variance des composés phénolique	51
XVIII	Variation de la teneur en chlorophylle des huiles stocké en fonction de type de stockage	52
XIX	Analyse de la variance des chlorophylles	53

Table des matières

Liste des abréviations.

Liste des figures.

Liste des tableaux

Introduction 1

Partie bibliographique

Chapitre I : Généralités sur l'olivier

I.1.Origine	2
I.2.Classification botanique	2
I.3.Description de l'olivier.....	3
I.4.Répartition géographique des oliviers	3
I.4.1.Dans le monde	3
I.4.2.En Algérie	4
I.5.L'olive	5
I.5.1.Variétés d'olives	5
I.5.1.1.Olives à huile	5
I.5.1.2 .Olives de table	5
I.5.1.3.Olives mixtes	5
I.6.Huile d'olive	6
I.6.1.Définition	6
I.6.2.Les différents types	6
I.6.2.1.Huiles d'olive vierges	6
I.6.2.2.Huile d'olive vierge raffinée	7

I.6.2.3.Huile de grignon d'olive	7
I.7.Composition chimique de l'huile d'olive	8
I.7.1.Fraction saponifiable	8
I.7.1.1 Les Acides gras	8
I.7.1.2. Les Triglycérides	10
I.7.2.Fraction insaponifiable	10
I.7.2 .1. Les stérols	11
I.7.2.2.Les composés phénolique	11
I.7.2.3.Les tocophérols	12
I.7.2.4.Les hydrocarbures	12
I.7.2.5. Les pigments colorante	12

Chapitre II : Transformation des d'olive et les principaux facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive

II.1.Technologie d'extraction.....	14
II.1.1.La récolte des olives	14
II.1.2.Stockage	14
II.1.3.Défoliation et lavage des olives	15
II.1.4.Broyage	15
II.1.5.Malaxage	16
II.1.6.Extraction	16
II.1.7.Préservation	19
II.2.Principaux facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive	20
II.2.1.Effet du cultivar	20

II.2.2.Effet du climat	20
II.2.4.Effet des ravageurs et des maladies	20
I.2.3.Effet de la maturation des olives	20
II.2.5.Effet du la durée de stockage des olives	20
II.2.6.Effet du système d'extraction	21

Chapitre III : Dégradation de l'huile d'olive

III.1.Types d'altération des lipides	22
III.1.1.Hydrolyse	23
III.1.2.Oxydation	23
III.1.3.Altération thermique.....	23
III.2.Mécanismes réactionnels de l'auto-oxydation	23
III.2.1.Initiation	23
III.2.2.Propagation	24
III.2.3.Terminaison	24
III.3.Nature et rôle des antioxydants	25
III.3.1.Chlorophylles	25
III.3.2.Les Antioxydants phénoliques	26
III.3.2.1.Tocophérols.....	26
III.5.Impact de l'oxydation des lipides	27
III.5.1.Impact nutritionnel et organoleptique	27
III.5.2.Impact sanitaire.....	27
III.5.3.Impact économique	27

Partie expérimentale

Matériel et méthodes

I. Objectif de l'étude	29
II. Conduite expérimentale.....	29
II.1.Choix de l'huile.....	29
II.2.Echantillonnage	29
III. Analyses physico-chimiques.....	29
III.1. Indices physiques.....	31
III.1.1.Teneur en eau (H%).....	31
III.1.2.Densité	31
III.1.3.Viscosité	32
III.2.Indices chimiques	33
III.2.1.Indice d'acide	33
III.2.2.Indice de peroxyde	34
III.2.3.Indice d'iode	34
III.2.4. Dosage des chlorophylles	35
III.2.5. Dosage des polyphénols totaux	36
IV. Analyse statistique	36

Résultats et discussion

I.Evaluation du degré d'altération de l'huile pendant le stockage	37
II.1.Evolution des paramètres physiques	37
II.1.1.Couleur	37
II.1.2.Teneur en eau	38
II.1.3. Densité	39
II.1.4.Viscosité	41
II.2.Evolution des paramètres chimiques	
II.2.1.Acidité	43
II.2.2.Indice de peroxyde	45
II.2.3.Indice d'iode	48
II.2.4.Polyphénols totaux	49
II.2.5.Chlorophylles	52
Conclusion générale	54

Références bibliographiques

Annexes

Résumé

Introduction

Introduction

Les huiles végétales jouent un rôle essentiel dans l'alimentation de l'homme. Ils sont indispensables au bon fonctionnement de l'organisme et contribuent à l'apport d'énergie. C'est une source privilégiée d'une part de macronutriments essentiels, notamment en acide linoléique « oméga 6 » en acide α -linoléique et micronutriments, tels que la vitamine E et les phytosterols d'autre part (*PIERRO, 2010*).

Elles contribuent aussi à la qualité organoleptique des produits, leur apportant une texture onctueuse, crémeuse, fondante, un aspect brillant et une saveur spécifique. Elles assurent également des fonctions technologiques, en particulier comme moyens de transfert de chaleur en cuisson (exemple des huiles de friture), agents d'enrobage et de démoulage ou comme supports d'arômes et de colorants lipophiles (*CUVELIER et MAILLARD, 2012*).

Cependant, la qualité de l'huile dépend essentiellement de sa composition chimique, le maintien de ces vertus dépend des conditions de leur production et de conservation. En effet, les divers éléments constitutifs de ces aliments gras peuvent subir diverses altérations.

Parmi ces dernières, on cite les altérations hydrolytiques, oxydatives et de polymérisation. Les réactions d'oxydation, selon leur ampleur, peuvent diminuer la valeur nutritionnelle, altère le goût, modifie la texture et l'aspect de la denrée alimentaire; elle peut, même, réduire sa durée de conservation et limiter les vertus de ses lipides dans les aliments fonctionnels (*FERGUENE, 2015*)

C'est dans cette optique que s'inscrit cette présente étude dont l'objectif est d'évaluer les effets des conditions de stockage de l'huile d'olive à la température de réfrigération, à l'obscurité et à la lumière du jour et enfin sous le soleil

Partie
bibliographique

CHAPITRE I

Généralité sur l'olivier

Chapitre I : Généralités sur l'olivier

I.1. Origine

L'olive est le fruit de l'olivier ; cet arbre est classé dans la famille des Oléacées. Les pays méditerranéens furent les premiers foyers de l'olivier sauvage (*Olea europaea*). Elle comporte plusieurs variétés qui donnent des olives de formes et de goûts divers. Depuis l'antiquité, l'olivier représentait un arbre sacré et était interdit de le couper. Il a toujours été un symbole de paix, de prospérité, de sagesse et d'abondance.

D'après (BESNARD, 2005), l'origine de l'olivier reste toujours incertaine, mais la thèse la plus fréquemment retenue désigne la Syrie et l'Iran comme lieux d'origine. L'expansion de la culture oléicole se fit de l'est en ouest et se répandit dans tout le bassin méditerranéen (BEC et ROBERT, 1999).

En Algérie, les hommes du néolithique au sein du Tassili ont su conserver cette histoire avec des rupestres sur les roches, ces dessins représentent les hommes couronnés de rameaux d'olive et cela remonte de 5000 à 2500 ans avant J.C.

I.2. Classification botanique

En botanique, il existe plusieurs classifications. La plus utilisée est la classification des Angiospermes de Cronquist (1981), basée sur des critères anatomiques, morphologiques et chimiques. La plus récente des classifications est la classification phylogénétique des Angiospermes.

Tableau I : Classification botanique de l'olivier (GUIGNARD, 2004).

Embranchement	Spermaphytes
Sous-embranchement	Angiospermes
Classe	Eudicotyledones
Sous classe	Astèridées
Ordre	Lamiales
Famille	Oléacées
Genre	Olèa
Espèce	<i>Oléa europèa</i>

I.3. Description de l'olivier

L'olivier (*Olea europea* L) est un arbre méditerranéen par excellence, originaire d'un climat subtropical sec (LAVEE, 1997). Il s'adapte bien à des conditions d'environnement extrêmes telles que : la sécheresse, la salinité (MAAS et HOFFMAN, 1977). La chaleur et à des basses températures, mais il craint le gel et il s'accommode d'une pluviométrie environ 220 mm par an.

Il peut s'adapter à divers types de sols, parfois très pauvres et secs, bien aérés mais, il craint l'humidité. Son potentiel d'adaptation est dû à l'anatomie spéciale de ses feuilles, de son système racinaire et de son haut niveau de régénération morphologique (LAVEE, 1997).

L'olivier peut atteindre en moyenne 10 à 15m de hauteur et un tronc de 1.50 à 2 m de diamètre dans les régions relativement chaudes, à forte pluviométrie ou abondamment irriguées en été. Tandis que, dans les climats froids, les arbres sont généralement plus petits. A l'état naturel, il se maintient en boule compacte et épineuse (LOUSSERT et BROUSSE, 1978).

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

I.4. Répartition géographique des oliviers

I.4.1. Dans le monde

Bien que l'olivier soit présent dans les quatre continents, environ 98% de la production mondiale de l'huile d'olive provient du Bassin méditerranéen (*figure 1*).

L'olivier est considéré comme une espèce caractéristique de la région méditerranéenne. On le rencontre surtout entre le 25^{ème} et 45^{ème} degré de latitude, dans l'hémisphère nord aussi bien que sud. L'oléiculture joue un rôle prépondérant dans cette région tant sur le plan agro-économique, que social et environnemental. La surface oléicole mondiale est estimée à 8. 600 000 ha pour une production d'environ 17,3 millions de tonnes d'olives, sur laquelle sont plantés plus de 800 millions d'oliviers. D'après le *Food and Agriculture Organisation, 2003*, les quatre premiers pays producteurs (Espagne, Italie, Grèce et Turquie) représentent 80% de la production mondiale d'olives et les dix premiers, tous situés dans la zone méditerranéenne.



Figure 1 : Répartition des oliviers dans la région méditerranéenne (ARGENSON, 2008).

I.4.2. En Algérie

L'oléiculture est une des cultures caractéristiques du Bassin méditerranéen. En effet, l'olivier occupe à l'échelle nationale environ 45 % de la surface arboricole avec plus de 245.500 ha, répartis sur tout le territoire national en particulier au Nord de l'Algérie. L'olivier occupe une place de choix dans le processus de relance économique de notre pays. L'olivier, de par ses fonctions multiples de lutte contre l'érosion, de valorisation des terrains agricoles et de fixation des populations dans les zones de montagne, constitue une des principales espèces fruitières cultivées en Algérie (BOUSSENADJI, 2005). L'oliveraie algérienne se répartit sur trois zones oléicoles importantes :

A) La zone de la région ouest, représentant 31 400 hectares répartis entre Cinq wilayas : Tlemcen, Aïn Ti mouchent, Mascara, Sidi Bel abas et Relizan. Cette zone représente 16,40 du verger oléicole national.

B) La zone de la région centrale du pays, de loin la plus importante, couvre une superficie de 110200 hectares répartis entre les wilayas d'Ain Defla , Blida, Boumerdés, Tizi Ouzou , Bouira et Bejaia : cette zone représente 57.5 du verger oléicole national. La région de centre, Kabylie (Bouira, Bejaia et Tizi-Ouzou) détient à elle seule près de 44% de la superficie oléicole nationale, il s'agit surtout des vergers extensifs situés sur des sols à forte déclivité, ce qui constitue une contrainte à tout recours à l'intensification (BOUSSENADJI, 2005).

C) La zone de la région Est, est représentée par des oliveraies de 49900 hectares, donc 26,1 du patrimoine national, et répartis entre les wilayas de Jijel-Skikda-Mila et Guelma (BOUSSENADJI, 2005).

En effet la production nationale d'huile d'olive est estimée à 28.595 t/an et ne couvre qu'environ 30 à 40 % des besoins nationaux en huile végétale alimentaire fluide, tandis que la production d'olives de table est estimée à 72.920 t/an (*BOUSSENDJI, 2005*).

I.5.L'olive

I.5.1.Variétés d'olives

On distingue les différentes variétés d'olives en fonction de la destination finale du fruit, soit en trois typologies

I.5.1.1 Olives à huile

Leur production doit être constante et garantir une bonne rentabilité en termes de qualité et de quantité d'huile. Les principales variétés sont : Aglandau (Glandaon, plant de la fare, plant d'Aix, blanqueto, Berruguet, Verdaou, Verdalo, Olivier, plant de la gare, cayonne de marseille), Bouteillan (Rivière, plant d'Aups, Rapugnier, plant de salernes, cayan, cayanne, Redouan), Germaine (Ghjermanie de balagne, Gjermana), Sabine (Sabina, Sabinaccia) (*VILLA, 2003*). En Algérie, on trouve principalement ; le Chemlal, le Limli, le Bouchouk , takesrit, l'Azeradj.

I.5.1.2 Olives de table

Elle implique une certaine grosseur du fruit et un contenu riche en pulpe et en noyau mais faible en huile ,Les principales variétés sont : Lucques (Lucquoise, olive de Lucques), Picholine (Plant de Collias, Colliasse, Couillasse, Fausse Lucques), Picu al, Frantoio (Frantoiano, Correglio, Razzo) (*VILLA, 2003*). En Algérie, on trouve la variété Sigoise

I.5.1.3 Olives mixtes

Elles présentent des propriétés à cheval entre les deux groupes ; en fonction du moment de sa récolte et de son adaptation à la zone de culture, on destine le fruit soit à la table (une fois la taille adéquate atteinte) soit à l'extraction de l'huile (*RODOLPHE-ÉDOUARD, 2002*) Les principales variétés sont : Cailletier (Petite olive de Nice, Cailloun, Cayon, pendoulier, Cayet, Cayoun, Pendoulié, Oliver de Grasse, Grassenc), Grossane (Grousan), Salonenque (Salonen, plant de Salon, Selounen, Sauren, Sauzin, Saloneu, Tanche (olive de Carpentras, Olive noire de Nyons) (*VILLA, 2003*).

I.6 .Huile d'olive

I.6.1 Définition

L'huile d'olive est désignée exclusivement l'huile extraite du fruit de l'olivier (*Olea europaea L*), à l'exclusion des huiles obtenues par solvant et/ou réestérification. La dénomination huile vierge est réservée à l'huile obtenue par le procédé mécanique et à des températures qui ne détériorent pas ses caractéristiques intrinsèques. Selon ISO 2015 La dénomination huile raffinée correspond à l'huile dont le procédé d'obtention permet de conserver sa structure triglycérique Le Conseil International d'Huile d'Olive (COI) a clairement défini les différentes catégories d'huile d'olive

Puisque l'olive est un fruit, sa composition chimique dépend non seulement de l'action des enzymes biochimiques, mais également des conditions du processus d'extraction et des paramètres externes tels que le temps. Par conséquent, il existe différentes catégories d'huile d'olive, qui diffèrent de manière significative par leur composition chimique et, en conséquence, les huiles sont classées par leur prix. Les huiles sont classées dans trois groupes principaux (ORWA, 2014)

- Les huiles de haute qualité : Huile de table pour la consommation humaine;
- Les huiles de table pour la consommation humaine.
- Les huiles peu convenables pour la consommation sans raffinage ultérieur, en raison de l'acidité libre excessive (> 3.3 %). Les mélanges des deux catégories qui maintiennent la plupart des indicateurs sensoriels qualitatifs de l'huile d'olive vierge tout en ayant un prix inférieur

(ORWA, 2014)

I.6.2 Différents types d'huile d'olive

L'huile d'olive se décline en différentes qualités. Selon son procédé de fabrication et les conditions du stockage, l'huile d'olive est définie selon trois critères majeurs : l'acidité, l'indice de peroxyde et l'intensité organoleptique. L'huile d'olive est un corps gras parfaitement réglementé tant pour sa définition que pour sa composition. Le COI 2015 a clairement défini les différents types d'huile d'olive (vierge, raffinée, grignon). Le classement des huiles d'olive est le suivant :

I.6.2.1. Huiles d'olive vierges

Sont les huiles obtenues du fruit de l'olivier uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions, thermiques notamment, qui n'entraînent

pas d'altération de l'huile, et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration.

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

a. Huile d'olive extra vierge

Huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0.8 gramme pour 100 grammes

b. Huile d'olive vierge

Huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 2 grammes pour 100 grammes

c. L'huile d'olive vierge courante

Huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 3.3 grammes pour 100 grammes

I.6.2.2 L'huile d'olive vierge raffinée

Elle est dénommée huile d'olive vierge lampante est l'huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est supérieure à 3.3 grammes pour 100 grammes. Cette catégorie comporte :

a. L'huile d'olive raffinée

est une l'huile d'olive obtenue des huiles d'olive vierges par des techniques de raffinage qui n'entraînent pas de modifications de la structure glycéridique initiale. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0.3 gramme pour 100 grammes

b. L'huile d'olive

est une l'huile constituée par le coupage d'huile d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges propres à la consommation en l'état. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 1 gramme pour 100 grammes.

I.6.2.3 L'huile de grignon d'olive

est une l'huile obtenue par traitement aux solvants ou d'autres procédés physiques, des grignons d'olive, à l'exclusion des huiles obtenues par des procédés de estérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature. Elle est commercialisée selon les dénominations et définitions ci-après :

a. L'huile d'olive lampante

C'est une l'huile obtenue par traitement au solvant de grignon d'olive. Elle est destinée Au raffinage en vue de son utilisation pour la consommation humaine ou destinée à des usages techniques.

I.7 Composition chimique de l'huile d'olive

Elle dépend de la variété du fruit, de la région de culture et des conditions climatiques. L'huile d'olive a une basse teneur en acides gras saturés et une teneur élevée en acides gras mono insaturés. Elle contient aussi des polyphénols, de la vitamine E de flavonoïdes, de la provitamine A et des minéraux (*VEILLE, 2010*)

Certains de ces constituants sont des antioxydants non seulement pour le consommateur mais aussi pour l'huile d'olive. Les antioxydants protègent le corps humain contre les dommages qui proviennent de l'oxydation par les radicaux libres, tandis qu'ils protègent en même temps l'huile d'olive contre l'oxydation (rancidité). L'huile d'olive vierge est un système chimique complexe constitué de plus de 250 composés (*ANGEROSA et al, 2004*)

La composition de l'huile d'olive change selon la variété, les conditions climatiques et l'origine géographique. Les composés peuvent être classés en deux grands groupes :

- Les substances saponifiables (triglycérides, acides gras,) (de 96 à 98% de)
- Les substances insaponifiables (de 2 à 4%).

