

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

Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou

Faculté des Sciences Biologiques et Sciences Agronomiques

Département de Biochimie et Microbiologie



# MEMOIRE

*De fin d'études*

*En vue d'obtention du diplôme Master II en Sciences Biologiques*

*Filière : Sciences alimentaire*

*Spécialité : Biochimie de la Nutrition*

## *Thème*

*Effet des matériaux d'emballage et des conditions de stockage sur  
la Qualité de l'huile d'olive conservée*

Réalisé par :

Hammar Ali  
Tahenni siham

Devant le jury :

Président : M<sup>r</sup> Titouche.Y  
Promotrice : M<sup>me</sup> Ouali-Abdoune. S  
Examineurs: M<sup>r</sup> Sebbane.H  
M<sup>me</sup> Hellal. Z

Maître assistant A (UMMTO)  
Maître assistante A (UMMTO)  
Maître assistant A (UMMTO)  
Maître assistante A (UMMTO)

Promotion : 2017/2018

# Remerciements

*Avant tout nous remercions " DIEU " tout puissant de nous avoir guidés tout au long de nos années d'études et de nous avoir donné le courage pour réaliser ce travail.*

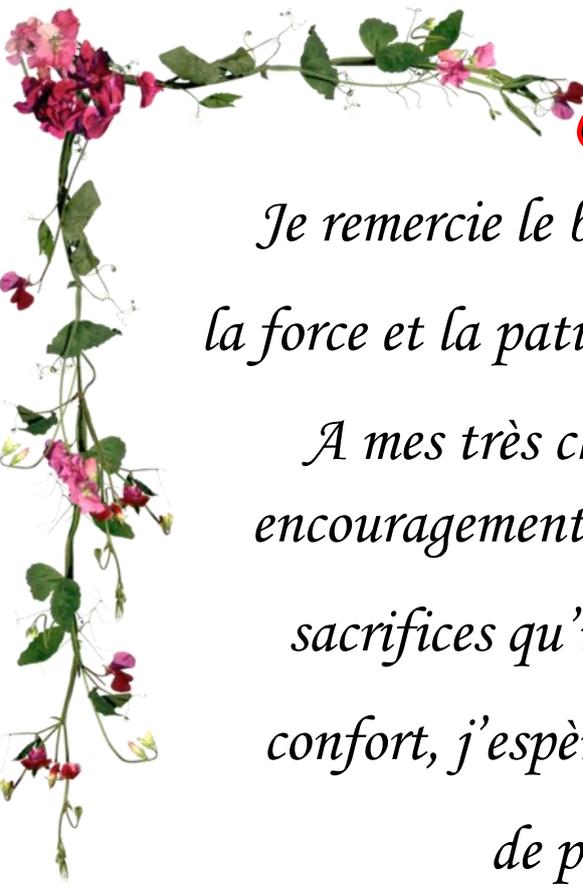
*Tout travail de recherche n'est jamais l'œuvre d'une seule personne, à cet effet, nous tenons à exprimer nos sincères reconnaissances et remerciements à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce travail.*

*Notre reconnaissance exprimée en premier lieu à notre promotrice M<sup>me</sup> ABDOUNE SAMIA pour avoir bien voulu diriger ce travail, et qui nous a guidé, encouragé et conseillé tout au long de cette recherche.*

*Nous présentons nos remerciements également aux membres du jury pour avoir accepté d'évaluer ce modeste travail de recherche.*

*Ensuite, nos remerciements iront à l'équipe pédagogique qui a veillé au déroulement de ce master dans de bonnes conditions.*

*Nous remercions également tous les enseignants de l'université Mouloud Mammeri, qui ont contribué à notre formation durant tout notre cursus universitaire.*



# *Dédicace*

*Je remercie le bon dieu pour nous avoir donné  
la force et la patience pour finir ce modeste travail*

*A mes très chers parents pour leurs soutien et  
encouragements, ce travail est le fruit de leurs  
sacrifices qu'ils ont consentis pour assurer mon  
confort, j'espère qu'il sera pour vous une raison  
de plus pour être fiers de moi.*

*A mes très chers frères et sœurs, pour m'avoir épaulé durant  
tout mon cursus.*

*A tous, mes tantes, oncles, cousins et cousines.*

*A toutes la famille.*

*A mes chers grands parents*

*A toutes mes amis*

*A ma binôme Siham et sa famille*

*A toute la promo de biochimie de la nutrition 2017/2018.*



*ALI*



# *Dédicace*

*Je remercie le bon dieu pour nous avoir donné  
la force et la patience pour finir ce modeste travail*

*A mes très chers parents pour leurs soutien et  
encouragements, ce travail est le fruit de leurs  
sacrifices qu'ils ont consentis pour assurer mon confort,  
j'espère qu'il sera pour vous une raison de plus  
pour être fier de moi.*

*A mes très chers frères : **Hamza, Samir, Bilal**, pour m'avoir  
épaulé durant tout mon cursus.*

*A mes très chères sœurs : **Iman, Thouraiia** et ces trois anges  
**Sarah, Asma, Maria***

*A tous, mes tantes, oncles, cousins et cousines.*

*A toutes la famille.*

*A mes chers grands parents*

*A toutes mes amies **Katia, Nabila, fitta, linda, saida, sabiha,  
hamida, madiha, Fatiha, Farida, Dihia, Sabrina, Leila***