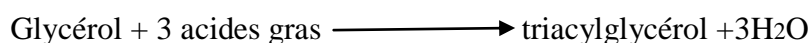
I.7.1. Fraction saponifiable

I.7.1.1. Les acides gras

Les acides gras présents dans l'huile d'olive se trouvent sous forme d'ester de glycérol ou sous forme libre. Ce sont des monoacides linéaires à nombre pairs (majoritaires) et impairs d'atomes de carbone dont le nombre varie de 14 à 24. Avec une chaîne aliphatique soit saturée soit mono ou polyinsaturée. Ils se composent en moyenne de 72% d'acides gras mono insaturés, de 14% d'acides gras polyinsaturés et de 14% d'acides gras saturés

La prédominance de l'acide oléique constitue la principale originalité de l'huile d'olive et lui confère les caractéristiques d'un corps gras monoinsaturé. Les acides gras sont des molécules organiques comprenant une chaîne carbonée terminée par un groupement carboxyle. Cette chaîne carbonée peut être dépourvue de toute double liaison carbone-carbone, dans ce cas les acides gras sont dits « saturés ». Elle peut également contenir une double liaison (Acides Gras Mono insaturés (AGMI) ou plusieurs doubles liaisons (Acides Gras Polyinsaturés AGPI). Les acides gras insaturés, sont souvent référencés selon la position de la première double liaison par rapport au groupement méthyle

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. Dans la nature, les acides gras sont généralement sous forme de triesters entre des acides gras et du glycérol selon la formule :



Dans le cas de l'huile d'olive les triacylglycérides représentent entre 98% et 99% de la masse totale. La composition en acide gras est très variable et dépend de la variété d'olives, la région de production et de l'année de la récolte (influence des conditions environnementales) (*DAOUDI et CHERIF A , 1981*)

Des normes telles que celle du *CODEX ALIMENTARUIS* régulent cependant cette variabilité en plaçant des limites hautes et basses sur les proportions de chacun des acides gras (Tableau II)

Tableau II : Composition en acide gras d'une huile d'olive (*VIELLET .S . 2010*)

Acides gras	Formule brute	(%)	(%)
Acide myristique	C14:0	Traces	< 0,1
Acide palmitique	C16:0	7.5-15.6	7.5-20
Acide palmitoléique	C16:1n-7	0.3-1.9	0.3-3.5
Acide margarique	C17:0	< 0.3	< 0.5
Acide margaroléique	C17:1n-8	< 0.5	< 0.6
Acide stéarique	C18:0 1	4-3.4	0.5-5
Acide oléique	C18:1n-9	60.9 - 82.1	55-83
Acide vaccinique	C18:1n-7	0.7-3.6	-
Acide linoléique	C18:2n-6	4.5-16.1	3.5-21
Acide α-linolénique	C18:3n-3	0.4-1.2	< 1.5
Acide arachidonique	C20:0	0.3-0.5	< 0.8
Acide gadoléique	C20:1n-9	0.2-0.5	-
Acide béhénique	C22:0	< 0.2	< 0.2
Acide lignocérique	C24:0	< 0.1	< 1

La variabilité en acides gras est relativement importante, mais en moyenne, l'huile d'olive vierge se compose à 72% d'acides gras mono-insaturés (AGMI), 14% d'acides gras polyinsaturés (AGPI) et 14% d'acides gras saturés (AGS). L'acide gras majoritaire est l'acide oléique qui représente à lui seul près de 70% des acides gras. Les acides gras polyinsaturés représentent une fraction non négligeable de l'huile et sont majoritairement composés d'acide linoléique (*HAWOOD et APARICIO, 2000*)

I.7.1.2. Les triglycérides

Les substances saponifiables sont constituées majoritairement 97 à 99% de triglycérides. Les triglycérides sont les véritables constituants des huiles d'olive vierge. Ils proviennent de l'estérification des trois fonctions alcools du glycérol par des acides gras. La présence d'une part des différents acides gras et d'autre part des trois possibilités d'estérification sur le glycérol conduit à un grand nombre de combinaisons possibles pour les triglycérides de l'huile d'olive, les triglycérides sont désignés par trois lettres correspondant aux abréviations des acides gras qui estérifient le glycérol. Ainsi à titre d'exemple, OOO est le trioléoyl glycérol ou trioléine et POO, le pamitoyl, dioléoyl glycérol ou palmitoyl dioléine. Les triglycérides qui se trouvent dans des proportions significatives dans l'huile d'olive sont: OOO (40-59%), POO (12-20%), OOL (12,5-20%), POL (5,5-7%) et SOO (3-7%) (*CASADEI, 1978*)

I.7.2. Fraction insaponifiables

Les substances insaponifiables indiquent l'ensemble des constituants (naturels) qui ne réagissent pas avec un hydroxyde alcalin pour donner des savons et qui, après saponification restent solubles dans des solvants classiques des corps gras (hydrocarbures saturés, éthers di éthylique ou di isopropylique, solvants chlorés, etc.). Ces substances représentent de 2 à 4% de l'huile et constituent un mélange complexe de composés appartenant à des famille chimiques diverses ;on en cite :les hydrocarbures,les tocophérols (vitamine E),les alcools triterpéniques et aliphatiques, les stérols ,Les composés phénoliques (antioxydants),les chlorophylles et carotène.

L'huile d'olive se caractérise par son arôme agréable et unique. Cet arôme très particulier est dû à toute une gamme de composants présents à très faibles concentrations. Les constituants mineurs de l'huile d'olive sont des indicateurs de son

authenticité(*HARWOOD et APARICIO, 2000*), de même que ses caractéristiques sensorielles (*OLIVIE, 2007*)

I.7.2.1.Les stérols

Les stérols végétaux appelés phytostérols occupent la plus grande partie de la matière insaponifiable des huiles ce sont des constituants non glycéridique, ils représentent en poids environ 50% de l'insaponifiable. Le patrimoine en phytostérols de l'huile d'olive est singulier. En effet, c'est la seule huile qui contient un taux particulièrement élevé de β -sitostérol, substance qui s'oppose à l'absorption intestinale du cholestérol (*OSLAND, 2002*)

La composition stérolique est spécifique pour chaque espèce végétale. Plusieurs études ont identifiés trois principaux stérols dans les huiles d'olive : le β - sitostérol, le campestérol et le stigmastérol (*BEN TAMIM, 2006*) (*STITI, 2007*)

I.7.2.2.Les composés phénoliques

L'une des caractéristiques les plus importantes de l'huile d'olive est sa richesse en composés phénoliques. La teneur de ces composés varie d'un composé à un autre. Le tyrosol et l'hydroxytyrosol et leurs dérivés sont les composés les plus importants du point de vue de leur concentration (*YANG, 2007*) (*PINELLI, 2003 ; GARACIA, 2003*)

Les composés phénoliques de l'huile sont originaires du fruit. Les principaux composés phénoliques qui existent dans le fruit de l'*Olea europea* sont l'oleuropéine, la dimethyloleuropeine, ligstroside et la verbascoside. Le tyrosol et l'hydroxytyrosol sont directement dérivés de l'hydrolyse de l'oleuropéine et du ligstroside et d'autres produits de dégradation des glucosides : l'acide caféique, l'acide pcoumarique ou encore l'acide vanillique, Ces composés phénoliques sont généralement liés aux goûts amer et astringent de l'huile. D'autre part, ces composés contribuent largement à la stabilité de l'huile. Cette propriété trouve des applications très intéressantes dans le domaine culinaire (*FEDELI E, 1977*)

Des études montrent que ces composés ont des propriétés bénéfiques sur la santé humaine, ces effets bénéfiques permettent la prévention des phénomènes de vieillissement. Les composés phénoliques sont très variables d'une huile à une autre, tant sur le plan quantitatif que qualitatif. L'origine géographique a une forte influence sur le développement

de certains phénols (VINHA ,2005) Le second facteur influençant la composition phénolique est la culture de l'olivier, notamment les systèmes d'entretien des arbres ou les systèmes d'irrigation (GOMEZ-RICO *et al* ,2009)Un autre facteur très important est la variété. De nombreuses études ont montré que certaines variétés d'olives sont plus riches en composés phénoliques que d'autres (GOMEZ-RICO *et al* ,2008) ;(TURA,2007)

I.7.2.3.Les tocophérols

Les tocophérols sont reconnus pour leur double action bénéfique En effet ils ont tout d'abord l'atout d'être une vitamine liposoluble (vitamine E) et ils ont également une forte activité anti oxygène (BURTON *et al* , 1996)

L'alpha-tocopherol représente à elle seul 90% de la totalité des tocophérols, Cette forme possède la plus forte activité vitaminique et est la plus active. Elle s'oppose au rancissement et à la polymérisation de l'huile, et protège contre les mécanismes athérogènes ,mais on trouve également un peu de beta et gamma tocophérols, alors que le delta tocophérol n'est présent qu'à l'état de traces (HIEIDI SCHWARTZ *et al* , 2008)

I.7.2.4.Les hydrocarbures

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

Il y a également des hydrocarbures aromatiques, parmi lesquels plus de 77 composés, conférant à l'huile d'olive arôme et saveur (JACOTO *et BOUGHERTY*,1993)

I.7.2.5.Les pigments colorants

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

a .Les pigments caroténoïdes

Le pigment caroténoïde surtout présent dans l'huile d'olive est le β -carotène (provitamine A Son taux varie de 0.3 à 3.7 mg / kg d'huile. 2 mg de β -carotène se transforment en 1mg de vitamine A. La provitamine A se transforme en vitamine A

au cours de l'absorption intestinale (1mg de carotène = 0.5 mg de vitamine A) (*KATAJA – TUMOLA et ,SUNDELL, 2008*)

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

b. La chlorophylle

Ce pigment dont la teneur peut varier en fonction de nombreux facteurs, exerce biologiquement une action d'excitation du métabolisme, de stimulation de la croissance cellulaire, l'hématopoïèse (de la formation des cellules du sang) et d'accélération des processus de cicatrisation (*NIEVES CRIADO et al, 2008*)

CHAPITRE II

Transformation des d'olive et les
principaux facteurs influençant la
qualité de l'huile d'olive

II. Technologie de transformation des olives et les facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive

II.1. Technologie d'extraction

L'extraction de l'huile d'olive a toujours été le principal objectif de la culture de l'olivier. Les méthodes d'extraction ont évolué, mais le processus d'extraction d'huile d'olive reste toujours le même. Il inclut : la récolte, le triage, le broyage, le malaxage et la séparation des phases liquides.

II.1.1. La Récolte des olives

Il existe différentes méthodes de ramassage des olives: à la main, avec des supports mécaniques (une sorte de râteau automatique), des machines qui balance l'arbre faisant tomber les olives. Excepté le ramassage à la main qui est la méthode meilleure mais aussi la plus coûteuse, il reste difficile de définir, parmi les autres méthodes, quels sont les désavantages réels. Pour comprendre les difficultés liées au ramassage regardez ce test: essayez de prendre une pomme mûre et appuyez sur son écorce avec votre doigt. Après quelques heures vous pourrez constater que le point où vous avez appuyé est devenu plus foncé. Ceci est dû au fait que, avec la pression sur la pomme, vous avez déclenché et accéléré une série de processus chimiques dégénératifs (*GIAMETTA et al 1993*).

C'est de même pour les olives. Plus la méthode de récolte bouscule les olives et plus celles-ci arriveront au pressoir dans des conditions non optimales. Tout cela, lié aussi au temps de stockage des olives, pourra affecter la qualité des huiles obtenues. En tout cas ce n'est pas vrai que seulement le ramassage à la main produit de l'huile de qualité! Si le ramassage est fait avec intelligence, il est possible d'obtenir des huiles exceptionnelles même avec d'autres méthodes plus ou moins automatisées (*GIAMETTA et al 1993*).

II.1.2. Stockage

Après la récolte et afin d'être pressées les olives sont stockées dans des caisses Prédiaposées. La phase du stockage est sans doute parmi les plus critiques de tout le procédé. Avec des olives également saines (c'est-à-dire qui n'ont pas subi de dégénération avant ou après la récolte) un mauvais stockage peut abîmer complètement le produit, introduisant une série de défauts facilement perceptibles même par les moins expérimentés. La raison à la base de la difficulté critique de ce procédé est très simple: les olives commencent à se détériorer (oxydation, fermentation, etc.) dès le moment successif à la récolte. Ce processus

augmente avec les heures, la température et la pression. *GARCIA et al., (2000)* ont énuméré quelques recommandations pour une meilleure qualité de l'huile d'olive extraite :

1) éviter de conserver les olives au-delà de 24 heures (les producteurs d'haute qualité normalement pressent les olives entre 12 et 24 heures après la récolte).

2) éviter d'utiliser des cassettes trop hautes, de manière à ne pas écraser les olives dans les couches plus basses de la cassette, à cause de la pression exercée par le poids des olives dans les couches plus hautes.

3) conserver les cassettes dans un lieu aéré, frais et absolument à l'abri de la lumière du soleil.

II.1.3. Défoliation et lavage des olives

Au pressoir, les olives sont d'abord privées de feuilles et petites branches et lavées. En réalité, souvent il est très difficile d'ôter toutes les feuilles d'olive. Ceci ne constitue pas un problème, dans la mesure où les feuilles en petite quantité contribuent à la couleur de l'huile et aussi à son parfum (*GARCIA et al., 1998*)

II.1.4. Broyage

Après avoir été lavées les olives sont prêtes pour être broyées pour favoriser l'extraction de l'huile. Dans le passé, l'extraction se faisait à l'aide de meules ou broyeurs. Actuellement, cette méthode, encore présente, est le plus souvent remplacée par d'autres méthodes mécaniques, telles que l'utilisation de broyeurs à marteaux, lames, disques, etc. (*Di GIOVACCHINO, 2000*)

Les broyeurs, entièrement métalliques (à marteaux, à couteaux et à disques), sont les appareils préférés dans les installations modernes à cycle continu parce qu'ils s'intègrent parfaitement avec les exigences d'automatisation. Il se compose d'une série d'éléments métalliques tournant rapidement et munis d'arêtes vives (marteaux ou couteaux suivant le nombre et l'épaisseur), dont la vitesse de rotation est de 1200-3000 tours par minute. Ils sont mus par des moteurs d'une puissance de 10 à 40 kW. Avec ce système la rupture de la pulpe est causée par les chocs des dispositifs tournants à une grande vitesse et seulement en partie par l'action mécanique des fragments de noyaux. Les broyeurs à disques tournent moins rapidement. Le traitement se fait en des temps très brefs, de l'ordre de quelques secondes, est prêt à un fonctionnement en cycle continu avec chargement et déchargement automatisé (*Di GIOVACCHINO, 2000*)

II.1.5 Malaxage

La pâte est ensuite malaxée un certain temps pour permettre à l'huile de s'extraire des cellules végétales écrasées (*Di GIOVACCHINO, 2000*) Par un phénomène physique, bien utile ici, les molécules d'huile sont attirées entre elles et finissent par se désolidariser complètement des cellules végétales. La cuve dans laquelle se fait le malaxage est à double paroi. Dans l'interstice, circule un courant d'eau tiède qui maintient la pâte à 25°C environ, ceci afin de favoriser la séparation. La température requise pour obtenir une huile vierge extra ne doit pas dépasser 28°C.

Il s'agit de séparer l'huile des fibres végétales et des noyaux dans laquelle elle baigne. C'est là que les procédés utilisés auront le plus d'impact sur le goût de l'huile. Cette phase a une grande importance pour déterminer le compromis convenable entre rendement quantitatif en huile et qualité : le réchauffage augmente l'efficacité du malaxage en permettant l'augmentation du rendement en huile, il influe toutefois négativement, au-dessus d'une certaine température, sur la qualité de l'huile :

- 1- dégradation du goût (goût de réchauffé)
- 2- perte de substances volatiles et en conséquence du goût de fruité
- 3- intensification de l'oxydation
- 4- moindre qualité diététique à cause des pertes en poly phénols, tocophérols et vitamine A.

Le malaxage a une durée moyenne de 20 à 40 minutes. Le prolongement de l'opération n'a aucun effet sur le rendement en huile, il est donc à éviter car il prolongerait le contact de la pâte d'huile avec l'air déterminant une plus grande oxydation. Le malaxage doit donc être interrompu quand la pâte cesse de tacher les mains et devient onctueuse au toucher. Les installations modernes ont des systèmes automatisés pour le contrôle des phases (*Di GIOVACCHINO, 2000*)

II.1.6 Extraction

L'extraction de l'huile d'olive se fait selon les procédés de pression (chaines classiques et super-presses) ou de centrifugation (chaines continues à deux et trois phases).

a. Système discontinu d'extraction par presse

Ce système, dont le processus d'extraction, utilise des presses métalliques ou des presses hydrauliques. La pâte issue du broyage est empilée sur les scourtins, à raison de 5 à 10 kg/scourtin, eux-mêmes empilés les uns sur les autres autour d'un pivot central (appelé aiguille) monté sur un petit chariot. L'ensemble est placé sur un piston de presse hydraulique qui permet de faire subir à la pâte une pression de l'ordre de 100 kg/cm. La phase liquide s'écoule dans un bac. Le grignon reste sur les scourtins, alors que l'huile est séparée des

margines par décantation naturelle ou centrifugation verticale. Cette opération dure environ 40 à 60 minutes. Ensuite chaque scourtin est débarrassé de son grignon en le tapant comme un tapis. Ces systèmes d'extraction par presse, sont classés selon la pression exercée (*HAMMADI, 2006*)

- unités traditionnelles dont la pression est de l'ordre de 100 kg/cm
- unités semi-modernes dont la pression est aux environs de 200 kg/cm
- unités modernes équipées en super-presses pouvant développer une pression de 400 kg/cm

Ces types d'extraction présentent des inconvénients

- main d'œuvre importante, difficulté de maintenir une hygiène adéquate
- durée de processus d'extraction élevée.

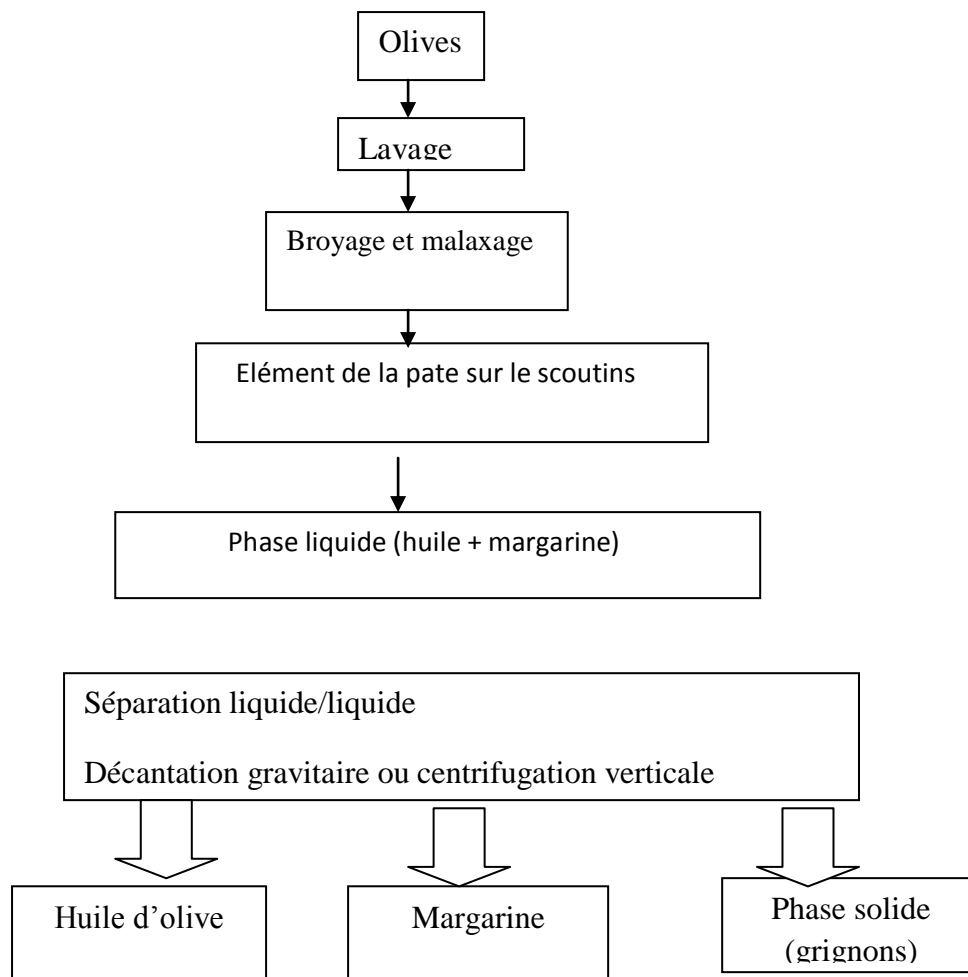


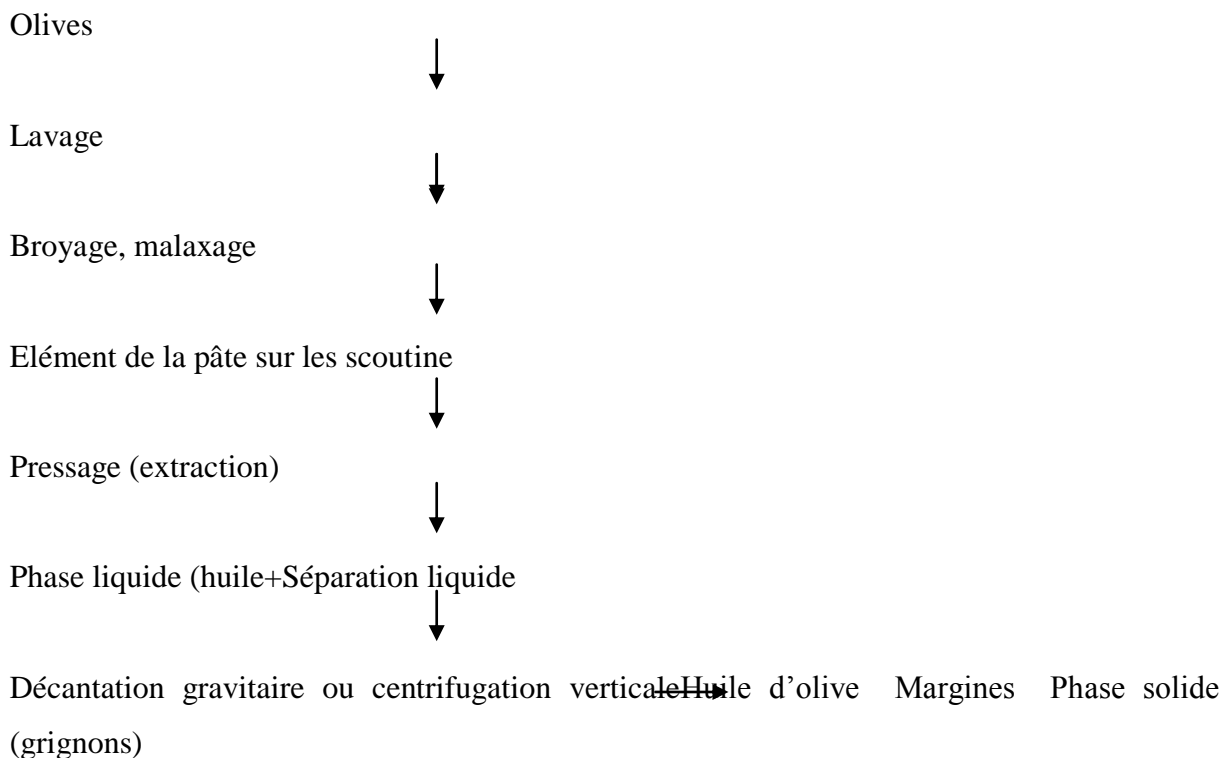
Figure 2: Extraction par presse (méthode traditionnelle) (*HAMMADI, 2006*)

b. Système à centrifugation (chaîne continue) :

Le système continu est apparu dans les années 70 avec l'application des nouvelles technologies d'extraction de l'huile d'olive. Cette conception moderne de l'extraction remplace le pressage traditionnel. Elle utilise des centrifugeuses horizontales appelée «décanteurs», qui permettent l'amélioration des rendements et la productivité des huileries (*HAMMADI, 2006*)

-Il existe deux systèmes :

c. Procédé continue à trois phases :



Après le broyage, la pâte est envoyée à l'aide d'une pompe doseuse à vitesse variable vers une centrifugeuse horizontale où se produit une séparation des trois phases (le grignon, huile et la margine) pour passer ensuite dans des centrifugeuses verticales finales, pour séparer l'huile des margines. L'inconvénient majeur de ce type de système est la consommation de grandes quantités d'eau. Entraînant une pollution plus importante (*HAMMADI, 2006*)

d. Procédé continue à 2 phases procédé écologique

Depuis 1991, il existe des procédés industriels d'extraction en continue à 2 phases qui limitent la production de margines. Ce procédé ne nécessite pas ou peu d'injection d'eau. Ce système appelé également système écologique, utilise une seule

centrifugeuse permettant de séparer l'huile et les grignons humidifiés par les eaux de végétation prévenant de l'olive (HAMMADI, 2006)

Les huiles produites par ce procédé sont plus riches en antioxydants en présentant une plus grande stabilité à l'oxydation que les huiles extraites par le système à trois phases.

II.1.7 Préservation de l'huile d'olive

L'huile est ensuite placée dans des citernes appropriés en acier inoxydable, qui parmitous les types de matériaux, est le plus approprié pour la conservation de l'huile. Selon la quantité, la taille de ces conteneurs sera plus ou moins grande. Afin d'éliminer le processus d'oxydation les producteurs mettent un gaz inerte tel que l'azote, entre le couvercle et l'huile. Par la suite, l'huile sera mise en bouteille d'une manière plus ou moins automatisée selon la taille du producteur d'huile d'olive.

- Nettoyage et manutention des récipients d'emballage. Des soins particuliers doivent être apportés aux conduites qui permettent la sortie de l'huile et du grignon humidifié
- Contrôle de toutes les parties électriques, des fusibles et des moteurs.

Conformément à ces textes une eau potable doit satisfaire à des normes visant à la fois des caractères physiques, microbiologiques et chimiques énumérés ci-dessous. Il est indiqué également que l'eau ne doit pas présenter ni odeur ni saveur désagréable, ce qui n'est malheureusement pas toujours le cas pour les eaux de distribution (HAMMADI, 2006)

Lorsqu'il n'est pas fait appel à de l'eau de distribution publique, l'eau utilisée doit soit satisfaire naturellement aux normes bactériologiques ci-dessous, soit être traitée par un procédé approuvé, à moins qu'elle ne subisse au cours des opérations une stérilisation de quelque nature que ce soit. Aussi, des limites sont fixées pour la turbidité, pour le pouvoir colmatant et pour la coloration. L'eau doit être exempte d'organismes parasites ou pathogènes et ne pas contenir d'Escherichiacoli dans 100 ml, de streptocoques fécaux dans 50 ml, de clostridium sulfito-réducteurs dans 20ml (HAMMADI, 2006).

II.2. Principaux facteurs influençant la qualité d'huile d'olive

II.1.1. Effet du cultivar

Le cultivar joue un rôle important sur la qualité de l'huile d'olive, il agit sur les caractéristiques du fruit (taille, rapport pulpe /noyau, cycle de maturation), sur la lipogenèse et sur les constituants principaux et secondaires de l'huile (*CIMATO, 1990*). L'analyse des huiles obtenues à partir de plusieurs cultivars a fait apparaître que la composition en acides gras varie selon le cultivar (*CIVANTOS, 1990*).

II.1.2. Effet du climat

Le climat exerce une influence sur la maturation du fruit et donc sur la composition chimique et la qualité de l'huile. Les composants les plus affectés sont les alcools aliphatiques, les composés et les constituants qui ont un rôle dans la qualité organoleptique (*APARICIO et al, 1994*).

II.1.3. Effet de la maturation des olives

L'étude du processus de la maturation des olives est fondamentale pour l'obtention d'une huile d'olive de qualité (*PINATEL, 1999*). De nombreux processus de transformation chimique et de synthèse de substance organique ont lieu au cours de la maturation, en particulier la synthèse des triglycérides qui s'accumulent dans les vacuoles et qui constituent presque en totalité, l'huile d'olive (*SANCHEZ CASAS et al, 1999 ; MATOS et al, 2007*).

II.1.4. Effet des ravageurs et des maladies

Parmi la faune entomophage nuisible de l'olive, la mouche de l'olive *Bactrocera oleae* est la plus redoutable. Ce ravageur entraîne une perte d'une partie de la drupe du fruit. Il stimule, par ailleurs, la maturation anticipée du fruit dont il précipite la chute avec la réduction consécutive du rendement en huile (*TAMENDJARI et al, 2004*). Les facteurs influençant la qualité d'huile d'olive Les olives moisies contiennent moins de matière grasse totale avec un risque de production de métabolites secondaires toxiques (*BELAICHE, 2001*).

II.1.5. Effet de la durée de stockage des olives

La qualité de l'huile d'olive est liée au mode et à la durée de stockage des olives avant l'extraction (*RYAN et al, 1998*). La modification la plus importante que l'on rencontre est l'oxydation ou rancissement qui est causé par plusieurs facteurs, comme l'oxygène, la lumière, la température, facteurs qui favorisent un certain nombre de phénomènes ou l'occurrence de la fermentation (*PSYLLAKIS et al, 1980*).

Selon *CARLOS et al, (1999)*, la teneur de l'atmosphère de stockage d'olive en CO₂ et O₂ influe sur la qualité de l'huile finale. Les données sur les huiles provenant d'olives saines

mais stockées pour différentes périodes indiquent que l'acidité augmente notablement pendant le stockage à cause de la dégradation (*TAMENDJARI et al, 2004*).

L'indice de peroxyde présente une évolution similaire à celle de l'acidité ; il augmente avec l'extension de la durée du stockage (*GARCIA et al, 1996*). Selon TAMENDJARI et al, (2004) la limite de ce paramètre décrite par le C.O.I. et le C.E.E., a été dépassée après différents temps de stockage des olives de la variété Chemlal à 15, 30 et 45 jours réalisés à température ambiante.

Selon *KOPRVNNJAK et al, (2002)*, au cours du stockage, certains microorganismes se trouvant à la surface des olives peuvent les contaminer à l'occasion de piqûres d'insectes et des ravageurs modifier ainsi les propriétés aromatiques, ce sont des levures, moisissures et *Pseudomonas*.

II.1.6. Effet du système d'extraction

Les procédés d'extraction utilisés peuvent également altérer la qualité des huiles produites si certaines règles ne sont pas observées (*DI GIOVACCINO et al, 1996*). Dans le cas du système super presse, l'emploi de scourtins sales ou l'usage de disques métalliques peuvent avoir des effets négatifs sur la qualité de l'huile. Dans les systèmes continus, des températures élevées peuvent altérer la qualité des huiles produites (*DI GIOVACCINO et al, 1994*)

CHAPITRE III

Dégradation de l'huile d'olive

III. Dégradation d'huile d'olive

Il existe plusieurs types d'oxydation qui mettent en œuvre des mécanismes réactionnels très différents, aboutissant au rancissement oxydatif ou hydraulique. Les altérations conduisant au rancissement oxydatif sont l'auto-oxydation, la photo oxydation et oxydation enzymatique catalysée par la lipooxygénase.

L'auto-oxydation dépend de plusieurs facteurs qui sont, entre autres, le degré d'insaturation de l'huile, les acides gras libres, la présence de traces métalliques et d'eau, l'emballage utilisé, la température ambiante, l'oxygène de l'atmosphère et l'exposition à la lumière du jour pour les emballages transparents. En revanche, la photo-oxydation est affectée par la quantité totale de pigments chlorophylliens et d'antioxydants naturels (bêta-carotène, tocophérols, phénols) contenus dans l'HOV (RAHMANI et SAAD, 2007).

III.1 Types d'altération des lipides

L'hydrolyse et l'oxydation sont les principales voies d'altération des lipides au cours de la production, du stockage et de la transformation des huiles. Le tableau III résume les principales altérations que peuvent subir les corps gras. Ces modifications affectent la durée de vie, la qualité organoleptique, nutritionnelle et la sécurité alimentaire de ces dernières.

Tableau III: Les principales altérations que peuvent subir les corps gras (GRAY, 1978)

Altérations	Facteurs déclenchant	Composés produits
Hydrolytique	Eau Enzymes	Formation de : acides gras libres, glycérides partiels (mono et diglycérides).
Oxydative : La stabilité des corps gras à l'oxydation est influencée négativement par l'air, la lumière et plus précisément par l'énergie rayonnée par les radiations courtes (UV). Les traces métalliques (Fe et surtout Cu) sont des catalyseurs d'oxydation	Air	Formation de composés volatils responsables du phénomène de rancissement. Formation de produits non volatils : Composés polaires d'oxydation, polymérisés ou non polymérisés
Thermique	Chauffage	Réaction de polymérisation, Cyclisation.

III.1.1 Hydrolyse :

L'hydrolyse des lipides est principalement le fait d'enzymes lipolytiques. L'hydrolyse permet la production d'acides gras pouvant être convertis en alcool gras ou employés dans des réactions d'estérification ou de transestérification. Les acides gras libres formés peuvent ensuite servir de substrats pour les réactions d'oxydation (WAZÉ *et al*, 2008)

III.1.2 Oxydation

L'oxydation des lipides a été reconnue comme un problème majeur affectant les huiles comestibles, ceci en influençant négativement leurs propriétés chimiques, nutritionnelles et sensorielles. Initialement, l'oxydation des lipides se fait de manière lente, ensuite, elle augmente soudainement, et la durée de la première étape est appelée « période d'induction » ou « temps d'induction » (WAZÉ *et al*, 2008)

III.1.3 Altération thermique

Le chauffage des lipides à des températures supérieures à 100 voire 150°C, conduit à la formation de polymères, de composés cycliques ou isomérisés.

III.2 Mécanismes réactionnels de l'auto-oxydation

L'auto-oxydation de la matière grasse abandonnée au contact de l'oxygène est un ensemble complexe de réaction non encore complètement élucidées. Elles conduisent à une rupture des chaînes carbonées avec le développement de produits pour la plupart volatils, à structure carbonylée, les propriétés organoleptiques de la matière grasse sont altérées: c'est le rancissement. L'auto-oxydation des acides gras insaturés (RH) procède par un ensemble de réactions en chaîne auxquelles participent surtout des radicaux libres (R) (PIRETTI *et al*, 1978)

III.2.1 Initiation

L'initiation de la réaction consiste en la formation d'un radical libre par arrachement d'un atome d'hydrogène d'une chaîne d'acide gras généralement insaturé :



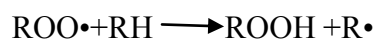
L'oxydation des huiles est d'abord très lente du fait de la faible vitesse d'initiation. En effet, le départ de l'atome d'hydrogène est peu probable en raison de l'énergie d'activation élevée de la réaction. Il est cependant facilité par :

- ✓ Le chauffage (thermolyse)
- ✓ La lumière (photolyse)
- ✓ Les radiations ionisantes
- ✓ La présence d'ions métalliques polyvalents libres ou liés à des molécules organiques
- ✓ Certains enzymes (lipoxygénase)

Lorsque l'arrachement de l'atome d'hydrogène s'effectue en α de la double liaison, l'électron célibataire de la structure radicalaire est stabilisée par résonance. Dans le cas de l'acide oléique, le radical est formé en position n-7 ou n-10 (GRAY, 1978).

III.2.2 Propagation

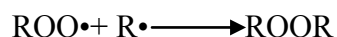
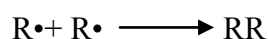
Les radicaux d'acides gras ainsi formés réagissent avec l'oxygène triplet dissout dans la phase lipidique ou atmosphérique après diffusion. La réaction d'un radical libre avec une molécule d'oxygène est très rapide lorsque la teneur en oxygène n'est pas limitante. L'interaction conduit à la formation d'un radical peroxy (ROO)



Le dernier se stabilise sa structure par l'arrachement d'un atome d'hydrogène sur une autre chaîne d'acide gras (RH). Le radical libre d'acide gras (R) ainsi formé peut continuer la réaction suivant le même principe, c'est la phase de propagation (GRAY, 1978)

III.2.3 Terminaison

Lorsque la concentration en radicaux libres devient suffisamment importante, ces derniers peuvent de combiner pour terminer la réaction. Toutes ces réactions donnent lieu à des polymères non-radicalaires.



❖ L'autoxydation de la matière grasse évolue en 3 périodes distinctes:

- la période d'induction où il y a formation d'hydro peroxydes stables, le goût de la matière grasse n'est pas altéré,
- la période d'oxydation active où la formation des hydroperoxydes est accélérée,
- la période d'accélération des réactions secondaires. L'absorption de l'oxygène est rapide sans qu'il y ait augmentation de l'indice de peroxyde, le goût de la matière grasse est fortement altéré (PIRETTI et al, 1978)

L'acide linoléique, après action de l'oxygène, donne essentiellement 2 hydroperoxydes isomères Les hydroperoxydiènes conjugués, qui résultent de l'arrachement d'un hydrogène allylique sont très majoritaires par rapport aux autres. L'acide linoléiques forme lui aussi 4 hydro peroxydes (PIRETTI et al, 1978)

III.3. Nature et rôle des antioxydants :

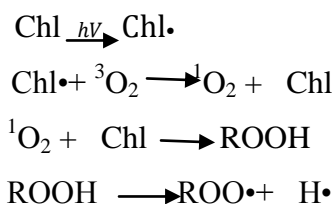
L'oxydation c'est une réaction qui peut produire des radicaux libres qui entraînent des réactions en chaîne destructrices. Les antioxydants sont capables de stopper ou retarder ces réactions en chaîne en se réduisant avec les radicaux libres et annihilant ainsi leur action. Dans l'huile d'olive on trouve les tocophérols, les caroténoïdes et les polyphénols (PIRETTI *et al.*, 1978)

III.3.1 Oxydation des chlorophylles

Plusieurs travaux de recherche, GEORG BLEKAS *et al.* (1995) et BENTAKAYA *et al.* (2007) ont montré en effet que les pigments de chlorophylle sont dotés d'un pouvoir pro-oxydant lorsque l'huile est exposée à la lumière et d'une action anti-oxydante à l'obscurité. Il est donc nécessaire, lors de l'évaluation de stabilité photo-oxydative de l'huile étudiée, de tenir compte des teneurs totales en chlorophylles et en phéophytine produit de leur décomposition (MIN and BOFF, 2002).

La molécule de chlorophylle passe à un état excité, suite à l'absorption d'un photon lumineux (hv), Lors de cet état métastable, de courte durée de vie, l'excitation à l'oxygène atmosphérique dissout dans l'huile. L'oxygène excité ainsi obtenu possède un excès d'énergie d'environ 22 Kcal/mole par rapport à l'oxygène atmosphérique (MIN et BOFF, 2002).

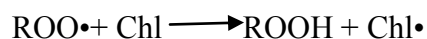
Les travaux de recherche de RAHMANI (2007) et ceux de KIRISTAKIS *et* OSMAN (1995) ont montré que la vitesse de photo oxydation de l'huile d'olive croît avec les concentrations de chlorophylles ou de phéophytines qui lui sont ajoutées. Les chlorophylles se trouvent ainsi directement impliquées dans les phénomènes oxydatifs.



Chl·: chlorophylle excité.

La chlorophylle excitée (Chl) transforme, en première étape, l'oxygène moléculaire à l'état triplet en une forme excité connue sous le nom d'oxygène singulet (${}^1\text{O}_2$). La réactivité de la molécule à l'état singulet est supérieure à celle de la même molécule à l'état triplet.

Le radical ROO formé arrache ensuite un proton à la molécule de chlorophylle et aboutit à la formation d'un radical libre de la chlorophylle Chl.

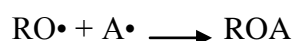
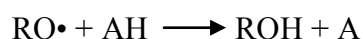
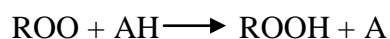


Le radical (Chl) se combine ensuite à l'oxygène pour donner lieu à la formation d'une molécule incolore (une forme incolore de la molécule de chlorophylle), Ceci se traduit par une perte de la couleur de l'huile (*MIN and BOFF, 2002*).

III.3.2 Les antioxydants phénoliques

Les composés phénoliques sont liés à la stabilité de l'huile, notamment, pour leurs propriétés biologiques. Actuellement, plusieurs composés phénoliques contenus dans l'huile d'olive, principalement l'hydroxytyrosol et ses dérivés, sont sujet de recherches approfondies dans le but d'établir une relation entre les apports alimentaires et le risque de plusieurs maladies telles que le cancer et les maladies cardiovasculaires (*BENDINI et al 2007*) De nombreux phénols font partie des antioxydants primaires, réagissant avec des radicaux lipidiques, en les convertissant en des produits thermodynamiquement plus stables.