***Sonia, Ouardia.***

*A toute la promo de biochimie de la nutrition 2017/2018.*



***siham***

**BHA** : Butyl Hydroxy Anisol.

**BHT** : Butyl Hydroxy Toluène

**COI**: Conseil Oléicole International

**HDL**: Lipoprotéines à haute densité (**H**eigh**t** **D**ensity **L**ipoproteins).

**LDL**: Lipoprotéines à basse densité (**L**ow **D**ensity **L**ipoproteins).

**mol**: Mole

**OH°**: Radical hydroxyl

**1O2**: Oxygène singulet.

**3O2**: Oxygène triplet.

**OOO**: Trioléine.

**OOL**: Dioléolinoléine

**R°**: Radical alkyl

**RO°**: Radical alcoxyle

**ROO°**: Radical hydro peroxy

**ROOH**: Hydroperoxyde

**POL**: Palmitooléolinoliene

**POO**: Dioléopalmitine.

**SOO** : Dioléostéarine

**W6**: Oméga 6

**W3** : Oméga 3

<b>Figure 1:</b> La production mondiale de l'huile d'olive .....	<b>03</b>
<b>Figure 2:</b> La production Algérienne de l'huile d'olive .....	<b>04</b>
<b>Figure 3:</b> Structure des tocophérols.....	<b>10</b>
<b>Figure 4:</b> Structure des principaux stérols de l'huile d'olive .....	<b>11</b>
<b>Figure 5:</b> Structure chimique des composés volatils majoritaires de l'huile d'olive .....	<b>12</b>
<b>Figure 6:</b> Principaux composés phénoliques d'huile d'olive .....	<b>13</b>
<b>Figure 7:</b> Structure chimique du $\beta$ -carotène .....	<b>14</b>
<b>Figure 8:</b> Schématisation de la cinétique d'oxydation des acides gras insaturés .....	<b>20</b>
<b>Figure 9:</b> Mécanisme d'initiation de la peroxydation des lipides par l'activité lipoxygénasique .....	<b>20</b>
<b>Figure 10:</b> Les matières cellulosiques au service de l'emballage alimentaire .....	<b>34</b>
<b>Figure 11 :</b> Evolution de l'acidité (%) de l'huile d'olive en fonction de la durée de conservation et les conditions de stockage.....	<b>42</b>
<b>Figure 12 :</b> Evolution de l'indice de peroxyde (meq d'O <sub>2</sub> /Kg d'huile) de l'huile d'olive en fonction de la durée de conservation et les conditions de stockage .....	<b>44</b>
<b>Figure 13 :</b> Evolution de l'indice de saponification (mg de KOH /g d'huile) de l'huile d'olive en fonction de la durée de conservation et les conditions de stockage .....	<b>46</b>
<b>Figure 14 :</b> Evolution de l'indice d'iode (g d'iode /100g d'huile) de l'huile d'olive en fonction de la durée de conservation et les conditions de stockage .....	<b>48</b>

<b>Tableau I:</b> Différents types d'huile d'olives .....	<b>05</b>
<b>Tableau II:</b> Rendement en huile des sous-produits obtenus avec les différents systèmes d'extraction .....	<b>07</b>
<b>Tableau III :</b> Caractéristiques des huiles obtenues issus de trois systèmes d'extraction d'huile.....	<b>08</b>
<b>Tableau IV:</b> Composition en acides gras de l'huile d'olive.....	<b>09</b>
<b>Tableau V:</b> Composition en triglycérides de l'huile d'olive.....	<b>09</b>
<b>Tableau VI:</b> Composition d'huile d'olive en stérols (% des stérols totaux) .....	<b>11</b>
<b>Tableau VII:</b> Mécanisme d'oxydation des lipides.....	<b>17</b>
<b>Tableau VIII:</b> Mécanisme de décomposition des hydroperoxydes .....	<b>19</b>
<b>Tableau IX:</b> Facteurs favorisant l'oxydation .....	<b>22</b>
<b>Tableau X :</b> Facteurs les plus importants promouvant l'oxydation .....	<b>22</b>
<b>Tableau XI:</b> Classe d'antioxydants et leurs effets.....	<b>24</b>
<b>Tableau XII:</b> Nomenclature et champ d'application des plastiques.....	<b>30</b>
<b>Tableau XIII :</b> avantages et inconvénients de l'aluminium.....	<b>32</b>
<b>Tableau XIV :</b> Principales familles de revêtements organique.....	<b>33</b>
<b>Tableau XV :</b> Les différentes catégories de verres industriels.....	<b>36</b>

## Sommaire

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

**Introduction01**

### La partie bibliographique

---

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

I.1. Situation de l'huile d'olive dans le monde .....	03
I.2. Situation de l'huile d'olive en Algérie .....	04
I.2.1. Production de l'huile d'olive en Algérie.....	04
I.2.2. Consommation de l'huile d'olive en Algérie .....	04
I.3. L'huile d'olive.....	05
I.3.1. Définition.....	05
I.3.2. Classification d'huile d'olive .....	05
I.3.3. Technologie de fabrication de l'huile d'olive .....	05
I.4. Rendement et qualité des huiles issues des trois systèmes d'extraction.....	07
I.5. Composition de l'huile d'olive .....	08
I.5.1. La fractions saponifiables .....	08
I.5.2. Fractions insaponifiables .....	10
I.6. Intérêt diététique et nutritionnel de l'huile d'olive .....	15

#### **Chapitre II : Altération des corps gras**

II.1. L'oxydation .....	17
II.1.1. Le mécanismes de l'oxydation des lipides .....	17
II.1.2. Les facteurs favorisant l'oxydation des lipides.....	21
II.1.3. Moyens de lutte contre l'oxydation des lipides .....	22
II.1.4. Conséquences des réactions d'oxydation .....	24
II.2. Dégradation Hydrolytique .....	25
II.3. Altération thermique.....	26

#### **Chapitre III : Les matériaux d'emballage**

Introduction .....	27
III.1. Définition .....	27
III.2. Rôle de l'emballage alimentaire.....	27

III.3. Différents matériaux d'emballage .....	28
III.3.1. Emballage plastique .....	28
III.3.2. Le métal d'emballage .....	31
III.3.3. Les matériaux cellulosiques .....	33
III.3.4. Le verre d'emballage.....	35

## **La partie expérimentale**

---

### **Chapitre I : Matériel et méthodes**

I.1. matériel végétal.....	38
I.2. Emballage.....	38
I.3. Préparation des échantillons.....	38
I.4. Stockage .....	38
I.5. Analyses chimique .....	38
I.5.1. Acidité.....	38
I.5.2. Indice de peroxyde .....	39
I.5.3. Indice de saponification .....	40
I.5.4. Indice d'iode .....	40
I.6. Analyse statistique .....	40

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

II.3.1. Acidité .....	42
II.3.2. Indice de peroxyde.....	43
II.3.3. Indice de saponification.....	46
II.3.4. Indice d'iode.....	48
<b>Conclusion</b> .....	52

### **Références bibliographiques**

### **Annexes**

# Introduction

Les corps gras alimentaires, comprenant les huiles et les graisses d'origine végétale ou animale, constituent un des éléments essentiels de notre alimentation (**Croguennec, 2006**), en raison de leur richesse en acides gras essentiels, en sels minéraux et en vitamines liposolubles (A, D, E, K).

Les lipides sont une source de saveur et de plaisir, d'énergie, contribuent aussi au bon fonctionnement de l'organisme et à son développement. Les acides gras sont les principaux constituants des lipides et le plus fréquent est l'acide oléique, qu'on trouve dans beaucoup de corps gras, surtout dans l'huile d'olive.

L'huile d'olive vierge est l'ingrédient le plus important du «régime méditerranéen» (**Šarolić et al., 2014**), c'est une huile végétale du fruit de l'olivier (*Olea europaea* L.) obtenue uniquement par des méthodes mécaniques, qui conserve ses propriétés nutritionnelles et organoleptiques. L'huile d'olive, représente la principale source de matière grasse dans les pays du bassin méditerranéen (**Gargouri et al., 2013**), où elle est appréciée pour ses propriétés nutritionnelles, son goût fin et son arôme en raison de sa teneur en composés volatils et non volatils essentiels (**Peñalvo et al., 2016**).