Des composés tels le butylhydroxytoluène (BHT), le butylhydroxyanisole (BHA), les acides phénols, etc., suivent le mécanisme des antioxydants primaires Les antioxydants les plus efficaces sont ceux qui ont les énergies de liaisons les plus faibles au niveau du groupe donneur d'hydrogène (*BENDINI et al 2007*)



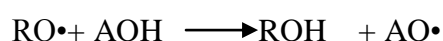
III.3.3 Tocophérols

On reconnaît depuis longtemps aux tocophérols, dont la vitamine E, un rôle d'antioxydant naturel, particulièrement vis-à-vis des acides gras polyinsaturés. Les huiles végétales fluides en contiennent des quantités notables. L'oxydation des acides gras altère le métabolisme des graisses. Les antioxydants ont un rôle protecteur vis-à-vis de l'athérosclérose (les artères qui se bouchent) mais aussi antiviellissement et peuvent exercer une protection contre l'apparition de certains cancers ou de la cataracte (*PSOMIADOU et al, 2000*)

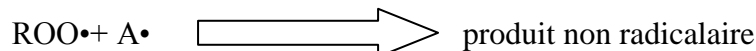
Les tocophérols sont présents dans les huiles végétales en quantité non négligeable, sous leurs différentes formes isométriques α , β , δ , γ ; les formes α et γ étant les plus fréquentes (α -tocophérols). L'huile d'olive contient principalement l' α -tocophérol qui représente à elle seule 95 % des tocophérols totaux (*GARCIA et al, 1996*)

On trouve également une faible teneur en β et γ tocophérols, alors que le δ tocophérol n'est présent qu'à l'état de traces (*PSOMIADOU et al, 2000*)

Les tocophérols sont des dérivés du 8-méthylchroman-6-ol, possédant une chaîne latérale de 3 unités terpènes saturées. Lorsque ces chaînes sont insaturées, il s'agit de tocotriénols.



Réactions minoritaires :



Les tocophérols et certains dérivés possèdent des propriétés antioxydantes, c'est à dire la capacité à céder des atomes d'hydrogène à des radicaux libres afin de les stabiliser.

A forte concentration les tocophérols deviennent oxydants. Et à des concentrations plus basses, ils contribuent à augmenter la stabilité vis-à-vis de l'oxydation, particulièrement pour des huiles à haute teneur en acide oléique. Les tocophérols sont inégalement résistants à la thermo décomposition. Un ordre de sensibilité a été établi par Zuzana et Petra (*ZUZANA et al 2010*)

On peut envisager 2 comportements des tocophérols, l'un au niveau de la stabilité à l'oxydation, et l'autre relatif aux propriétés antipolymérisantes pendant le chauffage. Dans le cas de l'autoxydation, les tocophérols cèdent l'hydrogène de la fonction hydroxyle pour donner des radicaux tocophéroxyles, puis des tocophérylquinones (*ZUZANA et al, 2010*)

II.5. Impact de l'oxydation des lipides

L'impact de l'oxydation des lipides est triple :

III.5.1 Impact nutritionnel et organoleptique

Dégradation des vitamines liposolubles et des acides gras essentiels ; développement changement de couleur

III.5.2 Impact sanitaire

Les composés secondaires d'oxydation montrent des effets cytotoxiques et mutagènes (cas du malondialdéhyde, par exemple, qui réagit avec l'ADN) ou encore des effets cancérigènes, mutagènes et thermogènes (cas des monomères cyclique et oxystéroles) (*RAHMANI, 2007*)

III.5.3 Impact économique

Perte de la valeur marchande suite à l'oxydation qui déprécie la qualité du produit. C'est le cas, par exemple, des huiles d'olives vierges dont le prix est fonction de la qualité: «extra», «fine», «courante» et «lampante». L'huile d'olive vierge « extra » est meilleure qualité et se vend plus chère que les autres catégories, l'huile d'olive vierge « lampante », ne pouvant être consommée en l'état, est vendue à bas prix pour un usage industriel ou aux unités de raffinage (RAHMANI, 2007)

En somme, l'huile d'olive est très riche en antioxydants, plusieurs études ont montré que la qualité d'une huile dépend de son procédé de fabrication et les conditions de stockage. Pour protéger ses principales molécules de l'oxydation, l'olive a développé des moyens de défense : les composés phénoliques. Ces composés phénoliques sont partiellement retrouvés dans l'huile (même si la majorité des composés phénoliques est très hydrosoluble et est donc éliminée dans les margines) ce qui permet de prolonger sa durée de vie. S'ils permettent de protéger l'huile de l'oxydation, c'est surtout sur leur rôle in vivo que les Scientifiques ont travaillé. Leur stabilisation semble donc être un enjeu majeur et c'est ce qui explique l'engouement de plus en plus important pour les antioxydants (VEILLET, 2010)

Partie expérimentale

Matériel et méthodes

I.Objectif du travail

L'objectif principal de cette étude a été d'évaluer l'effet des différentes conditions de stockage sur les caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive. Les conditions retenues dans cette étude sont : la lumière du jour, le soleil, la température de réfrigération et l'obscurité. La durée de stockage maximale est de 2 mois. L'huile d'olive utilisée est celle obtenue par l'extraction selon la technique traditionnelle durant la campagne oléicole de l'année 2019.

II. Conduite expérimentale

II.1.Choix de l'huile

Notre choix a porté sur l'huile d'olive pour sa grande disponibilité sur le marché et sa large consommation, en dépit de son prix élevé comparativement aux autres huiles alimentaires raffinées commercialisées.

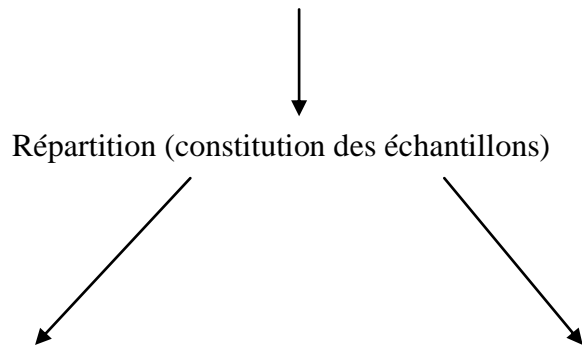
II.2.Echantillonnage

L'huile d'olive utilisée dans cette étude a été extraite selon la technique traditionnelle, et ce durant la campagne oléicole de l'année 2019. Cette huile a été répartie dans des bouteilles en plastiques en PET, de petits volumes (30 cl) lesquelles ont été stockées pendant 60 jours dans des conditions retenues dans cette étude.

Les différentes conditions de stockage de ces échantillons d'huiles d'olive se présentent comme suit : sous le soleil à température ambiante (aux mois d'avril et mai, 40°C au mois d'avril) à la lumière du jour, à proximité d'une fenêtre à température ambiante (environ 20°C), et à l'obscurité ; enfin, le dernier échantillon a été stocké au réfrigérateur (température de +4°C).

Le nombre d'échantillons par condition de stockage est de deux, le premier flacon de chaque test a été analysé après un stockage de 30 jours, les échantillons d'huile d'olive de la deuxième série ont été analysés après un temps de stockage de 60 jours. La figure 3 récapitule le protocole expérimental de cette étude.

Huile d'olive



Flacon 1a: exposition au soleil

Flacon 1b : stockage au réfrigérateur

Flacon 2a: stockage à la lumière du jour

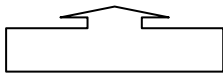
Flacon 2b : stockage à l'obscurité

Flacon 3a : stockage au réfrigérateur

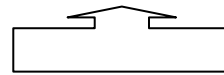
Flacon 3b : stockage à la lumière du jour

Flacon 4a : stockage à l'obscurité

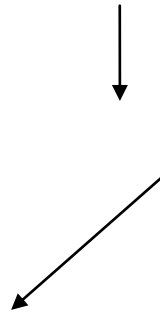
Flacon 4b : exposition au soleil



Première série d'échantillons d'huile



Deuxième série d'échantillons d'huile



Analyses physico-chimiques

Figure 3 : Diagramme expérimental

III. Analyses physico-chimiques

III.1.Indices physiques

III.1.1.Teneur en eau (H%)

C'est la perte en masse subite par l'échantillon après chauffage exprimée en pourcentage de masse.

Principe

Il consiste à provoquer l'évaporation d'eau par chauffage d'une quantité connue d'huile dans une étuve réglée à 103 ± 2 °C jusqu'à élimination complète de l'eau (BENOSMAN et MAMCHAOUI, 2005), Les résultats sont exprimés par la formule suivante:

$$H\% = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0}$$

III.1.2. Densité

C'est le rapport de la masse d'un certain volume d'huile à 20°C, et la masse d'un volume égal d'eau distillée à la même température (LION, 1955).

Principe

La densité est déterminée en pesant dans une éprouvette de 5ml le même volume d'eau et d'huile prises à la même température. Elle est donnée par la formule suivante :

$$\text{Densité} = \frac{m_1 - m}{m_0 - m}$$

Soit :

m : poids de l'éprouvette vide.

m_1 : poids de l'éprouvette pleine d'eau.

m_0 : poids de l'éprouvette pleine de l'huile.

III.1.3. Viscosité

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

$$\mu(c \cdot \rho_0) = k (\rho_f - \rho) t$$

Sachant

μ : La viscosité en centpoise

ρ : Densité de l'huile.

ρ_f : La densité de la balle de métal qui est égale à 8,02 g /ml.

t : Le temps de descente en minute ;

K : Constante du viscosimètre qui est égale à 35.

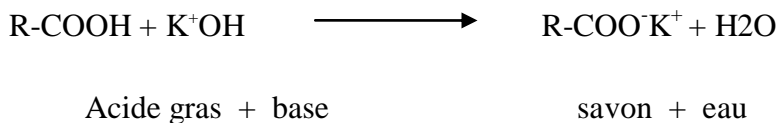
III.2. Indices chimiques

III.2.1. Indice d'acide

L'indice d'acide est défini comme étant le nombre de milligrammes de potasse nécessaire pour neutraliser l'acidité d'une huile. La détermination de l'acidité de l'huile extraite est une mesure qui a souvent une très grande importance commerciale

Principe

Il consiste à dissoudre une prise d'essai dans l'éthanol préalablement neutralisée par une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium à (0,1 N) en présence de phénolphtaléine comme indicateur coloré, on titre les acides gras libres à l'aide de la même solution éthanolique (KOH) selon la réaction suivante :



L'acidité est exprimée par la formule suivante:

N.C .M

Acidité (%) = _____

10 .m

Sachant :

A: Acidité de l'huile (%).

N: Normalité de KOH (0,1N).

V: Volume de la chute de Burette KOH (ml).

M: Masse molaire de l'acide adapté pour l'expression =282,5 g/mol pour l'acide oléique.

m: la masse en gramme (g) de la prise d'essai.

III.2.2. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est une mesure permettant d'estimer la quantité de peroxydes présents dans une matière grasse. Les peroxydes sont des constituants caractéristiques de l'oxydation des acides gras insaturés, ils sont déterminés en se basant sur leur propriété de libérer l'iode de l'iodure de potassium dans les milieux acides. L'iode libéré est mesuré par la réaction avec le thiosulfate (LION, 1955).

Principe

Il est basé sur le traitement de l'huile en solution dans de l'acide acétique et du Chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI), le titrage de l'iode libéré se fait par une solution de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) à 0,01 N en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré selon la réaction suivante:

$$I_p = \frac{m \text{ O}_2 / \text{Kg}}{P} = N \cdot (v - v_0) \cdot 1000 / P$$

Soit :

I_p : Indice de peroxyde.

N : Normalité de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0,01N).

V_1 : Volume de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilisé dans le titrage (ml).

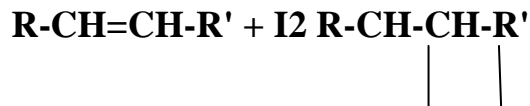
V_0 : Volume de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pour l'essai à blanc (ml). P: Poids de la prise d'essai (g).

III.2.3. Indice d'iode

Cet indice mesure globalement le degré d'insaturation d'une matière grasse en déterminant le nombre de grammes d'iode se fixant sur les doubles liaisons présentes dans 100g de lipides. Les matières grasses animales très saturées, ont des indices d'iode de l'ordre de 45, dans les huiles végétales, cette valeur atteint 150 (LION, 1955).

Principe

Il consiste en une addition, à une prise d'essai d'une solution de mono chlorure d'iode dans un mélange formé d'acide acétique et de tétrachlorure de carbone. Après un temps donné (30 min) de réaction, on détermine l'excès d'halogène par addition d'une solution d'iodure de potassium et d'eau distillée puis par titrage de l'iode libéré par une solution titrée de thiosulfate de sodium. Les réactions qui se déroulent sont les suivantes :



II

L'indice d'iode est exprimé par:

$$I_i (\text{g I}_2/100) = N \cdot (V_0 - V) \cdot 12,69/P$$

I_i : indice d'iode

V_0 : Volume (en ml) de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0,1 N) nécessaire pour titrer l'essai à blanc.

V : Volume (en ml) de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0,1 N) nécessaire pour titrer l'excès d'iode.

P : Prise d'essai (g) de l'échantillon.

N : Normalité de la solution de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0,1 N).

12,69 : Masse d'iode correspondant à 1ml de thiosulfate de sodium pour 100g de corps gras.

III.2.4 Dosage des chlorophylles

La teneur en chlorophylles dans les huiles est déterminée selon la méthode décrite par wolf basée sur une quantification par spectrophotométrie (*WOLF, 1968*)

Le principe

A l'aide d'un spectrophotomètre, on a effectué à la longueur d'onde 670 nm, les mesures de l'absorbance de chaque échantillon dans une cuve de 1cm d'épaisseur, en utilisant comme référence le solvant employé. La teneur en chlorophylle dans l'huile est exprimée en milligrammes par kilogramme de matière grasse est donnée par la relation suivante:

$$\text{Abs } 670 \times 106$$

$$\text{Chlorophylles (mg /Kg) } = \frac{\text{Abs } 670 \times 106}{613 \times 100 \times d}$$

$$613 \times 100 \times d$$

Avec :

- Abs 670 : absorbance à 670 nm
- d : densité de l'huile
- 613 : coefficient d'extinction de la chlorophylle dans l'huile

III.2.5.Extraction des composés phénoliques

2,5 g d'huile d'olive (à 0,001 g près) sont dissout dans 10ml d'hexane et 10 ml de solution méthanolique (méthanol/eau ; 60/40, v/v) sont placés dans un tube à centrifuger. On agite pendant 5minutes au Vortex. Après centrifugation, pendant 15 min à 3800 rpm, la phase méthanolique est récupérée et transférée dans une fiole jaugée de 50 ml. L'opération est reconduite 2 fois avec la solution méthanolique (méthanol /eau ;(60/20) V/V)(*OLLIVIER, 2004*).

III.2.5.1.Dosage des Polyphénols totaux (méthode de Folin-Ciocalteu)

Après extraction 2ml de l'extrait phénolique récupéré sont mis dans un flacon de 20ml et 5ml d'eau distillée sont ajoutés, suivis de 0,5ml du réactif de Folin-Ciocalteu ,Après 3min, 2ml d'une solution de bicarbonates de sodium (Na_2SO_3) (30%) introduites, le volume est ajusté à 20ml avec de l'eau distillée et le flacon est gardé à l'obscurité. Après 90min, L'absorbance est effectuée à 765nm (*FAVATI et al, 1994*).

Les concentrations des composés phénoliques de différents échantillons sont déterminées en utilisant une courbe d'étalonnage établi dans les mêmes conditions à l'aide de l'acide gallique de référence

IV. Analyse statistique

Le traitement statistique des résultats d'analyses physico-chimiques obtenus dans notre étude (densité, acidité, indice de peroxyde, etc.) a été réalisé grâce au logiciel **Stat box 6.4**. C'est une analyse de la variance à deux facteurs (Durée de stockage et type de stockage : soleil, lumière, obscurité et réfrigérateur). L'intégration des résultats de nos analyses s'est fait selon les seuils de probabilité suivants :

- Probabilité $\geq 0,05$ ~~différence non~~ significative (NS)
- Probabilité $\leq 0,01$ ~~différence sign~~ificative (S)
- Probabilité $\leq 0,05$ ~~différence haut~~ement significative (HS)
- Probabilité ≤ 0.001 ~~différence très~~ hautement significative (THS)

Résultats et discussion

L'objectif principal de cette étude a été d'évaluer l'effet des différentes conditions de stockage sur les caractéristiques physico-chimiques d'huile d'olive. Les conditions retenues dans cette étude sont : la lumière du jour, le soleil, la température de réfrigération et l'obscurité.

La durée de stockage maximale est de 2 mois. L'huile d'olive utilisée est celle obtenue par l'extraction selon la technique traditionnelle durant la campagne oléicole de l'année 2019.

II.Evaluation du degré d'altération de l'huile pendant le stockage

Dans notre étude, cette évaluation a été réalisée en déterminant un certain nombre de paramètres physico-chimiques. Les analyses ont été effectuées après 30 jours puis après 60 jours de stockage.

II.1.Evolution des paramètres physiques

II.1.1.La couleur

La couleur est le premier critère analysé dans l'évaluation de la qualité d'un aliment. Durant le stockage, des altérations sont susceptibles de se produire, notamment lors de la non maîtrise des conditions de l'entreposage. Ainsi, le déroulement de ces réactions d'altération se traduit par le changement de la couleur de l'aliment.

En comparant la couleur des huiles stockées à celle de l'huile juste après son extraction, la différence est bien visible (figure 4). Après son extraction, l'huile fraîche a une couleur jaune foncé. Cette couleur a été préservée lors de la conservation de cette huile au réfrigérateur et à l'obscurité, ce qui explique sa bonne conservation. En effet, les résultats d'analyses physico-chimiques obtenus sur les échantillons stockés dans ces deux conditions ont confirmé la stabilisation de la qualité. Par contre, les échantillons d'huile d'olive exposés à la lumière du jour et au soleil ont changé de couleur ; ce changement est plus apparent après 60 jours de stockage. La photo-oxydation est l'une des réactions de la dévaluation de la qualité des huiles alimentaires, mêmes lorsque celles-ci sont raffinées .

Par ailleurs, l'effet du soleil semble en être plus destructeur, en témoigne la perte quasi-totale de la couleur de cette huile. Ces résultats ont, donc, confirmé l'effet délétère de la chaleur sur les huiles polyinsaturées ; l'ensoleillement induit un frottement de molécules, ce qui augmente considérablement la température de l'huile et par conséquent la vitesse des réactions d'altération

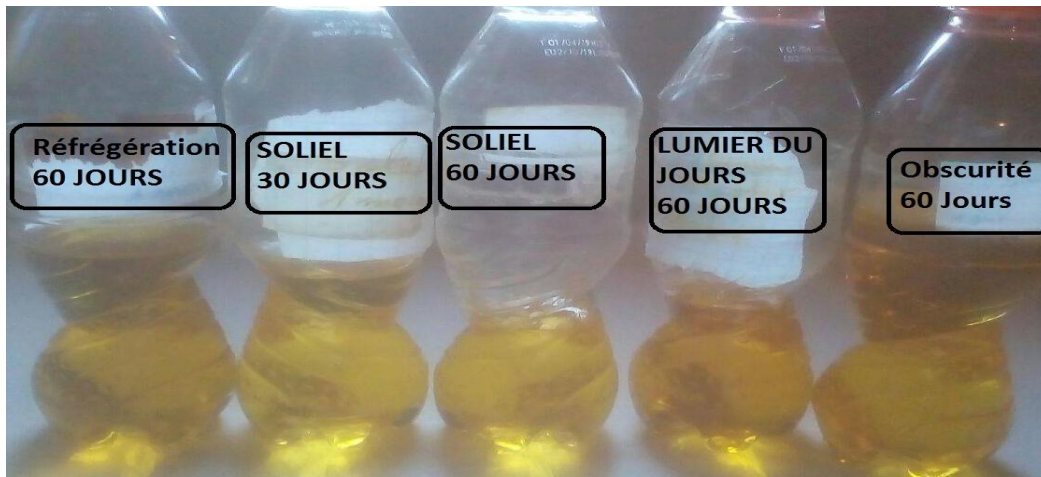


Figure 4 : Evaluation de la couleur de l'huile étudiée après 60 jours de stockage

II.1.2. L'humidité

L'eau et les composés volatiles sont déterminés par la perte de poids de l'échantillon chauffé à 103°C pendant un temps suffisant permettant l'élimination totale de l'eau de l'échantillon à analyser (*BENOSMAN et MACHAOUI, 2005*). Les résultats obtenus dans cette étude sont portés dans le tableau suivant :

Tableau IV: Variation de l'humidité des échantillons d'huile en fonction du type de stockage

Durée Type	0 jours	30 jours	60 jours
Réfrigérateur	0,092	0,092	0,084
Obscurité	0,092	0,071	0,074
Lumière du jour	0,092	0,100	0,161
Soleil	0,092	0,200	0,220
Norme du C. O. I.(2003)	0,2%		

Ces valeurs sont des résultats d'une seule répétition

L'huile d'olive fraîche utilisée dans cette étude a une humidité de 0,092% cette valeur est conforme à la norme fixée par le COI de 2003 qui est de 0,2%. Selon *LAVEE(1997)*, la teneur en eau diminue progressivement avec la maturation des olives utilisées en extraction.

L'entreposage de notre huile selon les conditions fixées dans notre étude a entraîné des modifications de leur taux d'humidité. La valeur maximale atteinte est estimée à 0,22%. Pour les échantillons exposés au soleil pendant 60 Jours, et une valeur minimale est à 0,071% pour l'échantillon stocké à l'obscurité.

L'humidification serait due à la formation de l'eau et des composés volatiles au cours des réactions d'oxydation. En effet, l'eau et le CO_2 constituent les produits terminaux de la décomposition des hydro peroxydes.

D'après la figure 5, on remarque que les valeurs de l'humidité des huiles stockées sous la lumière du jour et celle exposée au soleil sont supérieures à celle de huile maintenue à l'obscurité et à la température de réfrigération, quelque soit leurs durées de stockage. Cette différence est logique dans la mesure où les types de stockage de ces huiles sont totalement différents. L'huile d'olive est obtenue en incorporant de l'eau au cours de processus.

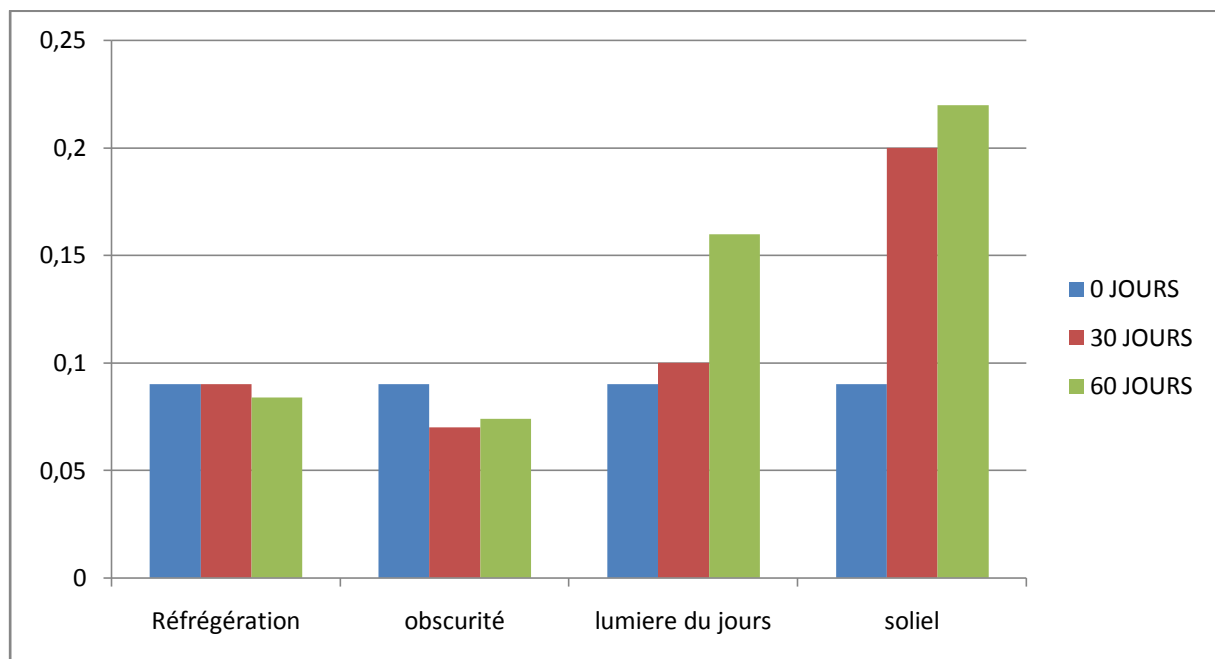


Figure 5 : Evolution d'humidité de l'huile stockée en fonction de la durée du stockage

II.1.3. Evolution de la densité

Selon *KARLESKIND (1992)*, la densité d'une huile renseigne sur le groupe systématique auquel elle appartient. La densité d'une huile est influencée par sa composition intrinsèque, la longueur de la chaîne hydrocarbonée ainsi que l'insaturation de ses AG constitutifs.

La densité de l'huile est fonction non seulement de l'insaturation, mais aussi de son état d'oxydation ou de polymérisation. Elle dépend de sa température et sa composition chimique.

La densité des AG et des glycérides diminue au fur et à mesure que leur poids moléculaire diminue et que le degré d'insaturation augmente (*WOLFF, 1968*). Les résultats obtenus dans notre étude sont intégrés dans le tableau

Tableau V :Variation de la densité a 20 C° des échantillons d’huile en fonction de type de stockage suivant :

Durée type	0 jours	30 jours	60 jours
Réfrigérateur	0,860	0,841±0,003	0,872± 0,002
obscurité	0,860	0,866± 0,001	0,871± 0,001
Lumière du jour	0,860	0,893± 0,001	0,893± 0,002
soliel	0,860	0,851± 0,001	0,900± 0,003
C.O.I	0,910 – 0,916		

Ces valeurs sont des moyennes de deux répétitions

D’après les résultats obtenus et portés dans le tableau et illustrés par la figure, nous remarquons que la densité de tous les échantillons est en augmentation. L’échantillon exposé au soleil présente la plus grande valeur, elle est égale à 0,90

On note une diminution des valeurs de la densité des échantillons stockés dans l’obscurité et à la température de réfrigération à 0,866 et 0,841 respectivement. L’augmentation de la densité peut être due à la formation des composés de haut poids moléculaire ; la diminution de la densité serait due à la formation des acides gras libres de poids moléculaire bas. L’effet délétère de la photo oxydation est plus grand que celui de l’auto-oxydation sur la densité de l’huile étudiée.

La densité d’une huile est influencée par sa composition intrinsèque et la composition en chaîne hydrocarbonée ainsi que l’insaturation des acides gras constitutifs. La densité des acides gras augmente en présence de fonction secondaire (alcool, cétone, etc.) sur les chaînes grasses. La densité diminue au fur à mesure que le poids moléculaire diminue et que le degré d’insaturation augmente

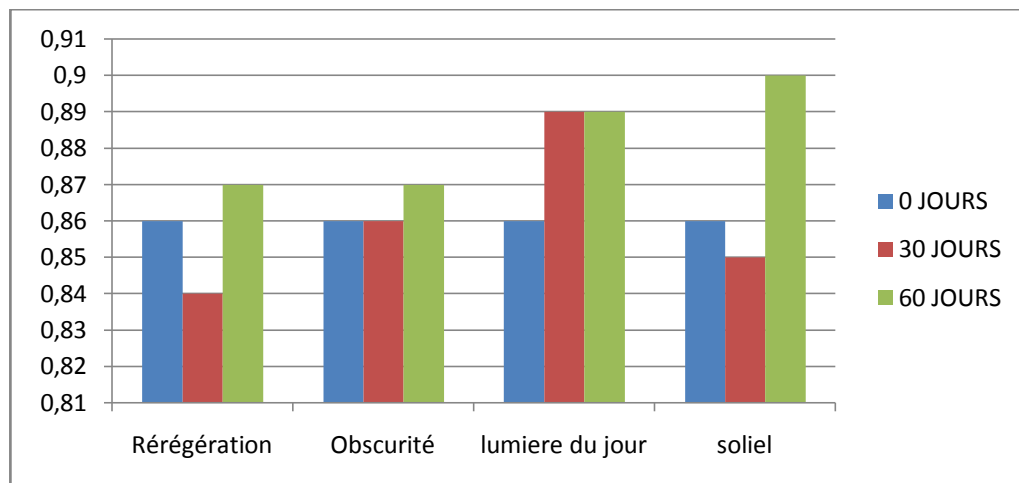


Figure 6: Evolution de la densité de l’huile stocker en fonction de la durée du stockage

L'analyse de la variance à deux facteurs (durée de stockage et type de stockage) révèle un effet très hautement significatif ($p= 0, 03462$) pour le facteur « type de stockage » et un effet non significatif ($p= 0,00183$) pour le facteur « durée de stockage ». L'interaction entre les deux facteurs est statistiquement non significatif ($p=0,476$). Le test de NEWMANKEULS au seuil de 5% a révélé que la densité est influencée uniquement par le type de stockage, en regroupant les échantillons dans deux groupes homogènes (A et B)

TableauVI: Analyse de la variance de la densité

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,008	15	0,001				
VAR.FACTEUR 1	0,003	3	0,001	4,765	0,03462		
VAR.FACTEUR 2	0,004	1	0,004	21,343	0,00183		
VAR.INTER F1*2	0,001	3	0	0,918	0,476		
VAR.RESIDUELLE 1	0,001	8	0			0,013	1,53%

II.1.4.Evolution de la viscosité :

La viscosité est la résultante de l'action des forces de frottement entre les différentes couches d'un fluide qui glissent les unes sur les autres ; ces forces de cohésion prennent naissance au niveau moléculaire (KALUME,2008).La mesure de la viscosité pourrait être un bon test pour apprécier l'état d'altération d'une huile (BESBES et al., 2005 ; SANCHEZ-GIMENO et al, 2008) Les résultats obtenus dans notre étude pour ce paramètre sont portés par le tableau suivant :

Tableau VII: Variation de la viscosité des échantillons d'huiles en fonction du type de stockage.

Durée Type de stockage	0 jours	30 jours	60 jours
Réfrigérateur	52,700	52,732±0,45	53,890±0,13
Obscurité	52,700	49,661±1,15	45,603±0,13
Lumière du jour	52,700	45,183±0,22	37,310±0,14
Soleil	52,700	48,620±0,029	41,451±0,024

Ces valeurs sont une moyenne de répétitions

Comme pour la densité, la viscosité des échantillons d'huile d'olive exposés au soleil et à la lumière du jour ont diminué, tandis que ceux entreposés à l'obscurité et au réfrigérateur ont augmenté

OLLE (1998) a constaté qu'une augmentation notable de la viscosité confère aux corps gras une consistance sirupeuse. Ceci s'expliquerait par l'accroissement de l'intensité des forces d'attractions intermoléculaires des lipides. Par contre, la diminution de la viscosité peut être

expliquée par l'hydrolyse des liaisons d'AG, suite à l'augmentation de la teneur en eau. Le pourcentage d'augmentation le plus élevé a été enregistré pour l'huile exposée au soleil

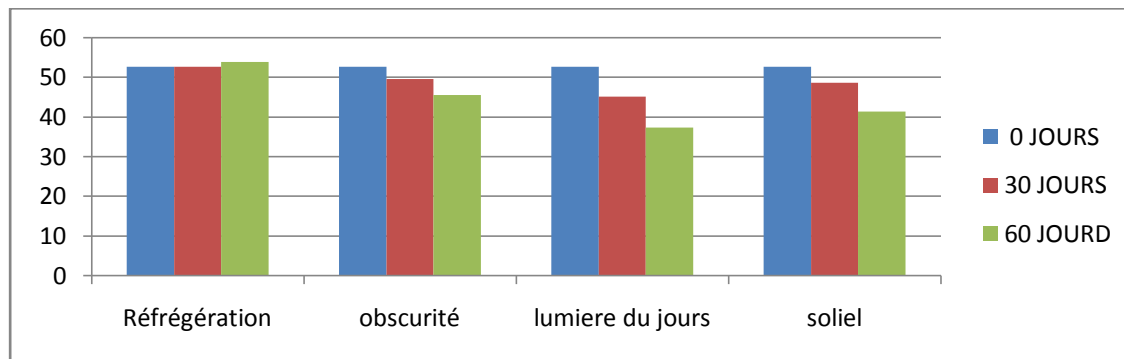


Figure 7: Evolution de la viscosité des huiles stocker en fonction du la durée de stockage

Les résultats obtenus dans notre étude ont été soumis à une analyse de la variance à deux facteurs à savoir le type et la durée de stockage. Il ressort de ce traitement que le facteur « type de stockage » a un effet très hautement significatif ($p=0,00002$) sur la viscosité et la « durée de stockage » agit sur cet indice de manière très hautement significative ($p=0,00027$), l'interaction entre ces deux facteurs a révélé un effet hautement significatif ($p=0,00214$) sur la viscosité de l'huile, le test de NEWMAN-KEUL seuil de 5%, a réparti les échantillons dans quatre groupes homogènes (A, B C et D)

Tableau VIII : Analyse de la variance de la viscosité

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	398,714	15	26,581				
VAR.FACTEUR 1	266,448	3	88,816	59,046	0,00002		
VAR.FACTEUR 2	61,231	1	61,231	40,707	0,00027		
VAR.INTER F1*2	59,001	3	19,667	13,075	0,00214		
VAR.RESIDUELLE 1	12,034	8	1,504			1,226	2,63%

II.2. Evolution des paramètres chimiques

II.2.1. Acidité

L'acidité est un facteur de qualité de l'huile d'olive ; il renseigne sur l'altération de celle-ci par hydrolyse de certains composés. Elle renseigne principalement sur l'altération des TG suite à une hydrolyse chimique ou enzymatique dans les conditions propices (*TANOUDI et al, 2011*). L'acidification est une caractéristique fondamentale de la qualité de l'huile d'olive, plus la valeur est élevée plus la qualité de produits est mauvaise (*VIELLET, 2010*)

Tableau IX : Variation d'acidité des échantillons d'huile en fonction de type de stockage

Durée type	0 jours	30 jours	60 jours
Réfrigérateur	2,201	2,252±0,015	2,300±0,004
Obscurité	2,201	2,633±0,001	2,722±0,008
Lumière du jour	2,201	3,101±0,0015	3,803±0,0005
Soleil	2,201	3,900±0,0011	4,502±0,0004
C.O.I (2015)	2%		

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

D'après les résultats obtenus, on constate que l'acidité libre d'huile stockée dans les quatre conditions augmente en fonction de type et la durée de conservation (30 et 60 jours) .

D'après les résultats illustrés par la figure , le pourcentage de l'acidité des huiles stockées dans les différentes conditions se situe entre 2,201% pour l'huile fraîche et 4,502% pour l'huile stockée sous le soleil.

A partir des résultats, on remarque que l'acidité de l'huile « témoin » dépasse la limite établie par le conseil oléicole international. Les facteurs responsables de l'acidification de l'huile d'olive sont liés au non-respect des bonnes pratiques de récolte et de fabrication d'huile.

Cet indice est aussi lié à la fraîcheur sanitaire des olives triturées, à la maîtrise de procédé technologique mis en œuvre pour la conservation stockage et la transformation de la matière première ainsi qu'au degré de maturité des fruits (*SEKOUR, 2012*). (*C.O.I, 2005 ; Codex Alimentarius, 2003*)

À partir des résultats, on remarque une différence hautement significative de l'acidité en fonction du temps de stockage. Après le stockage des échantillons dans différentes conditions

pendant un et deux mois, on note des valeurs d'acidité comprises entre 2,201% et 4,502%. L'huile stockée à la température de réfrigération présente des valeurs les plus faibles en acidité (2,252%), proches de celle de l'huile d'olives « témoin » avant le stockage.

Les huiles stockées à la lumière du jour et sous le soleil ont enregistré une des valeurs d'acidité les plus élevées, soit 3,80% après 1 mois de stockage pour huile stockée à la lumière du jour, et 4,502% après 60 jours de stockage pour l'huile stockée sous le soleil.

La lumière, l'oxygène et la température influencent négativement la qualité de l'huile d'olive. La dégradation des lipides par l'oxygène est la cause majeure de la détérioration des corps gras pendant le stockage. La lumière active le phénomène de l'oxydation en accélérant la réaction d'initiation. La température favorise également l'oxydation en augmentant la vitesse de décomposition des peroxydes.

Les AG saturés ne se décomposent qu'à une température élevée. L'acidification des échantillons stockés sous la lumière du jour et soleil résulte d'après *SERVILLI* (2008) de l'hydrolyse d'un, deux ou trois liaisons esters. L'hydrolyse peut être de nature enzymatique (action des lipases) ou chimique et elle conduit à la formation d'acides gras libres et de glycérides partiels.

Ce phénomène ne s'observe pratiquement jamais sur les huiles raffinées, car les enzymes responsables sont éliminées au cours de raffinage. Il peut cependant intervenir sur les huiles brutes (cas de l'huile d'olive) (*ALUYOR et ORIJEU, 2008*). Les acides gras (AG) libérés sont préjudiciables à la qualité du corps gras ; ils s'oxydent plus vite et donnent un goût désagréable (*DEL NOBILE ET AL, 2003*).

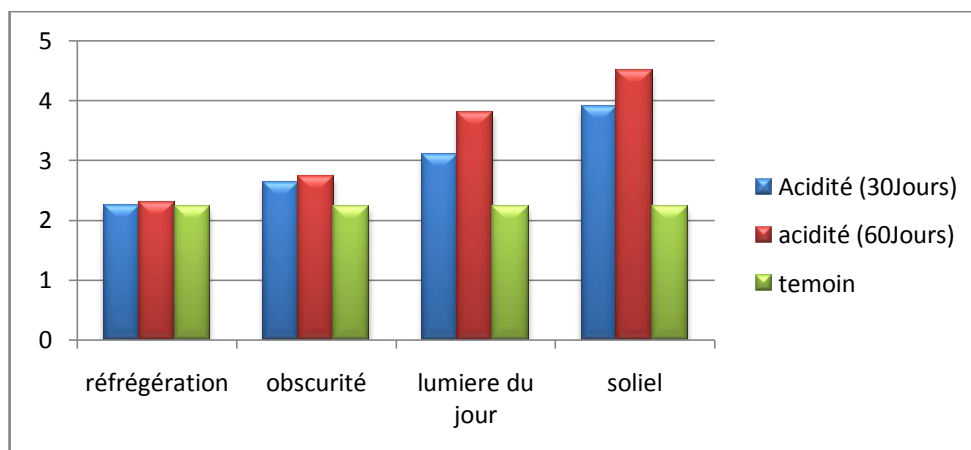


Figure 8 : Evolution de l'acidité des huiles stockées en fonction de la durée de stockage

Nos résultats ont été soumis à une analyse de la variance à deux facteurs, à savoir le type et la durée de stockage. Il ressort de ce traitement que le facteur « type de stockage » a un effet très hautement significatif ($p = 0,00001$) sur l'acidité de l'huile étudiée, quant à la « durée de stockage » montre un effet très hautement significatif ($p=0,00021$) sur l'acidité. L'interaction entre le type et la durée de stockage ressort un effet hautement significatif ($p=0,00234$) sur l'acidité de l'huile. Le test de NEWMAN-KEUL au seuil de 5% a regroupé les échantillons dans deux groupes homogènes (A et B)

Tableau XI: Analyse de variance de l'acidité

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	9,273	15	0,618				
VAR.FACTEUR 1	7,157	3	2,386	101,708	0,00001		
VAR.FACTEUR 2	1,035	1	1,035	44,138	0,00021		
VAR.INTER F1*2	0,893	3	0,298	12,695	0,00234		
VAR.RESIDUELLE 1	0,188	8	0,023			0,153	4,94%

II.2.2. Evolution de l'indice de peroxyde

Il estime 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, etc.). Cette auto-oxydation conduit dans un premier temps à la formation de peroxydes (ou hydro peroxydes) qui se décomposent ultérieurement en dérivés carbonylés aldéhydes et hydro cétones (responsables de l'odeur de rance) et en divers produits oxygénés (alcools, acides...) (TANOUTI *et al*, 2011).