La consommation d'huile d'olive vierge a été associée à une réduction des maladies cardiovasculaires, des désordres neurologiques et à certains types de maladies cancéreuses. (**Manna, 2002 ; Servili, 2014**). De nos jours, elle est largement appréciée pour ses avantages nutritionnels liés à la teneur élevée en acide oléique (**Visioli et Galli, 2001; Cicerale et al., 2009**), ainsi qu'à la présence de nombreux composés bioactifs comme les composés phénoliques et les tocophérols ; ces composés exercent diverses fonctions et propriétés biologiques (**Bakhouch et al., 2015**).

La qualité de l'huile d'olive dépend de ses caractéristiques physico-chimiques, organoleptiques, et de la teneur des composants naturels existants dans l'huile tels que la chlorophylle, les polyphénols, les caroténoïdes; les acides gras (essentiellement l'oléique et le linoléique) (**Khelif et Rekik, 1996**). Cette qualité varie non seulement en fonction de la variété du sol et des conditions climatiques, mais également en fonction de nombreux facteurs ayant trait au cycle de production, transformation, les techniques employées pour le stockage du produit et de commercialisation des olives et des huiles (**Selka, Tchouar 2013**).

L'oxydation d'huile d'olive est considérée comme l'une des réactions majeures correspondant à la dégradation de sa qualité organoleptique, par la formation d'odeur rance, et également par la diminution de sa qualité nutritionnelle (**Kubow, 1990**).

Dans le but d'étudier l'influence des réactions d'oxydation sur la qualité de l'huile d'olive aux cours de sa conservation, nous nous sommes intéressés à l'étude de l'impact de certaines conditions de stockage (l'exposition à la lumière et à l'obscurité), et l'effet de certains matériaux d'emballage utilisés tel que : verre transparent, verre opaque, argile, plastique et le fer blanc, sur la qualité de l'huile d'olive conservée.

Ce travail comprendra deux parties:

- La première partie est réservée à la synthèse bibliographique qui comprend trois chapitres dont le premier chapitre aborde l'huile d'olive, sa classification ainsi que sa composition. Le deuxième chapitre porte sur l'altération des corps gras. Le troisième chapitre traite les différents matériaux d'emballages.
- La partie expérimentale aborde en premier temps à l'étude de l'ensemble des méthodes analytiques utilisées pour la détermination des indices de qualité.
- La seconde partie expérimentale, comprendra la présentation de résultats obtenus ainsi que leurs interprétations.

# Partie bibliographique

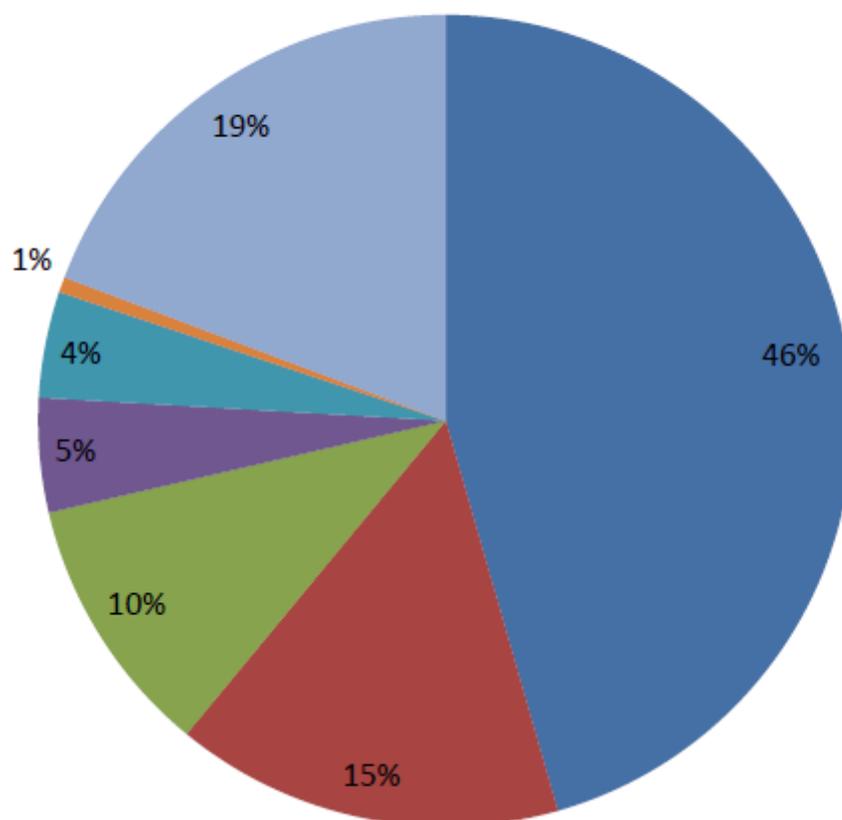
# Chapitre I : L'huile d'olive

### I.1. Situation de l'huile d'olive dans le monde

La production mondiale de l'huile d'olive augmente tendanciellement, à un rythme qui s'accélère de manière significative (*Lazzeri, 2009*). Elle est marquée toutefois par d'importantes fluctuations d'une récolte à l'autre, du fait d'une part du cycle biologique de l'olivier et d'autre part des aléas climatiques (*Barsacq, 1997*). La production mondiale d'huile d'olive évaluée à 2,565 millions de tonnes en 2000-2001 s'est élevée à 2,948 millions de tonnes en 2010/2011 avec 2,094 millions de tonnes pour la Communauté Européenne (*C.O.I, 2011*).

La production de l'huile d'olive est essentiellement concentrée dans les pays du pourtour méditerranéen et du sud de l'Europe : l'Espagne, l'Italie, la Grèce, la Tunisie, Turquie, la Syrie et le Portugal (75% de la production mondiale est produite par l'Europe : Espagne, Italie, Grèce et Portugal) (*C.O.I, 2016*).

■ Espagne ■ Grèce ■ Italie ■ Tunisie ■ Maroc ■ Algerie ■ Autre pays



**Figure 1** : La production mondiale de l'huile d'olive (*C.O.I, 2016*).

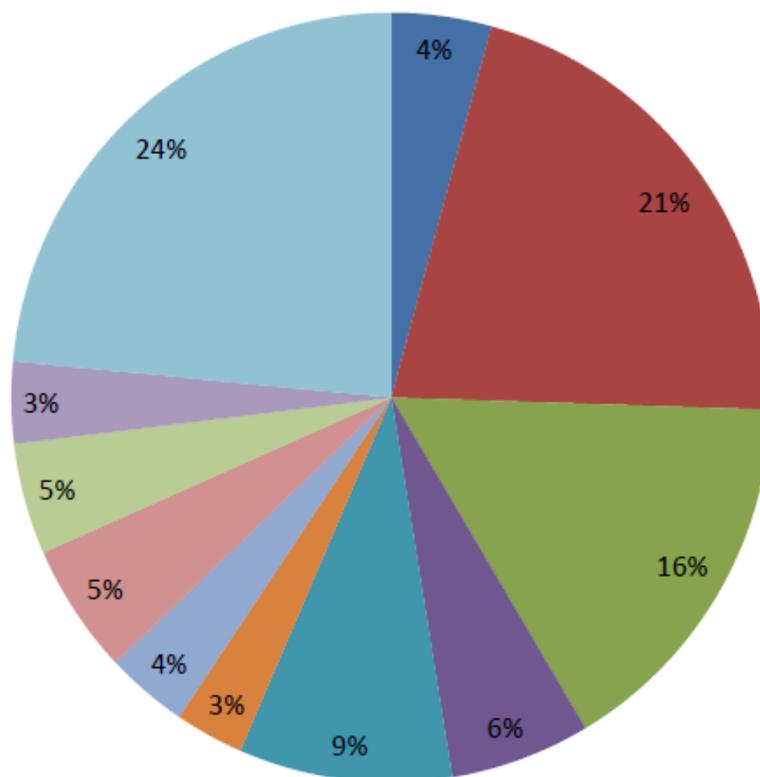
## I.2. Situation de l'huile d'olive en Algérie

### I.2.1. Production de l'huile d'olive en Algérie

L'Algérie fait partie des pays du pourtour méditerranéen dont le climat est propice à la culture de l'olivier. Elle se positionne après l'Espagne, l'Italie, la Grèce et la Tunisie qui sont les gros producteurs au monde d'huile d'olive (**Rebour, 2005**).

L'Algérie produit en moyenne 420431 ,4 tonnes/an d'huile d'olive, dont Bejaia, Bouira et Tizi-Ouzou, sont les grandes wilayas productrices.

■ Bejaia ■ Bouira ■ Tlemcen ■ Tizi-Ouzou ■ Djelf ■ Jijel ■ Setif ■ Skikda ■ B-Barreridj ■ autre wilaya



**Figure 2:** La production Algérienne de l'huile d'olive (**DSASI, 2015**)

### I.2.2. Consommation de l'huile d'olive en Algérie

La consommation algérienne d'huile d'olive est passée d'une moyenne de 1% à 1,86% de la consommation mondiale au cours de cette décennie (**C.O.I, 2011**). La consommation moyenne par habitant est d'environ 1,1Kg/an (**C.O.I, 2006**).

### I.3. L'huile d'olive

#### I.3.1. Définition

L'huile d'olive est une composante unique du régime méditerranéen (Tripoli et al., 2005 ;Covas et al ., 2009). Elle provient uniquement du fruit de l'olivier (*Olea europaea*) avec un procédé physique à l'exclusion des huiles obtenues par solvant ou par des procédés de ré estérification et de tous mélanges avec des huiles d'autre nature (COI, 2015).

#### I.3.2. Classification d'huile d'olive

Différents paramètres à savoir l'acidité, l'indice de peroxyde, l'absorbance dans l'UV de l'huile et les caractéristiques organoleptiques caractérisent la qualité et distinguent différentes catégories (Kalua, 2007 ; Katsoyannos, 2015). Le Conseil Oléicole International (COI, 2015) a classé l'huile d'olive en quatre catégories reportées dans le tableau (I).

**Tableau I:** Différents types d'huile d'olives (COI, 2015)

Huile		Huile d'olive vierge extra	Huile d'olive Vierge	Huile d'olive vierge courante	Huile d'olive vierge lampante
Paramètre					
Acidité libre (% d'acide oléique)		≤ 0,8	≤ 2,0	≤ 3,3	> 3,3
Indice de peroxyde (méq d'O <sub>2</sub> /Kg)		≤ 20	≤ 20	≤ 20	Non limité
Extinction Spécifique (UV)	K <sub>232</sub>	≤ 2,5	≤ 2,5	/	/
	K <sub>270</sub>	≤ 0,22	≤ 0,25	≤ 0,30	/
Critère Organoleptique médiane (Me)	Défaut	Me=0	0<Me<2,5	3,5< Me < 6,0	Me > 6,0
	Fruité	Me>0	Me>0	/	/

#### I.3.3. Technologie de fabrication de l'huile d'olive

##### II.3.3.1. Récolte et effeuillage

Les olives peuvent être récoltées a la main, a l'aide d'un instrument appelé peigne ou avec d'autres moyens mécaniques (vibreux, secoueur,...). Une fois ramassées, les olives

doivent être débarrassées des impuretés comme les feuilles, les lichens ou la terre (Sarfati *et al.*, 2002).

### **I.3.3.2. Lavage et broyage**

Le lavage des olives permet d'éviter l'interférence des terres avec la couleur, l'odeur, et le goût de l'huile. Le broyage des olives est réalisé à l'aide d'un broyeur à marteau. Il doit être adapté à la condition physique des olives et à leur degré de maturité. Selon la norme du Conseil Oléicole International (COI, 2006), la durée de broyage ne doit pas dépasser 20 à 30 minutes. Si le broyage est prolongé, les polyphénols inhibiteurs naturels de l'oxydation ainsi que l'huile produite s'oxydent en présence de l'air et cette dernière perd de sa qualité (Chimi, 2007).

### **I.3.3.4. Malaxage**

Le malaxage des pâtes d'olive doit être de courte durée et il est recommandé d'opérer à une température ne dépassant pas 30°C (Demnati, 2008). Il s'effectue au moyen d'un équipement appelé malaxeur, muni d'un système permettant le réchauffement et un contrôle adéquat de la pâte pendant un temps donné de brassage continu et lent (COI, 2006).

### **I.3.3.5. Séparation des phases**

#### **I.3.3.5.1. Système d'extraction par presse (discontinu)**

L'extraction par pression est un procédé discontinu et comprend plusieurs phases préparatoires. On opère par la répartition de la pâte en couche sur des disques filtrants en spartes qui, empilés les uns sur les autres, forment une colonne qui est soumise à une pression progressive et lente jusqu'à 200 à 400 kg F/cm<sup>2</sup>. L'huile et les eaux de végétation sortent par les bords de la colonne et par le canal central. Le moût huileux peut être séparé soit par décantation naturelle ou par centrifugeuse verticale (Ghezlaoui, 2011).