Tableau XII: Variation de l'indice de peroxyde des échantillons d'huile en fonction de type de stockage

Durée Type	0 jours	30 jours	60 jours
Réfrigérateur	4,104	4,200± 0,5	5,021±0,28
Obscurité	4,104	7,101±0,28	10,304± 0,5
Lumière du jour	4,104	15,503±0,57	18,405±0,86
Soleil	4,104	17,302±1,73	21,010± 1,5
CE	Max 20 méq O ₂ /kg		

Ces résultats sont des moyennes de deux répétitions

La détermination de l'indice de peroxyde est la méthode la plus appropriée pour la mesure de ces composés peroxydes. Pour les quatre échantillons d'huile d'olive analysés (stockés dans différentes conditions : réfrigération, obscurité, lumière du jour et soleil), on a enregistré des valeurs de peroxyde inférieures à 20 méq O₂/kg. Ces valeurs restent basses et dans les normes

fixées par le C.O.I pour l'huile d'olive 20 méq O₂ /Kg, sauf l'échantillon stocké sous le soleil pendant 60 jours, pour lequel la valeur maximale est enregistrée 21,010meq O₂ /Kg. L'étude effectuée par Lardjan et Haffaf en 2018 sur huile « fleorial » a confirmé l'augmentation de l'indice de peroxyde en fonction de type de stockage. Les pourcentages de l'augmentation de cet indice dans l'huile stockée sous le soleil et lumière du jour sont respectivement de 514,63% et 448,78%.

Il faut noter que l'IP augmente avec la maturité des olives, et surtout à la suite d'un choc thermique, consécutivement à un gel (ANONYME, 2014) ou à un processus de fabrication défectueux. Le stockage inadapté ou prolongé, est également une des causes.

Selon les résultats consignés dans le tableauXII, l'indice de peroxyde présente une évolution similaire à celle de l'acidité. La plus petite valeur est celle des échantillons stockés au réfrigérateur (4,2meq /Kg), mais la plus grande valeur correspond à celle des échantillons stockés sous le soleil pendant 60 jours(21,01meq /Kg).

Ces résultats indiquent que le stockage de l'huile d'olive pendant une longue période à la lumière et à des températures élevées influe négativement sur l'état oxydative de huile. On remarque que l'indice de peroxyde (IP) oscille entre 4,20 pour l'échantillon stocké au réfrigérateur pendant 30 jours ; il est de 17,302méq O₂ actif / kg d'huile d'olive stocké sous le soleil. Ces valeurs restent inférieures à la norme commerciale du Conseil Oléicole International de 2011, pour les huiles d'olives (≤ 20 méq O₂actif / kg d'huile olive).

Cependant, les échantillons stockés sous le soleil pendant 60 jours ont des valeurs d'IP dépassant la limite établie par le COI. Ceci peut être expliqué par une oxydation des huiles d'olive sous les conditions de stockage. Certains facteurs favorisant (température élevée, eau, enzyme, trace de métaux, Cu, Fe); cette oxydation ou rancissement aldéhydique conduit dans un premier temps la formation de peroxydes ou (hydro peroxyde) qui se décompose ultérieurement en dérivés carbonyles aldéhydes et hydrocarbure et en divers produits oxygénés (alcool, et acides) (TAOUTI *et al*, 2011).

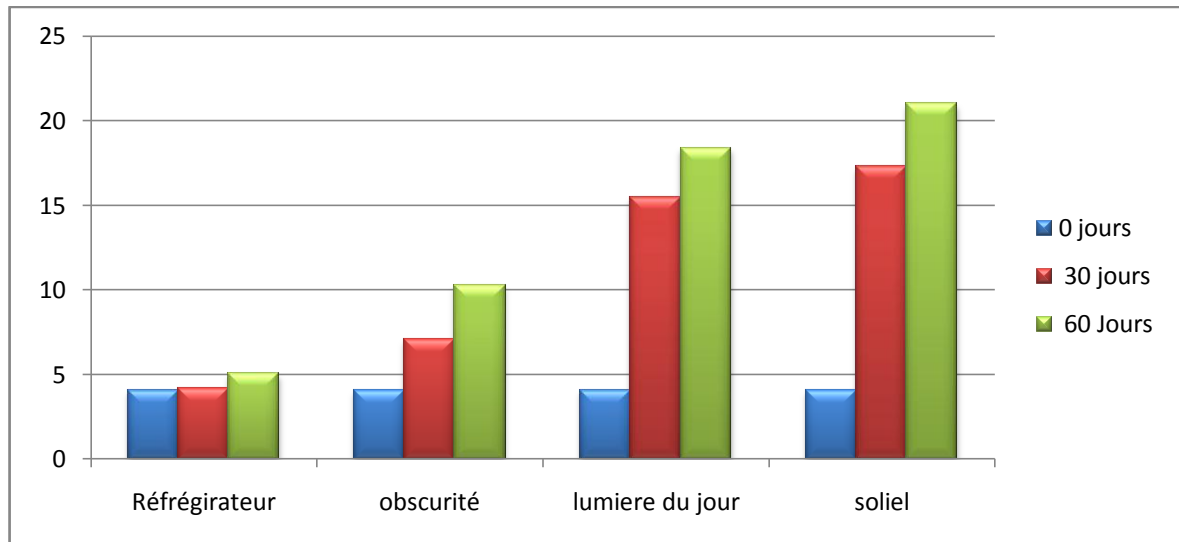


Figure 9: Evolution de l'indice de peroxyde des huiles stocker en fonction de la durée de stockage

Nos résultats ont été soumis à une analyse de la variance à deux facteurs, à savoir le type et la durée de stockage. Il ressort de ce traitement que le facteur « type de stockage » a un effet très hautement significatif ($p = 0,00001$) sur L'indice de peroxydes de l'huile étudiée, quant à la « durée de stockage » montre un effet hautement significatif ($p=0,00563$) sur l'indice de peroxyde. L'interaction entre le type et la durée de stockage ressort un effetno significatif ($p=0,51993$) sur l'indice de peroxyde de l'huile, Le test de NEWMAN-KEUL Sau seuil de 5% a regroupé les échantillons dans deux groupes homogènes (A et B)

Tableau XIII : Analyse de la variance de l'indice de peroxyde

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	607,348	15	40,49				
VAR.FACTEUR 1	561,342	3	187,114	99,949	0,00001		
VAR.FACTEUR 2	26,42	1	26,42	14,113	0,00563		
VAR.INTER F1*2	4,609	3	1,536	0,821	0,51993		
VAR.RESIDUELLE 1	14,977	8	1,872			1,368	11,11%

II.2.3. Evolution de l'indice d'iode

L'indice d'iode permet de mesurer le degré d'insaturation globale d'une matière grasse. Il pourra nous renseigné sur la stabilité oxydative de l'huile (*VINAIXA et al, 2005*).

Tableau XIV: Variation de l'indice d'iode des échantillons d'huiles en fonction du type de stockage.

Durée type	0 jours	30 jours	60 jours
Réfrigérateur	95,102	94,453±1,20	92,101±1,93
Obscurité	95,102	89,221±1,90	86,350±2,56
Lumière du jour	95,102	78,552±±1,5	69,402±2,80
Soleil	95,102	70,410±2,10	61,603±1,90
C.O.I (2015)	75 - 94 g I ₂ /100g		

Ces résultats sont des moyennes des deux répétitions

Cet indice, comme le montre le tableau XIV diminue plus rapidement dans les échantillons stockés à la lumière du jour et sous le soleil. En revanche, les échantillons stockés à la température de réfrigération ont gardé pratiquement les mêmes valeurs que celles de l'huile initiale (avant la conservation), les valeurs enregistrées sont de 94,453g I₂/100g pour l'échantillon stocké pendant 30 jours et 92,101g I₂/100g pour l'échantillon stocké pendant 60 jours.

La diminution de l'indice d'iode est liée à la perte des liaisons éthyléniques des AGI suite à l'oxydation. Selon *MILLER et WHITE (1988)*, cette diminution est attribuée à des réactions de polymérisation se produisant au cours du stockage de l'huile à une température élevée.

D'après *GERTEZ, (2008)*, l'indice d'iode est inversement proportionnel à la durée et condition de stockage. Cette diminution a coïncidé avec l'augmentation des valeurs de l'indice de peroxyde ; l'oxygène moléculaire se fixe sur les doubles liaisons induisant la formation des peroxydes et par voie conséquence une diminution de nombre de double liaisons mis en évidence la chute de l'Ii. (*GRANDGIRARD et JULLIARD, 1987*)

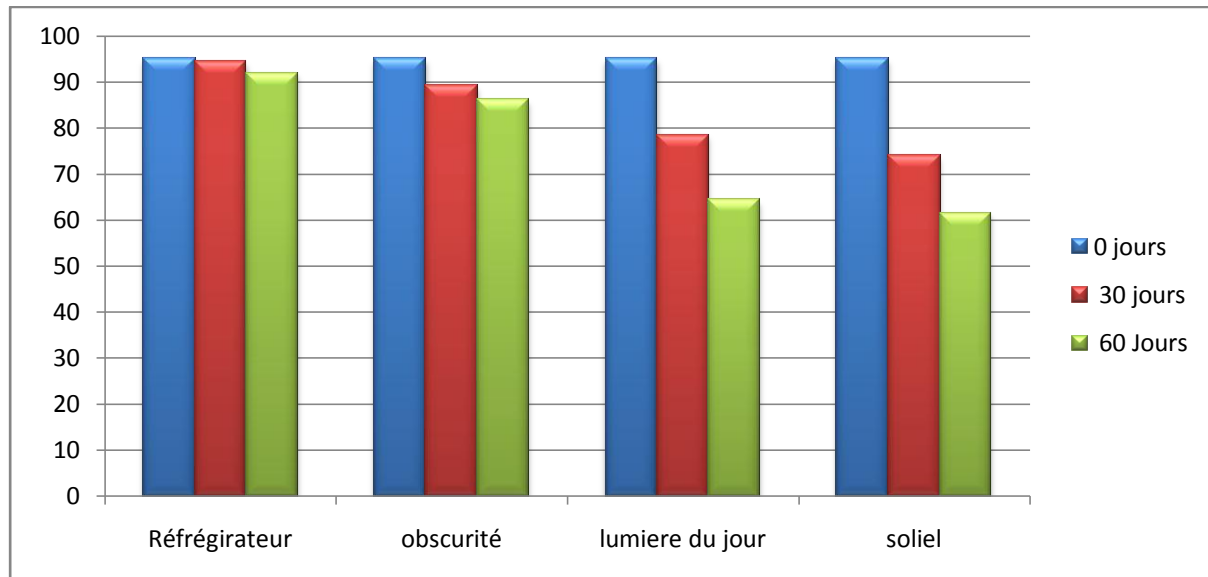


Figure 10: Evolution de l'indice d'iode des huiles stocker en fonction de la durée de stockage

Nos résultats ont été soumis à une analyse de la variance à deux facteurs, à savoir le type et la durée de stockage. Il ressort de ce traitement que le facteur « type de stockage » a un effet très hautement significatif ($p = 0$) sur L'indice d'iode de l'huile étudiée, quant à la « durée de stockage » montre un effet très hautement significatif ($p=0,00019$) sur l'indice de d'iode . L'interaction entre le type et la durée de stockage ressort un effet no significatif ($p=0,08481$) sur l'indice d'iode de l'huile Le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% a regroupé les échantillons dans deux groupes homogènes (A et B)

Tableau XV: Analyse de la variance de l'indice d'iode

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	2008,99	15	133,933				
VAR.FACTEUR 1	1804,374	3	601,458	186,709	0		
VAR.FACTEUR 2	148,17	1	148,17	45,996	0,00019		
VAR.INTER F1*2	30,675	3	10,225	3,174	0,08481		
VAR.RESIDUELLE 1	25,771	8	3,221			1,795	2,25%

II.2.5 Evolution du taux de composés phénoliques

Les composés phénoliques ou les polyphénols sont responsables de la bonne stabilité et de l'oxydation des huiles d'olives vierges. En plus des propriétés antioxydant, ces composés possèdent d'intéressantes propriétés nutritionnelles et organoleptiques (*BENAZIZA et SEMAD, 2016*). Selon *OLLIVIER et al. (2004)*, certains composés phénoliques confèrent aux huiles vierges une saveur amère et une sensation piquante.

Les composés phénolique jouent un rôle très important dans la caractérisation et la valeur nutritionnelle des huiles (*BRENES, 2002*). Ils peuvent agir comme antioxydants en aidant le corps

à renforcer son système de défense contre les anomalies liées au stress oxydatif telles que les maladies cardiovasculaires, le cancer et le processus inflammatoire (ROJAS *et al*, 2005).

Les polyphénols passent dans l'huile lors de son extraction. Les ortho diphénols (comme l'hydroxytyrosol, l'acide caféique et l'oleuropéine), présents dans l'huile d'olive sont considérés comme des antioxydants naturels qui protègent l'huile contre l'oxydation. Ils lui confèrent une meilleure stabilité lors du stockage, une saveur amère et une sensation de piquant (TANOUDI *et al*, 2011).

Les concentrations des composés phénoliques de différents échantillons sont déterminées en utilisant une courbe d'étalonnage établi dans les mêmes conditions à l'aide de l'acide gallique de référence (Annexe10)

Tableau XVI: Variation de la teneur en composés phénolique des échantillons d'huile en fonction du type de stockage

Durée type	0 jours	30 jours	60 jours
Réfrigérateur	280	240 ±1,114	225±1,414
Obscurité	280	218±1,404	210±1,312
Lumière du jour	280	180±2,828	110±2,120
Soliel	280	125±2,121	70±00

Ces résultats sont des moyenne de deux répétitions

Les résultats de dosages des taux de composés phénoliques sont portés dans le tableau ; ces données obtenues montrent que le huile d'olive étudiée renferme une quantité appréciable de composés phénoliques, soit 280 mg /Kg.

On observe une diminution hautement significative des teneurs en polyphénols totaux dans l'huile stockée sous le soleil et à la lumière du jour qui sont respectivement 110 mg/Kg à 70mg/kg d'huile d'olives. Cette diminution peut s'expliquer par plusieurs facteurs. La présence ou absence de la lumière augmentation ou diminution de température et le stockage a longue ou courte durée il y a une décomposition avec l'augmentation de température.

Les variations des teneurs en polyphénols observées est due à la variation des conditions de stockage des quatre échantillons. L'huile d'olive est connue pour sa teneur élevée en composés phénoliques par rapport aux 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.

Les composés phénoliques sont liés à la stabilité de l'huile, notamment, pour leurs propriétés biologiques. Actuellement, plusieurs composés phénoliques contenus dans l'huile d'olive, principalement l'hydroxytyrosol et ses dérivés, (BENDIDNI, 2007)

De nombreux phénols font partie des antioxydants primaires, réagissant avec des radicaux lipidiques, en les convertissant en des produits thermodynamiquement plus stables. Des composés, tels le butylhydroxytoluène (BHT), le butylhydroxyanisole (BHA), les acides phénols, etc., suivent le mécanisme des antioxydants primaires (BENDIDNI, 2007)

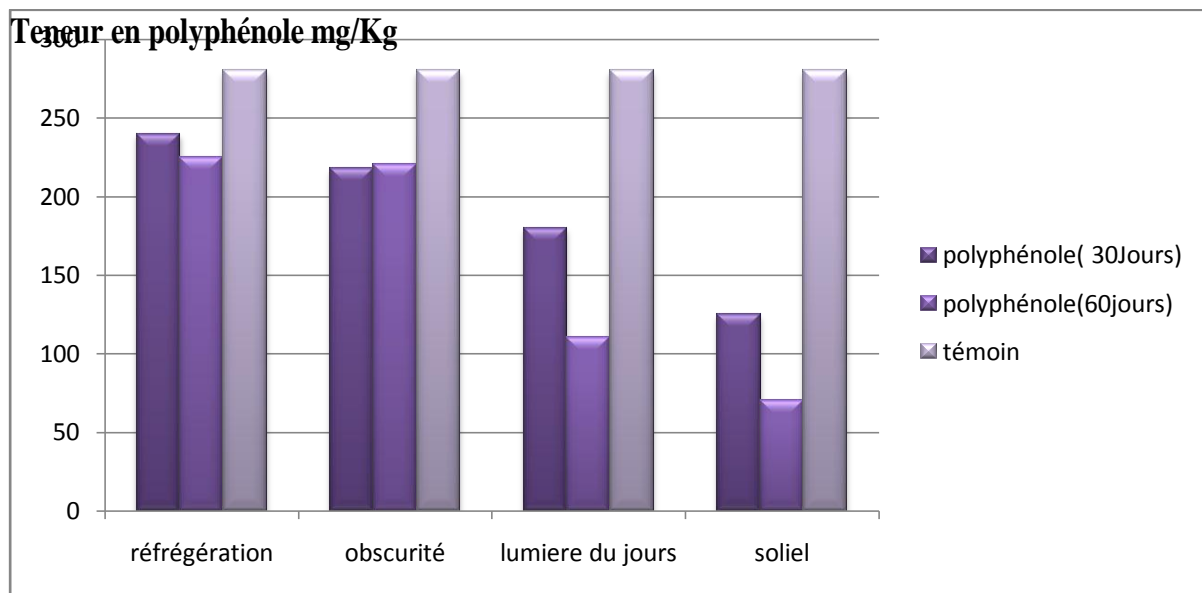


Figure 11: Variation de la teneur en composés phénoliques des échantillons d'huiles en fonction de la durée de stockage (mg/Kg).

L'analyse statistique à deux facteurs (type et durée de stockage) a révélé un effet très hautement significatif ($p=0$) du type de stockage et un effet très hautement significatif ($p=0$) de la durée de stockage sur les composés phénoliques. L'interaction entre ces deux facteurs a montré un effet très hautement significatif ($p=0$). Le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% révèle que la teneur est influencée par le type de stockage,

Tableau XVII : Analyse variance du teneur en composés phénoliques

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	55703,94	15	3713,596				
VAR.FACTEUR 1	47708,19	3	15902,73	4463,924	0		
VAR.FACTEUR 2	5076,563	1	5076,563	1425	0		
VAR.INTER F1*2	2890,688	3	963,563	270,474	0		
VAR.RESIDUELLE 1	28,5	8	3,563			1,887	1,10%

II.2.5 Evolution du teneur en chlorophylle

L'huile d'olive contient des composés mineurs qui lui confèrent ses qualités organoleptiques et nutritionnelles. Parmi ces composés mineurs les pigments, qui en raison de leur caractère antioxydant dans l'obscurité et pro-oxydant dans la lumière, semblent jouer un rôle important dans la stabilité oxydative de l'huile au cours de son stockage (*BEN TEKAYA et al, 2005*) et dans la préservation de sa qualité (*GIUFFRIDA et al, 2007*).

Deux types de pigments sont présentent dans l'huile d'olive, les chlorophylles et les caroténoïdes. Leurs contenu est paramètre de qualité primordial car il est en corrélation avec la couleur qui est le premier attribut de l'huile d'olive vierge évaluée par les consommateurs (*ZEGANE et al, 2014*).

Tableau XVIII : Variation de la teneur en chlorophylle de l'huile en fonction du type de stockage

Durée type	0 jours	30 jours	60 jours
Réfrigérateur	4,800	4,512±0	3,880±0
Obscurité	4,800	4,432±0,012	3,532±0,024
Lumière du jour	4,800	2,201±0,016	1,601±0,012
Soliel	4,800	1,711±0,024	1,202±0,016

Ces résultats sont des moyenne de deux répétions

La chlorophylle est un composant caractéristique de l'huile d'olive à laquelle elle donne une couleur verdâtre ; sa teneur varie en fonction de facteurs biologiques, la condition et la durée de stockage.

La teneur en chlorophylle de l'huile d'olive utilisée dans notre étude est 4,8mg/Kg. Cette teneur en chlorophylle diminue au cours du stockage de cette huile. Les valeurs ont atteint 4,5mg/kg d'huile stockée au réfrigérateur, 4,432 mg /Kg pour l'huile stockée à l'obscurité. La teneur la plus faible en chlorophylles se situe entre 1,711 et 1,202mg/Kg après 60 jours de stockage, Cette baisse est due au déroulement de la réaction d'oxydation des chlorophylles par les peroxydes (*GANDUL-ROJAS ET MINGUEZ, 1996*).

GEORGE BLEKAS et al, (1995) ; BENTAKAYA (2007) et al, ont montré en effet que les pigments de chlorophylle sont dotés d'un pouvoir pro-oxydant lorsque l'huile est exposée à la lumière et d'une action anti-oxydante à l'obscurité

Il est donc nécessaire, lors de l'évaluation de la stabilité photo-oxydative de l'huile étudiée, de tenir compte des teneurs totales en chlorophylles et en phénophytine produites de leur décomposition. La molécule de chlorophylle passe à un état excité, suite à l'absorption d'un photon lumineux ($h\nu$) (*RAHMANI, 2007*)

Lors de cet état métastable, de courte durée de vie, l'excitation à l'oxygène atmosphérique dissout dans l'huile. L'oxygène excité ainsi obtenu possède un excès d'énergie d'environ 22 Kcal/mole par rapport à l'oxygène atmosphérique (RAHMANI, 2007)

Les travaux de recherche de RAHMANI (2007) et ceux de KIRITSAKIS et OSMAN (1995) ont montré que la vitesse de la réaction de photo-oxydation de l'huile d'olive croît avec les concentrations de chlorophylles ou de phosphatines qui lui sont ajoutées. Les chlorophylles se trouvent ainsi directement impliquées dans les phénomènes oxydatifs.

La chlorophylle excitée transforme, en première étape, l'oxygène moléculaire à l'état triplet en une forme excitée connue sous le nom d'oxygène singlet (1O_2). La réactivité de la molécule à l'état singlet est supérieure à celle de la même molécule à l'état triplet (3O_2). Le radical ROO formé arrache ensuite un proton à la molécule de chlorophylle et aboutit à la formation d'un radical libre de la chlorophylle. Ce radical (Chl) se combine ensuite à l'oxygène pour donner lieu à la formation d'une molécule incolore qui se traduit par une perte de la couleur de l'huile

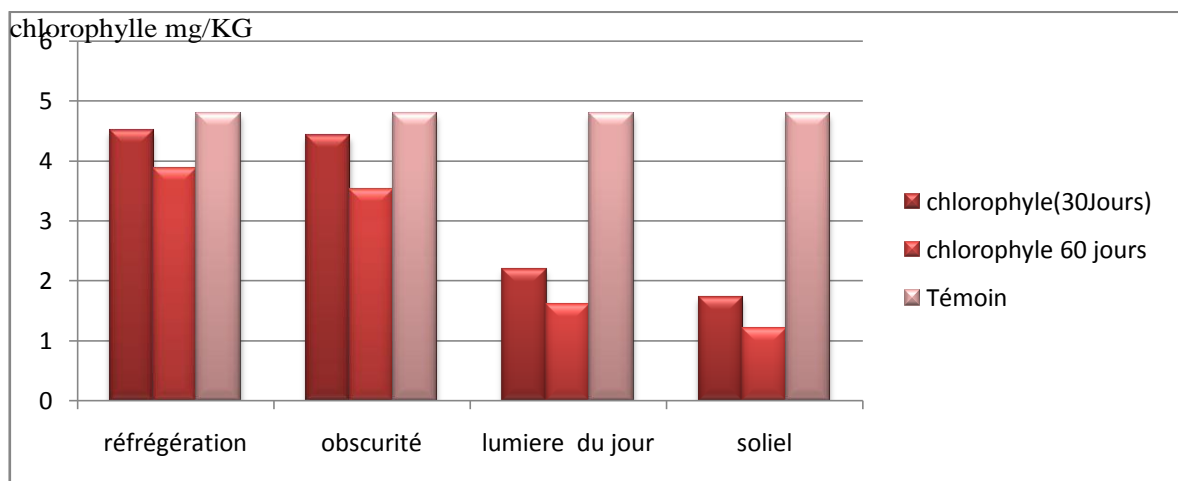


Figure 12: variation du teneur en chlorophylles des échantillons d'huiles en fonction de la durée de stockage .

L'analyse statistique à deux facteurs (type et durée de stockage) a révélé un effet très hautement significative ($p=0$) du type de stockage et un effet très hautement significatif ($p=0$) de la durée de stockage sur la teneur en chlorophylle. L'interaction entre ces deux facteurs a montré un effet hautement significatif ($p=0,00001$). Le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% révèle que teneur en est influencé par le type de stockage, en regroupant les échantillons en 4 groupes (A, B, C, F)

Conclusion

Conclusion

La stabilité oxydative d'une huile dépend en particulier de la nature et la teneur de ses acides gras insaturés. Ainsi, les huiles raffinées issues de graines oléagineuses sont les plus insaturées ; elles sont les moins stables à l'oxydation, et ce d'autant plus que le nombre de doubles liaisons sur les AG est élevé.

Contrairement à ces huiles, l'huile d'olive riche en acides gras insaturés et en molécules anti-oxydantes est moins oxydable. Cette stabilité est due à sa teneur élevée en polyphénols ; ces molécules mineurs sont susceptibles d'exercer une action protectrice anti-oxydante. Néanmoins, les conditions de leur entreposage mal contrôlées sont susceptibles de l'altérer.

L'objectif principal de cette étude a été d'évaluer l'effet des différentes conditions de stockage sur les caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive. Les conditions retenues dans cette étude sont : la lumière du jour, le soleil, la température de réfrigération et l'obscurité. Ces échantillons d'huile d'olive ont été stockés pendant deux (2) mois.

L'huile d'olive utilisée est celle obtenue par l'extraction selon la technique traditionnelle durant la campagne oléicole de l'année 2019. Ainsi, divers indices physicochimiques (teneur en eau, densité, viscosité, taux des composés polaires, l'acidité, l'indice de peroxyde, l'indice d'iode, l'indice de saponification, taux des composés phénoliques, taux des chlorophylles) ont été déterminés.

Après 60 jours de stockage, il ressort de cette étude l'effet significatif de l'exposition de l'huile d'olive au soleil et à la lumière du jour sur la dégradation de sa qualité. Les échantillons d'huile exposés au soleil ont perdu la couleur initiale de l'huile. Ces échantillons ont subi une forte acidification et oxydation.

Ainsi, l'étude des conditions de stockage a montré que l'exposition de ces huiles au soleil et à la lumière du jour est dommageable pour cette catégorie d'huiles riches en dépit de sa teneur élevée en acides gras mono-insaturés peu réactifs et surtout hautement riche en molécules anti-oxydantes.

En conséquence, la conservation de l'huile d'olive dans de bonnes conditions (à l'abri de la lumière et à basse température) permet de maintenir leur qualité nutritionnelle, en préservant sa teneur en acides gras insaturés, vitamines, ainsi que leur qualité sensorielle, en retardant l'apparition des composés volatils responsables du goût de rance ainsi que les premiers signes perceptibles d'une dégradation de cette huile.

Références

Bibliographiques

Référence bibliographique

A

ARGENSON C., REGIS S., JOURDAIN J.M. ET VAYSSE P. , L'olivier, monographie, CTIFL, 1999.

ARGEBSO C. (2008). La culture de l'olivier dans le monde, ses productions, les tendances. Le Nouvel Olivier. 61: 8-11.

APRICIO R., FERREIRO L. ET ALONSO V. 1994. Effect on the chemical composition of, virgin olive oil. *Analytica chimica Acta*, (252) :235-24

ANONYME, 2014 Association Française Interprofessionnelle de l'Olive (AFIDOL), 2014)

B

BENABID H., (2009).Caracterisation de l'huile d'olive Algerienne Apporte des méthodes chimioetrique (Institut de la nutrition de l'alimentation et des technologie agroalimentaire, *INATAA*).

BESBES., BELEKER C., DEROANNEC., IOGNAY G.,DRIRAN.,ATTIAH. (2005).

Heating effects on some quality characteristics of dat seed oil. *Food chemistry*, 91, p. 469-476.

BENOSMAN R. et MAMCHAOUI., (2005). Contribution au contrôle de qualité physicochimique d'échantillons d'huiles d'olives. *Mém. Ing. Bio. Université de Tlemcen*, p103.

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

BELAICHE T. 2001. Effet de la contamination par *Aspergillus Flavuse* et *Aspergillusochraceus* sur la qualité des olives. *Med ResRev*, N°22, 65- 75

BOSKOU D., BELEKAS G., TSIMIDOU M., Olive oil composition, in *Olive Oil, chemistry and technology* (ed. D. Boskou), American oil Chemists society Press, Champaign Illinois, pages41-72, 2006.

BURTON G.W., INGOID K.U., Vitamin E: Application of the principles of physical organic Chemistry to the exploration of its structure and function, *Accounts of Chemical Research*, 19, pages 194-201, 1986.

BENTAKAYA I., MNASSER H., Effet des chlorophylles, du bétacarotène, de l'alphatocophérol, du tyrosol et de leurs interactions sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive tunisienne, *Oilseeds and fats- Crops and Lipids*, 14, N° 1, pages 60 – 67, 2007.

BEN TEMIM S., TAAMALI W., BACCOURI B., ABAZA L., DOUADI D. ET ZARROUK M., Changes in olive oil quality of Chetoui variety according to origin of plantation, *Journal of food lipids*,13, pages 88-99, 2006.

BERRA G., DE GASPERI R., Qualità nutrizionale del l'olio di oliva. In: III Congresso internazionale sul valore biologico dell'olio d'oliva-la Conea, Creta (Grecia), 8-12 settembre , page 427, 1980

BENDINI A, CERRATANI L, CARRASCO-PANCORBO A, MARIA GOMEZ CARAVACA A, SeguraCarretero A, Fernandez-Gutiérrez A and G Lercker, Phenolic Molecules in virgin olive oils: a Survey of Their Sensory Properties, Health Effects, Antioxidant Activity and Analytical Methods, An Overview of the last Decade, *Molecules*, 12, pages 1679-1719, 2007

C

CUVELIER ME et MAILLARD MN.(2012). *Stabilité des huiles alimentaires au cours de leur stockage. Oléagineux Corps Gras Lip. (19) 2, p 125-132.*

CASA DEI , First Results on Detection of Adulterated Olive Oil Products with Hazelnut and/or Esterified Oils by HPLC of Triglycerides, *Rivista Italiana Sostanze Grasse.*, 64, 1978

CIMATO A. 1997. La qualité de l'huile d'olive vierge et les facteurs agronomiques. *Olivae*,31,20-31.

CIMATO A. 1990. La qualité d'huile d'olive vierge et les facteurs agronomiques. *Olivae*.(31) :20-31.

C.O.I, 2011. Guide pour la détermination des caractéristiques des olives à huile. Conseil Oléicole International /OH/Doc. n°1 Novembre 2011 Français.

C.O.I 2016. Bilans mondiaux de l'huile d'olive. / N° 110

D

DAOUDI F.D., CHERIF A., Etude comparative des acides gras de quelques huiles d'olives tunisienne – Influence du procédé technologique d'extraction sur la qualité des huiles obtenues, *Revue Française des Corps gras*, 5, pages 236-245, 1981

DI GIOVACCHINO L., Technological Aspects, In : Handbook of olive oil : Analysis and properties . Harwood, J. et Aparicio, R. Edition : An Aspen Publication, USA, pages 17-59, 2000.

DI GIOVACCHINO L 1999. La technologie d'élaboration de l'huile d'olive vierge : Operationsinnovations scientifiques et leurs applications en oléiculture et oleotechnique. Florence, 10,11et 12 mars 1999.Conseil Oléicole International, 1-39

DI GIOVACCHINO L.,SOLINAS M. et MICCOLI M., 1994. Effet of extraction systems on the quality of virgin olive oil. J. Am. Oil Chem. Soc., 71 (11), 1189 -1194.

DI GIOVACCHINO L 1996. Influence of extraction systems on olive oil quality.Olivae,63 ,52-63.

F

FERGUENE.L. (2015).*Étude de l'évolution des indices de qualité d'une huile raffinée*

« Elio» CEVITAL au cours du stockage.

G

GERTZ C. (2008). Optimum deep frying, from the Food Industries Association of Austria, F.I.A.A. from June. pp: 125 – 135.

GRANDGIRRAD A. et JULLIARD F. (1987).Corps gras. Rev. Fse, (34). pp: 213 – 219.

GRAILLE JEN , Lipides et corps gras alimentaire, éditions TEC et DOC, page 467,2003

GARCIA A., BRENES M., GARCIA P., ROMERO C., GARRIDO A., Phenolic content of commercial olive oils, European Food Research and Technology, 216 (6), pages 520-525.2003.

GOMEZ -RICO A., DESEMPARADOS M. S., FREGAPANE G , Virgin olive Oil and olive fruit minor Constituents as affected by irrigation management based on SWP and TDF as compared to Etc in medium-density young olive orchards (Olea europaea L. cv. Cornicabra and Morisca), Food Research International, 42 (8), pages 1067-1076, 2009.

GOMEZ -RICO A., DESEMPARADOS M. S., FREGAPANE G Effect of cultivar and ripening on minor components in Spanish olive fruits and their corresponding virgin olive oils, Food Research International, 41 (4), pages 433-440, 2008.

GIAMETTA, G. & ZIMBALATTI, G., The influence of harvesting methods and periods on the quality of olive oil, Abstracts del 'XXIV International Horticultural Congress'. Kyoto, Giapp, G. & Zimbalatti, G. 1997. Developments in mechanized olive harvesting in southern italy, Proceedings of '3rd International Symposium on Olive Growing'. Chania, Creta, Grecia, pages 22–26.1994

GARCIA, J. M., YOUSFI, K., The postharvest of mill olives, *Grasas Aceites*, 57, pages 16–24, 2006.

GARCIA J.M., GUTIEREZ F., BARRERA M.J. & ALBI M.A. 1998A. Storage of olive mill olives on an industrial scale. *J. Agric Food Chem.*, 44(2)590-593.

GARCIA J.M., SELLER S. et CARMEN PEREZ -CAMINO. M. 1996 B. Influence of fruit ripening on olive oil quality. *J. Agric. Food Chem.* 44 (11) 3516-3520

GRAY, J.I. Measurement of lipid oxidation: A review, *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 55 (6), pages 539-546, 1978

George Blekas, Maria Tsimidou, Dimitrios Boskou. Contribution of α -tocopherol to olive oil stability, *Food chemistry*, 52(3), Pages 289–294, 1995

H

HAMMADI CHIMI., Technologie d'extraction de l'huile d'olive et gestion de sa qualité, *Bulletin mensuel d'information et de liaison du PNTTA, Maroc*, Juin 2006.

HEIDI SCHWRTZ A., VELIMATII OLLILAINEN B., VIENO PIIRONEN B., ANNA-MAIJA LAMP I., Tocopherol, tocotrienol and plant sterol contents of vegetable oils and industrial fats, *Journal of Food Composition and Analysis*, 21, pages 152–161, 2008.

HARWOOD J.L., APARCIO R., *Handbook of olive oil: analysis and properties*, Gaithersburg, Maryland, USA: Aspen publications, Inc. page 620, 2000.

I

INTERNACIONEL OLIVE COUNCIL (COI). Trade standard applying to olive oils and olive pomace oils, *Oil COI/T.15/NC No 3/Rev.9*, International Organization for Standardization, 2015.

J

JACOTO M., DOUGHERTY R.M., Effects of polyunsaturated fats on blood pressure, *Annual Review of Nutrition*, 13, page 243, 1993.

K

KALUM, NDOWA., Note de cours de physique générale (mecanique generale), premier graduat agronomie/ Unikin, (2008).

KARLESKIND A.(1992). *Manuel des corps gras*. Paris.. ISBN 2-85206-662-9. P 1571-1578.

KOPRYVNNJAK O., LANFRANCO C. et TOTIS N . 2002. Influence of olive fruit storage in bags on oil quality and composition of volatile compounds. *Food Technol. Biotechnol.*40 (2) . 129-134.

L

LUACES P., PEREZ A., SANCHEZ C. (2003). Role of olive seed in the biogenesis of virgin olive oil aroma. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 51: 4741-4745.

LAVEE S. (1997). Biologie et physiologie de l'olivier. *Encyclopédie Mondiale de L'Olivier*, ed. COI, Madrid, Espagne, pp. 60-110.

LOUSSERT R., BROUSSE G. (1998). L'olivier. Ed. G.P. Maisonneuve et Larousse, Paris, France. pp 462

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

Food Chemistry, vol.127, pp: 802–806.

M

MILLER L.A. et WHITE P.J.(1988). High temperature stabilities of lowlinolenate, highstearate and commonsoybean oils. *J.A.O.C.S.VOL 8*, pp: 1324-1326.

Motard-Bélangier A. et al, 2008 ; Rotondo S. et De Gaetano G., 2000)MIN D.B. and BOFF J.M., Lipid oxidation of edible oil. In: *Food lipids*, Akoh CC & Min DB editors, 2nd ed., New York : Marcel Dekker Inc, pages 335–64, 2002

MEFTAH H., LATRACHE H., HAMADI F., HANINE H., ZAHIR H., EL LOUALI I

M. (2014). Comparaison des caractéristiques physicochimiques des huiles d'olives issus de différentes zones de la région Tadla Azilal (Maroc). *Journal of Materials and Environmental Science*. 5 (2): 641-646.

N

NASLES O., (2006). L'olivier, outil d'entretien du territoire dans les pays méditerranéens.

NIEVES CRIADO M., PAZ ROMERO M., CASANOVAS M., MOTILVA M.J. , Pigment profile and color of monovarietal virgin olive oils from Arbequina cultivar obtained during two consecutive crop seasons, *Food Chemistry*, 110 , pages 873–880, 2008.

O

OLLE M. (2002). Analyse des corps gras. Direction générale de la concurrence, de la consommation et de la répression des fraudes. Laboratoire interrégional de Montpellier. Techniques d'ingénieur. *Traité analyse et caractérisation*. pp : 2-15.

ORWA JABER , HOUSIA ODAY ZAID , HAZEM SHAIR , MOTASEM ZAID , NASHIDA FASHFSHEH REEMAN BZORR , Effect of Olive Oil Adulteration on Peroxide Value, Delta-K and on the Acidity Nabali-Baladi Olive Oil Quality, *Advances in Life Sciences*, 4(5), pages 235-244,2014.