#### **I.3.3.5.2. Système d'extraction par centrifugation (continue)**

Il existe deux processus d'extraction par centrifugation :

➤ **Processus d'extraction par centrifugation à deux phases**

Le procédé d'extraction des huiles d'olives fonctionne à deux phases (huile et grignons) ; cette méthode ne nécessite pas l'adjonction d'eau pour la séparation des phases huileuses et solides contenant les grignons et les margines. Il permet en outre l'obtention de rendements en huile plus élevés et plus riches en polyphénols totaux et en o-diphénols (Chimi, 2006).

➤ **Processus d'extraction par centrifugation à trois phases**

L'extraction de l'huile d'olive dans les unités équipées de centrifugeuses à trois phases (huiles, grignons et margines) nécessite l'ajout d'eau pour séparer les trois phases précitées.

L'huile produite se trouve appauvrie de polyphénols naturels, et par conséquent ne résiste pas à l'oxydation car le taux de dégradation des polyphénols reste élevé (Chimi, 2006).

#### I.4. Rendement et qualité des huiles issues des trois systèmes d'extraction

Suivant le système d'extraction utilisé, le rendement industriel en huile varie. Il est légèrement amélioré, passant de 84.5% (système presse) à 85.5% (décanteur à 3 phases) à 86.1% (décanteur à 2 phases) (Anonyme, 2006). Le tableau (II) donne le rendement en huile des sous-produits obtenus avec les différents systèmes d'extraction d'huile.

**Tableau II:** Rendement en huile des sous-produits obtenus avec les différents systèmes d'extraction (Anonyme, 2006)

Déterminations	Décanteur à 2 phases	Décanteur à 3 phases	Super-presse
Rendement(%)	86.1	85.5	84.5
<u>Grignon</u>			
Quantité (Kg/100Kg d'olive)	75.5	57.5	45.5
Humidité (%)	57.3	55.4	35.5
Huile (%)	3.5	3.6	6.8
<u>Margine</u>			
Volume (L/100Kg d'olive)	3.6	90	75
Huile (Kg/100Kg d'olive)	0.06	1.05	2.4
Huile totale dans les sous-produits (Kg/100Kg d'olives)	2.8	3.1	7.8

Parfois, les facteurs liés aux bonnes pratiques d'extractions ne sont pas respectés. L'enscourtinage et la décantation peuvent conférer à l'huile le goût « scourtin » et « margine ». Tous ces facteurs conditionnent dans une large mesure la qualité de l'huile d'olive produite. Le tableau (III) donne les caractéristiques des huiles obtenues avec les différents systèmes d'extraction d'huile.

**Tableau III :** Caractéristiques des huiles obtenues issus de trois systèmes d'extraction d'huile (Anonyme, 2006).

Déterminants	Décanteur à 2 phases	Décanteur à 3 phases	Super-presse
Acidité (%)	0.5	0.6	0.8
Indice de peroxyde (meq/Kg)	5.3	5	8.3
Polyphénol totaux (mg/l tyrosol)	198	100	183
o-diphénols (mg/l acide caféique)	116	79	105
Stabilité oxydative (j)	269	146	210
Polyphénols totaux dégradés	20	39.8	25.5
K270	0.17	0.18	0.25

### I.5. Composition de l'huile d'olive

L'huile d'olive est un système chimique complexe constitué de plus de 250 composés (Kiritsakis, 1993 ; Angerosa *et al.*, 2004). La composition de l'huile d'olive change selon la variété, les conditions climatiques et l'origine géographique.

Les constituants de l'huile d'olive sont souvent classés en deux catégories :

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

#### I.5.1. La fractions saponifiables

Cette fraction représente 99 % de l'huile d'olive. Elle est composée essentiellement de triglycérides et d'acides gras (AG). La composition en AG et triglycérides de l'huile d'olive dépend du climat, de la variété, de la latitude et du degré de maturité des olives (Velasco et Dobarganes, 2002).

##### I.5.1.1. Les acides gras

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

Selon **Benlemlih et Ghanam . (2012)**, les acides gras présents dans l'huile d'olive sont: l'acide palmitique, palmitoléique, stéarique, oléique, linoléique, linoléinique et myristique. Les heptadécanoïques et ecosanoïques se trouvent en quantités infimes.

**Tableau IV:** Composition en acides gras de l'huile d'olive (**Gigon et Le Jeune, 2010**).

Acide gras	Symboles	Teneur (%)
Acide myristique	C14 :0	≤0,05
Acide palmitique	C 16 :0	7,5-20
Acide heptadécanoïque	C17 :0	≤0 ,3
acide palmitoléique	C16 :1n-7	0,3-3,5
Acide heptadécénoïque	C17 :1	≤0,3
Acide stéarique	C18 :0	0, 5-5
Acide oléique	C18 :1n-9	55-8 3
Acide linoléique	C18 :2n-6	2,5-21
Acide a-linolénique	C18 :3n-3	≤1
Acide arachidonique	C20 :0	≤0,6
Acide gadoléique	C20 :1n-9	≤0 ,4
Acide béhénique	C22 :0	≤0,2
acide lignocérique	C24 :0	≤0,2

Cx : yn-z ou x est le nombre de carbones, y le nombre de double liaisons, z la position de la double liaison en partant du méthyle terminal.

### I.5.1.2. Les triglycérides

Ce sont des esters d'acides gras et du glycérol. Les glycérides constituent le principal composant de huile d'olive, le triglycéride majoritaire d'huile d'olive est la trioléine (OOO) (**Abaza et al., 2002., Rouas, 2016**).

**Tableau V:** Composition en triglycérides de l'huile d'olive ((**Azadmard-Damirchi, 2007**).

	Nature	Glycérides en %
<b>OOO:</b> Trioléine.	OOO	40-59
<b>POO:</b> Dioléopalmitine.	POO	12-20
<b>OOL:</b> Dioléolinoléine	OOL	12.5-20
<b>POL:</b> Palmitooléolinoliene	POL	5.5-7
<b>SOO :</b> Dioléostéarine	SOO	3-7

### I.5.2. Fractions insaponifiables

Cette fraction est dénommée également composants mineurs (0,4-1%). Ces composants en faible quantité sont majoritairement responsables de la qualité gustative de huile, notamment au niveau de l'amertume, de l'arrière-goût poivré et /ou pimenté, et de sa stabilité (Šarolić *et al.*, 2014) on distingue :

#### I.5.2.1. Tocophérols

Les tocophérols sont reconnus pour leur double action bénéfique (Figure 10). En effet, ils ont tout d'abord l'atout d'être une vitamine liposoluble (vitamine E) et ils ont également une forte activité antioxydante. La teneur totale en tocophérols dans les huiles d'olives est très variable puisqu'elle a été reportée dans une gamme allant de quelques mg à 450 mg/kg d'huile (Boskou *et al.*, 2006., Haddam, 2014). L'alpha-tocophérol représente à lui seul 90% de la totalité des tocophérols (Sherwin, 1976), 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 (Psomiadou, 2000).