OCAKOGLU D., TOKALI F., BANU O., FIGEN K., Distribution of simple phenols, phenolic acids and flavonoids in Turkish monovarietal extra virgin olive oils for two harvest years, *Food Chemistry*, 113, pages 401–410, 2009.

OSLAND R.E., Phytosterols in human nutrition, *Annual Review of Nutrition*, 22, pages 533-549, 2002

OLIVIER D., PINATEL C., DUPUY N., GUERERE M., ARTAUD J., Caractérisation sensorielle et chimique d'huile d'olive vierge de six AOC française, *Oilseeds and fats-Crops and Lipids*, 14(2), pages 141-149, 2007.

P

PENELLI P., GALARD C., MULINACCI N., VINCIERI F., CIMATO A., ROMANI A. Minor polar compounds and fatty acid analyses in monocultivar virgin olive oils from Tuscany, *Food Chemistry* , 80 (3), pages 331-336, 2003.

PSOMIADOU E., TSIMIDOU M., BOSKOU D., α -Tocopherol content of Greek virgin olive oils, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48 (5), pages 1770-1775, 2000.

- **PINTAL C. 1999.** Variabilité organoleptique des huiles d'olive en fonction de la maturité et des techniques culturales .*Oléagineux Corps gras lipides*,6(1) :80-84

PSYLLAKIS N, MIKROS L, KIRITSAKIS A., 1980. Caractéristiques qualitatives d'huile d'olive et les facteurs qui influent sur ces caractéristiques. Acte du 3^{ème} congr. Inter sur la valeur biologique de l'huile d'olive .553-565pp

PINTAL C. 1999. Variabilité organoleptique des huiles d'olive en fonction de la maturité et des techniques culturales .*Oléagineux Corps gras lipides*,6(1) :80-84.

PIRETTI, M.V.; CAVANI, C. et ZELI F., Mechanism of the formation of hydroperoxides from methyl oleate, *Revue française des corps gras*, 25(2), pages 73-79, 1978.

PERRIN J.L. (1992). Évolution des corps gras au cours de leur utilisation alimentaire. In : *Manuel des corps gras*. Edition : Tec et Doc. Lavoisier. Paris. PP: 1015-1031.

R

Rodolphe-Édouard SPICHIGER, Vincent V.SAVOLAINEN, Murielle FIGEAT, Daniel JEANMONOD, Botanique systématique des plants à fleurs, édition presses polytechniques et universitaires romandes, 2eme édition, 20, page 418, 2002

RAYAN D., ROBARDS K., LAVEE S., 1998. Evaluation de la qualité d'huile d'olive. *Olivae* 75-31-36.

RAHMANI M., Méthodes d'évaluation de la stabilité oxydative des lipides, *Les Technologies de laboratoires* N°2, 2007.

S

SEKOUR B., (2012). Phytoprotection de l'huile d'olive vierge par ajout des plantes végétales
Université MHAMED BOUGARA BOUMERDES.

STITI N., MSALLEM M., TRIKI S., CERIF A., Etude de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive de différentes variétés Tunisienne, *La Rivista Italiana dell Sostanze Grasse* .79(10), pages 357-363, 2002.

SAMANIEGO – SANCEZ C., QUESADA - GRANDOS J.J., LOPEZ -GARCIA H., DE LA SERRANA M.C., LOPEZ -MARTINEZ J., Beta-Carotene, squalène and waxes determined by chromatographic method in Picual extra virgin olive oil obtained by a new cold extraction system, *Journal of Food Composition and Analysis*; 23, pages 671–676, 2010.

T

TAMENDJARI ., BELLAL M.M., LARIBI R. et ANGEROSA F. 2004. Impact de l'attaque duraveur *Bactrocera oleae* et de stockage des olives de la variété Chemlal sur la qualité de l'huile. *La rivista Italiana delle Sostanze Grasse*, 81 : 23-27

TURA D., FAILLA O., BASSI D., PEDO S., SERRAIOCCO A., Cultivar influence on virgin olive (*Olea europaea* L.) oil flavor based on aromatic compounds and sensorial profile, *Scientia Horticulturae*, 118 (2), pages 139-148, 2008.

TANOUTI K., SERGHINI CAID H., ABID M., MIHAMOU A., KHIAR M.,

HACHEM M., BAHETTA Y., ELAMRANI A. (2011). *Les Technologies de laboratoire*. 6 (23) : PP 58.

V

VINHA A. F., FERRERES F., SILVA B.M., VALENTAO P., GONCALVES A., PEREIRA J. A., OLIVEIRA M. B., SEABRA R. M , ANDRADE P. B., Phenolic profile of Portuguese olive fruits (*Olea europaea* L.): Influence of cultivar and geographical origin, *Food Chemistry*, 89 (4), pages 561- 568, 2005.

VEILLET S., Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : Entre Tradition et Innovation, Thèse/ Académie d'Aix-Marseille Université d'Avignon et des pays de Vaucluse– sciences des procédés – sciences des aliments, 2010

VILLA.P, La culture de l'olivier, édition de Vecchi, page 143, 2006

VILLA P. (2003). La culture de l'olivier. pp 95.

W

Wolff (1968). Manuel d'analyse des corps gras. Ed. Azoulay, Paris.

WAZé AIMEE MIRIELLE ,ALLOUE JACQUELINE, DESTAIN HAKIM GHALFI PHILIPPE THONART ,MARIO AGUEDO JEAN ,PAUL WATHELET ET CHRISTOPHE BLECKER , Les lipases immobilisées et leurs applications, Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement, (12), 2008

Y

YANG D. P., KONG D. X. ZHANG H. Y., Multiple pharmacological effects of olive oil phenols, Food Chemistry, 104 (3), pages 1269-1271, 2007

Z

Z UZANA RÉBOLVA AND PETRA OKROUHA , Ability of Phenolic Acids to Protect α -Tocopherol, Czech, Journal of Food Science, 28, pages 290–297, 2010

Annexes

Indices physiques :

Annexes 01: Détermination de l'humidité (AFNOR NF T606-201 d'octobre 1984).

Matériel

- Balance analytique avec précision de 0,0001g.
- Béchers.
- Etuve isotherme réglée à 103 ± 2 °C.
- Dessiccateur contenant un déshydratant (le gel de silice).

Mode opératoire

- Régler l'étuve à 103 ± 2 °C ;
- Sécher un bécher en verre, le refroidir dans un dessiccateur puis le peser (Soit m_0 ce poids) ;
- Peser 5g d'huile dans le bécher (soit m_1 ce poids) ;
- Placer le bécher contenant l'échantillon dans l'étuve pendant 1 heure ;
- Sortir le bécher, le refroidir dans le dessiccateur et peser une autre fois le bécher avec le résidu (soit m_2 son poids).

Annexe 03: Détermination de la densité

Appareillage

- Balance de précision
- Bécher de 50ml
- Pipette de 10ml

Mode opératoire

- Prélever à l'aide d'une pipette graduée 10ml d'huile.
- Les verser dans un bécher de 50ml de poids connu.
- Mettre le bécher sur balance de précision et noter le poids de l'échantillon d'huile.

- Refaire de nouveau l'expérience avec les autres échantillons.
- Refaire de nouveau l'expérience avec de l'eau distillée.

Annexe 03: Détermination de la viscosité

Appareillage

- Viscosimètre à bille
- Chronomètre

Mode opératoire

- Remplir le viscosimètre à bille de l'huile à analysée
- Vérifier l'absence des bulles d'air à l'intérieur de viscosimètre
- Chronométrer le temps nécessaire pour que la bille travers les deux traits indiqués sur le viscosimètre.

Indices chimiques

Annexe 04: Détermination de l'acidité

Appareillages

- Erlenmeyers
- Burette
- Pipette graduée
- Balance analytique
- Agitateur magnétique

Réactifs

- Ethanol 96%.
- Solution d'hydroxyde de potassium dans l'éthanol (0.1N).
- Phénolphtaléine : solution 10g/l dans l'éthanol à 96%.

Mode opératoire

- Dissoudre une prise d'essai (10g) dans 50 ml d'éthanol ;
- Ajouter quelques gouttes de la solution de phénolphtaléine ;
- Titrer en agitant avec la solution d'hydroxyde de potassium jusqu'à l'apparition de la couleur rose persistante pendant 10 secondes ;
- Déterminer le volume (V) de la solution titrée d'hydroxyde de potassium utilisée.

Annexe 06: Détermination de l'indice de peroxyde (AFNOR NFT60-203)

Appareillages

- Erlenmeyers
- Pipette graduée
- Béchers
- Balance analytique
- Burette

Réactifs

- Chloroforme.
- Acide acétique.
- Iodure de potassium : solution (1ml d'eau distillée + 0.5g d'iodure de potassium) aqueuse saturée juste avant son utilisation.
- Thiosulfate de sodium : solution aqueuse 0.01N.
- Empois d'amidon : solution aqueuse à 1%, récemment préparée à partir d'amidon natif.

Mode opératoire

- Peser 2g d'huile d'olive dans un ballon

- Ajouter 10ml de chloroforme ; puis 15ml d'acide acétique
- Additionner 1ml d'iodure de potassium (KI)
- Boucher aussitôt le ballon
- Agiter le mélange pendant 1mn, le laisser à l'abri de la lumière pendant 5mn
- Ajouter 75ml d'eau distillée et quelques gouttes d'empois d'amidon à 1%. La
- coloration bleu noirâtre apparait ;
- Titrer l'iode libéré jusqu'à décoloration complète avec la solution de thiosulfate de sodium 0.01N en agitant vigoureusement en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré ;
- Effectuer de la même façon un essai à blanc

Annexe 07: Détermination de l'indice d'iode (AFNOR NFT60-203)

Appareillages

- Erlenmeyer
- Béchers
- Balance analytique
- Pipette
- Agitateur magnétique
- Burette

Réactifs

- Thiosulfate de sodium (0.1N).
- Empois d'amidon (1%).
- Iode alcoolique (0.2N)
- Ethanol à 96%

Mode opératoire

- Peser 0.2g de l'huile d'olive dans un ballon
- Ajouter à cette dernière 10ml d'éthanol ; puis 10ml d'iode alcoolique (0.2N) ; et 30ml d'eau distillée ;
- Agiter énergiquement pendant 5mn et placer le ballon à l'abri de la lumière pendant 30mn environ ;
- Titrer la solution par le thiosulfate de sodium jusqu'à l'apparition de la coloration jaune ;
- Ajouter à la solution 1ml d'amidon à 1% pour avoir une coloration bleue foncée.
- Continuer à titrer la solution par le thiosulfate de sodium jusqu'à la disparition de la coloration bleue.
- Effectuer de la même façon un essai à blanc.

Annexe 08 : Dosage des polyphénols totaux

Appareillage

- Centrifugeuse
- Spectrophomètre

Matériels

- Tubes a essais
- Bécher
- Pipete
- Balance de précision

Reactifs

- d'hexane
- Méthanol
- Foline-Ciocalteu
- bicarbonate de soude (35%, poids/volume)

Mode opératoire

Extraction des composés phénoliques

- 2,5 g d'huile d'olive (à 0,001 g près) sont dissout dans 10ml d'hexane
- 10 ml de solution méthanolique (méthanol/eau ; 60/40, v/v) sont placés dans un tube à centrifuger. On agite pendant 5minutes au Vortex. Après centrifugation, pendant 15 min à 3800 rpm, la phase méthanolique est récupérée et transférée dans une fiole jaugée de 50 ml. L'opération est reconduite 2 fois avec la solution méthanolique (méthanol /eau ;(60/20) V/V) (*OLLIVIER, 2004*).

Dosage des composés phénoliques (méthode de Folin-Ciocalteu)

- Après extraction 2ml de l'extrait phénolique récupéré sont mis dans un flacon de 20ml
- 5ml d'eau distillée sont ajoutés, suivis de 0,5ml du réactif de Folin-Ciocalteu
- Après 3min, 2ml d'une solution de bicarbonates de sodium (Na_2SO_3) (30%) introduites, le volume est ajusté à 20ml avec de l'eau distillée et le flacon est gardé à l'obscurité. Après 90min, L'absorbance est effectuée à 765nm (*FAVATI et al, 1994*).

Annexe 9: Dosage chlorophylles

Appareillage :

- Spectrophomètre

Matériels

- Bécher
- Tubes a essais
- Balance de précision

Réactifs

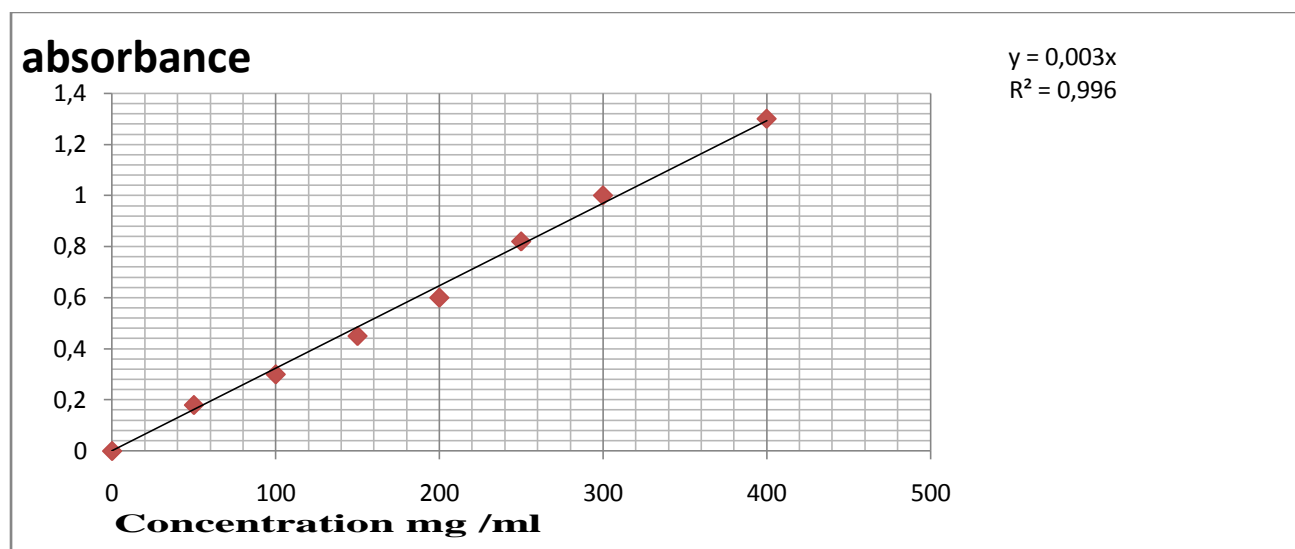
- L'hexane

Mode opératoire :

- Pesé 5g de huile
- Ajouter 10ml d'hexane

- La lecture a l'aide d'un Spectrophomètre visible

Annexe 10 : Courbe d'étalonnage de l'acide gallique pour le dosage des composés phénoliques



Annexe 11 : Analyse de la variance de la densité

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,008	15	0,001				
VAR.FACTEUR 1	0,003	3	0,001	4,765	0,03462		
VAR.FACTEUR 2	0,004	1	0,004	21,343	0,00183		
VAR.INTER F1*2	0,001	3	0	0,918	0,476		
VAR.RESIDUELLE 1	0,001	8	0			0,013	1,53%

Annexe 12:Analyse de la variance de la viscosité

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	398,714	15	26,581				
VAR.FACTEUR 1	266,448	3	88,816	59,046	0,00002		
VAR.FACTEUR 2	61,231	1	61,231	40,707	0,00027		
VAR.INTER F1*2	59,001	3	19,667	13,075	0,00214		
VAR.RESIDUELLE 1	12,034	8	1,504			1,226	2,63%

Annexe 13:Analyse de variance de l'acidité

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	9,273	15	0,618				
VAR.FACTEUR 1	7,157	3	2,386	101,708	0,00001		
VAR.FACTEUR 2	1,035	1	1,035	44,138	0,00021		
VAR.INTER F1*2	0,893	3	0,298	12,695	0,00234		
VAR.RESIDUELLE 1	0,188	8	0,023			0,153	4,94%

Annexe14: analyse de la variance de l'indice de peroxyde

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	607,348	15	40,49				
VAR.FACTEUR 1	561,342	3	187,114	99,949	0,00001		
VAR.FACTEUR 2	26,42	1	26,42	14,113	0,00563		
VAR.INTER F1*2	4,609	3	1,536	0,821	0,51993		
VAR.RESIDUELLE 1	14,977	8	1,872			1,368	11,11%

Annexe 15:Analyse de la variance de l'indice d'iode

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	2008,99	15	133,933				
VAR.FACTEUR 1	1804,374	3	601,458	186,709	0		
VAR.FACTEUR 2	148,17	1	148,17	45,996	0,00019		
VAR.INTER F1*2	30,675	3	10,225	3,174	0,08481		
VAR.RESIDUELLE 1	25,771	8	3,221			1,795	2,25%

Annexe 16:Analyse variance du teneur en composés phénoliques

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	55703,94	15	3713,596				
VAR.FACTEUR 1	47708,19	3	15902,73	4463,924	0		
VAR.FACTEUR 2	5076,563	1	5076,563	1425	0		
VAR.INTER F1*2	2890,688	3	963,563	270,474	0		
VAR.RESIDUELLE 1	28,5	8	3,563			1,887	1,10%

Annexe 17:Analyse variance du teneur en chlorophylles

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	25,241	15	1,683				
VAR.FACTEUR 1	23,486	3	7,829	27826,8	0		
VAR.FACTEUR 2	1,671	1	1,671	5937,979	0		
VAR.INTER F1*2	0,082	3	0,027	97,238	0,00001		
VAR.RESIDUELLE 1	0,002	8	0			0,017	0,58%

Annexe 18:Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5 % de la viscosité.

FACTEUR 1: Type de stockage

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES			
1.0	REF	52,38	A			
2.0	T AMB	47,77		B		
4.0	SOLEIL	44,79			C	
3.0	OBSCU	41,255				D

Annexe 19 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5 % de la densité.

FACTEUR 1: Type de stockage

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES	
4.0	SOLEIL	0,896	A	
3.0	OBSCU	0,879	A	B
2.0	T AMB	0,878	A	B
1.0	REF	0,86		B

Annexe 20 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5 % des chlorophylles

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES			
1.0	REF	4,19	A			
2.0	T AMB	3,973		B		
3.0	OBSCU	1,915			C	
4.0	SOLEIL	1,455				D

Annexe 21 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5 % des composés phénolique

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES			
1.0	REF	232,5	A			
2.0	T AMB	214		B		
3.0	OBSCU	143			C	
4.0	SOLEIL	96,75				D

Résumé

L'objectif de cette étude est d'évaluer l'effet des conditions de stockage sur les caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive. A cet effet, cette huile a été stockée dans différentes conditions : à l'obscurité, à la lumière du jour, à la température de réfrigération et enfin exposée au soleil. La durée de stocke est de 2 mois.

Il ressort des résultats obtenus, que l'exposition au soleil et à la lumière du jour ont eu un effet destructeur sur la qualité de cette huile monoinsaturée et riches en molécules anti-oxydantes.

Après 60 jours d'exposition au soleil, les valeurs de l'acidité et de l'indice de peroxydes ont été les plus élevées comparativement aux autres conditions de stockage. Ainsi, la photo-oxydation semble en être responsable de cette altération de la qualité de l'huile.

Summary

The aim of our study is to assess level of corruption of olive oil when exposed daylight and during storage in the dark

Monitoring of degree of self-oxidation of the oil carried out by measuring physicochemical parameters humidity density, acidity, peroxide, iodine index ,The result showed that both oil rich in monounsaturated fatty acid undergo to oxidation to a higher level for iol rich in polisaturation fatty acid in olive oil rich in monoinsaturation acids, in addition , this change is more pronounced as this oils are exposed to lithe of days when stored in the dark