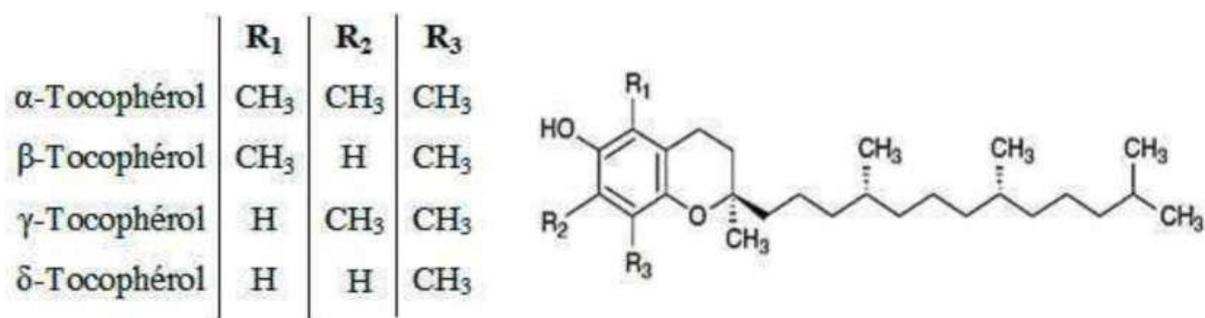


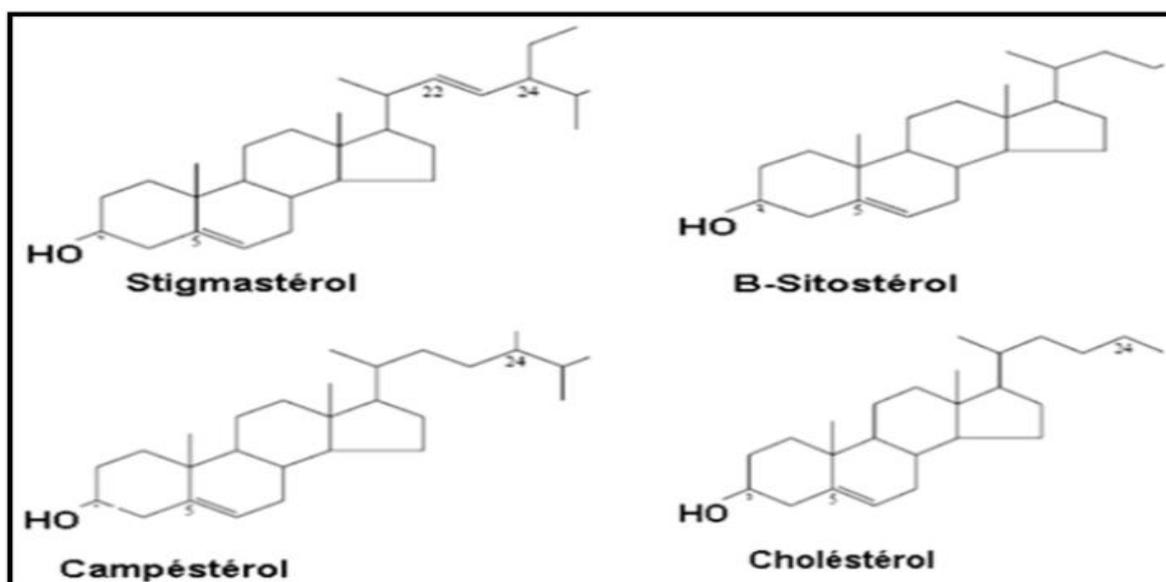
Figure 3: Structure des tocophérols (Chanforan, 2010).

#### I.5.2.2. Stérols

Les stérols sont des constituants essentiels des membranes cellulaires. On les trouve aussi bien chez les animaux que chez les végétaux. Tous les stérols ont en commun le même noyau et ils diffèrent par leurs chaîne latérale. La quantité totale des stérols dans l'huile d'olive extra vierge varie de 113 à 265 mg/100 g (Joaquin, 2002). La quantité totale de stérols varie selon la variété d'olive et leur degré de maturité (Haddam *et al.*, 2014). Dans l'huile d'olive, le principal stérol est le β-sitostérol, représentant jusqu'à 90-95% des stérols totaux, et qui a une action anti carcinogène (Awad *et al.*, 1998 ; Awad *et al.*, 2000). Les principaux stérols de l'huile d'olive sont représentés dans le tableau ci après :

**Tableau VI:** Composition d'huile d'olive en stérols (% des stérols totaux) (Uzzan, 1992).

Stérols	% des stérols totaux
β-Sitostérol	75-90
Δ-5 avénastérol	3-14
Campestérol	2-4
Stigmastérol	1-2
Cholestérol	<0.3

**Figure 4:** Structure des principaux stérols de l'huile d'olive (Verleyen, 2002).

### I.5.2.3. Les hydrocarbures

Le principal hydrocarbure de l'huile d'olive est le squalène (C<sub>30</sub>H<sub>50</sub>). Celui-ci apparaît dans la voie de la biosynthèse du cholestérol. L'huile d'olive extra vierge contient du squalène en raison d'environ 400 - 450 mg/100g, tandis que l'huile d'olive raffinée en contient 25 % de moins (Owen *et al.*, 2000). Le squalène est un précurseur métabolique du cholestérol et d'autres stérols (Samaniego-Sanchez *et al.*, 2010).

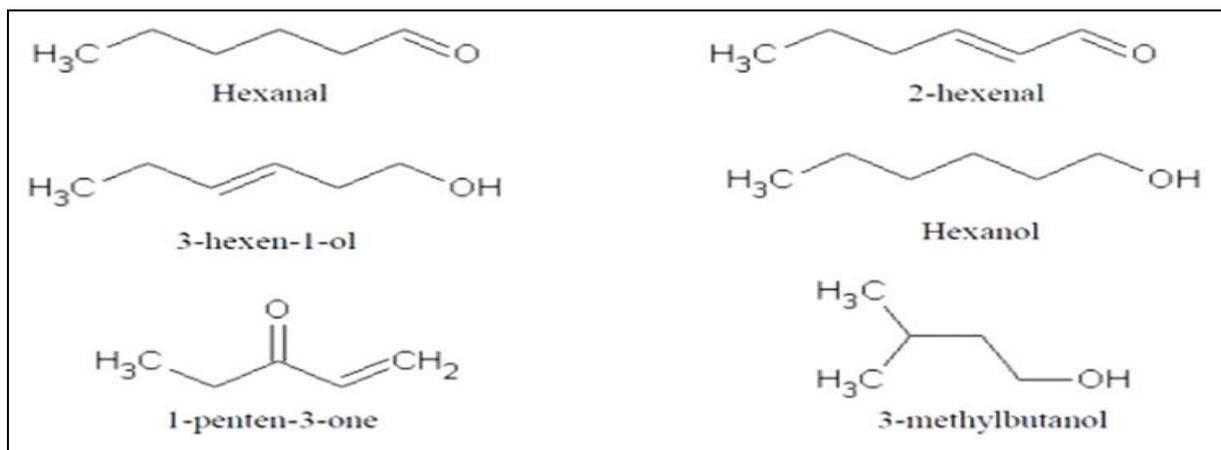
### I.5.2.4. Composés aromatiques

Les composés aromatiques sont des molécules de faible poids moléculaire (inférieur à 300Da) possèdent une volatilité à température ambiante (Angerosa, 2002). On estime que plus de 70 molécules composent la fraction volatile des huiles d'olives.

Ces composés se développent après extraction de l'huile à partir des fruits d'olives (Kiritsakis, 1998 ; Kalua *et al.*, 2007). Parmi ceux-ci figurent des produits de dégradation d'acides gras insaturés comme les aldéhydes (notamment hexanal, nonanal, 1-hexanol ou 2,4-décadienal). De plus, des hydrocarbures aliphatiques et aromatiques, des alcools, des cétones, des éthers, des esters ainsi que des furanes et des dérivés thioterpéniques contribuent de manière notable à l'odeur et à la saveur de l'huile (Assmann et Wahrburg, 1999).

D'une manière générale, les enzymes endogènes présentes dans l'olive, vont dégrader les acides gras par des voies de lipoxygénases et ces produits de dégradation vont être associés aux perceptions positives des arômes de l'huile d'olive (Venkateshwarlu *et al.*, 2004). La teneur en ces composés est influencée par le cultivar, la maturation des fruits et le système d'extraction ainsi que la durée de stockage (Kalua *et al.*, 2007).

Les principaux composés volatils sont représentés dans la figure suivante :



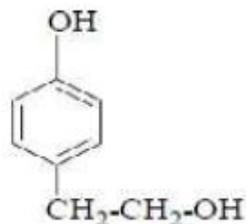
**Figure 5:** Structure chimique des composés volatils majoritaires de l'huile d'olive

(Veillet, 2010).

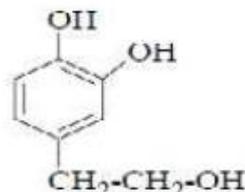
#### I.5.2.5. Les composés phénoliques

L'une des caractéristiques les plus importantes de l'huile d'olive est sa richesse en composés phénoliques, en particulier l'hydroxytyrosol et l'oleuropéine possédant des propriétés anti oxydantes (Talhoui *et al.*, 2016). La teneur en polyphénols est significativement liée à la qualité de l'huile d'olive. Cette qualité est affectée fortement par les conditions agronomiques et technologiques de la production d'huile d'olive (Benlemlih et Ghanam, 2012). Ces composés phénoliques contribuent fortement au goût piquant, à l'astringence et à l'amertume des huiles (Haddam *et al.*, 2014). Mais si les composés phénoliques sont aujourd'hui au centre de nombreuses études, c'est surtout pour leur potentiel en matière de prévention de la santé humaine (Vierhuis, 2001 ; Garcia, 2010).

## Les alcools phénoliques

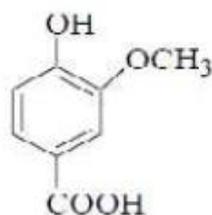


**Tyrosol**  
2-(4-hydroxyphényl)-éthanol

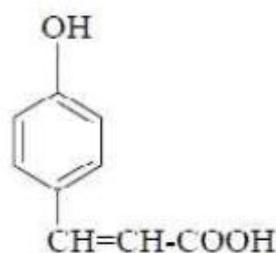


**Hydroxytyrosol**  
2-(3,4-dihydroxyphényl)-éthanol

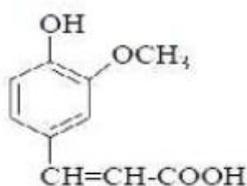
## Les acides phénoliques



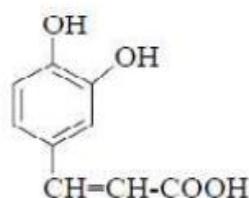
**Acide vanillique**  
acide 4-hydroxy-3-méthoxybenzoïque



**Acide p-coumarique**  
acide para-hydroxycinnamique

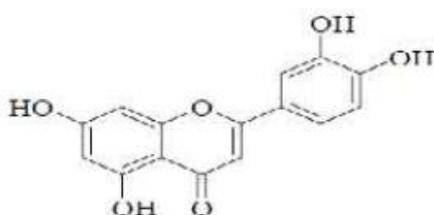


**Acide férulique**  
acide 4-hydroxy-3-méthoxycinnamique

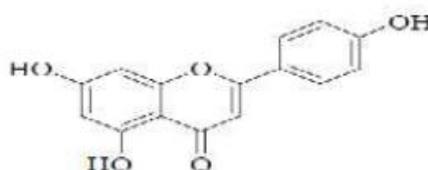


**Acide caféique**  
acide 3,4-dihydroxycinnamique

## Les flavonoïdes



**Lutéoline**



**Apigénine**

Figure 6: Principaux composés phénoliques d'huile d'olive (Ollivier *et al.*, 2004).

### I.5.2.6. Les pigments

La couleur de l'huile d'olive est le résultat des pigments (chlorophylles 80% et caroténoïdes 20%), leur teneur est influencée par le cultivar d'olive, l'indice de maturation, la zone de production, le système d'extraction et les conditions de stockage. Par conséquent, la couleur est considérée comme un indice de qualité (**Luaces *et al.*, 2005 ; Benlemlih et Ghanam, 2012**). Les pigments ont également un caractère antioxydant dans l'obscurité et pro-oxydant dans la lumière et semblent jouer un rôle important dans la stabilité oxydative de l'huile au cours de son stockage (**Oueslati *et al.*, 2009**).

Ils sont représentés par les chlorophylles et leurs produits de dégradation ; les phéophytines et par les caroténoïdes (**Oueslati *et al.*, 2009**).

#### ➤ Les chlorophylles

La chlorophylle est présente dans l'huile d'olive sous ses formes dégradées comme la phéophytine. La composition d'huile d'olive en chlorophylle dépend du stade de maturation des olives qui diminue continuellement du début jusqu'à la fin de la récolte (**Velasco & Dobarganes, 2002**). En présence de la lumière, la chlorophylle et ses dérivés sont dotés d'un pouvoir photo sensibilisateur, alors qu'à l'obscurité elle possède une activité antioxydante. C'est l'une des raisons pour lesquelles il est conseillé de conserver l'huile d'olive à l'abri de la lumière (**Guirda *et al.*, 2005**).

#### ➤ Les caroténoïdes

Les caroténoïdes sont des composés liposolubles associés à la fraction lipidique des organismes ou des matrices. Son taux dans l'huile d'olive est très variable, allant de 6,22 à 1,15 mg/kg (**Manai-Djebali *et al.*, 2012**). Leur concentration dans l'huile d'olive est liée à la variété d'olive (**Manai-Djebali *et al.*, 2012**), au degré de maturité du fruit et au procédé d'extraction de l'huile (**Inarejos-García *et al.*, 2011**). Le caroténoïde le plus abondant de l'huile d'olive est le  $\beta$ -carotène (Provitamine A). Son taux varie de 0,3 à 3,7 mg/Kg d'huile. 2 mg de  $\beta$ -carotène se transforment en 1mg de vitamine A. La provitamine A se transforme en vitamine A au cours de l'absorption intestinale (**Kataja-Tuomola, 2008**).

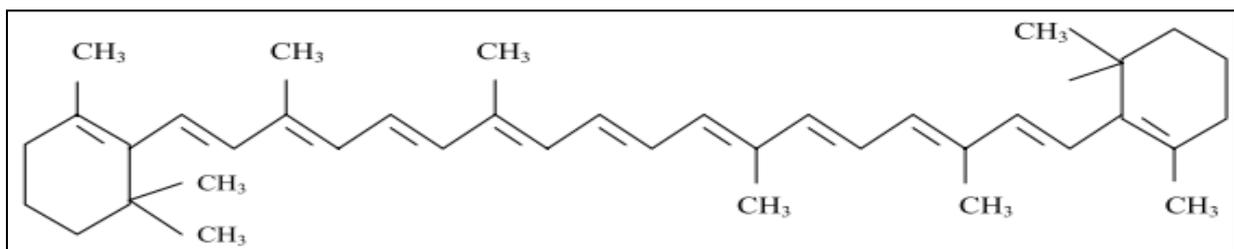


Figure 7: Structure chimique du  $\beta$ -carotène (**Lee *et al.*, 2004**).

### I.5.2.7. Les autres composés

L'huile d'olive contient d'autres composés tels que les phospholipides avec des teneurs allant de 60 à 165 ppm ; représentés par la phosphatidylcholine et la phosphatidyléthanolamine, les cires se trouvent à une teneur inférieure à 250 ppm (**Viola, 1997**).

### I.6. Intérêt diététique et nutritionnel de l'huile d'olive

Les propriétés nutritionnelles et les bienfaits de l'huile d'olive sur la santé ont fait l'objet de beaucoup de recherches ces derniers temps, bien que de nouvelles recherches reconnaissent et confirment tous les jours les vertus de ce produit, il reste encore beaucoup à découvrir à son sujet.

Les auteurs (**Keys et al., 1986 ; Jacotot, 1999 et Kratz et al., 2002**) ont montré que les acides gras mono-insaturés ont une influence sur le métabolisme des lipoprotéines de haute densité qui ont un effet protecteur contre l'athérosclérose. En effet, ces lipoprotéines sont impliquées dans la captation du cholestérol cellulaire.

L'huile d'olive riche en acides gras mono-insaturés, est responsable des bienfaits cardiovasculaires, elle diminue la sécrétion acide de l'estomac et l'acide oléique permet aussi d'améliorer l'absorption intestinale de calcium et de la vitamine D (**Henry, 2003**).

Des études réalisées en Grèce et à Harvard ont mis en évidence une réduction de plusieurs types de cancers lors de la consommation d'huile d'olive tels que : le cancer du sein et du colon, cela grâce à sa forte proportion en AGMI et un taux élevé d'antioxydants (**Kushi, 1995 ; Lior, 2003**). **Henry (2003)** a constaté que le remplacement d'acides gras saturés par des acides mono ou polyinsaturés ( $\omega 6$ ) pouvait réduire significativement le taux de LDL. Néanmoins, tous les effets bénéfiques de la consommation de l'huile ne sont pas dus à l'acide oléique. D'autres composants secondaires comme les composés phénoliques sont des antioxydants exogènes. En effet, leur activité antioxydante a deux effets principaux :

- ✓ Ils protègent l'huile de l'oxydation (donc augmentent sa durée de vie) ;
- ✓ Ils préviennent le développement de certaines maladies.

Des études cliniques (**Rotondo et De Gaetano, 2000 ; Motard-Bélanger et al., 2008**) ont montré que l'alimentation méditerranéenne traditionnelle, dans laquelle l'huile d'olive a une place importante, jouait un rôle majeur dans la prévention des facteurs de risques des maladies cardiovasculaires, telles que dyslipidémies, hypertension et diabète.

**Beauchamp et al, (2005)** ont mis en évidence la présence dans l'huile d'olive vierge d'agents naturels qui auraient un rôle d'anti-inflammatoire sur l'organisme.

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

Les propriétés digestives de l'huile d'olive ont conduit à son utilisation dans le traitement des troubles gastriques, biliaires, et de la constipation. La motricité gastrique est stimulée par les acides gras mono-insaturés comparativement à des acides gras saturés.

En fait, les principaux effets digestifs de l'huile d'olive portent sur le fonctionnement biliaire : stimulation de la sécrétion hépatique de la bile par le foie (cholérétique) et des propriétés cholagogue (stimule la vésicule biliaire à se contracter et à déverser dans le duodénum la bile indispensable à la digestion des lipides **(Jacotot. , 1997 ; Charbonier,, 1985)**

L'huile d'olive revêt un intérêt sur le plan nutritionnel grâce à sa composition en acides gras d'une part et ses composés mineurs (hydrocarbures, stérols, tocophérols, composés phénoliques, phospholipides,..) d'autre part.

L'huile d'olive fournit des calories, comporte des composés entrant dans la structure membranaire des cellules (phospholipides), elle véhicule des vitamines liposolubles. Les substances mineures confèrent à l'huile d'olive des propriétés thérapeutiques.

# Chapitre II : Altération des corps gras

Un corps gras d'origine animale ou végétale peut subir au cours de sa conservation ou de son utilisation trois grands types d'altérations :

- oxydation : l'oxygène de l'air est dans ce cas le seul paramètre nécessaire et indispensable à l'initiation des réactions de dégradation.
- hydrolyse : chimique ou enzymatique qui conduit à la formation de glycérides partiels et d'acides gras libres.
- altération thermique : chauffage pour des températures supérieures à 100 voire 150 °C, conduit à la formation de polymères, de composés cycliques ou isomérisés (Armelle, 2004).

## II.1. L'oxydation

Les réactions d'oxydation des lipides entraînent la formation de composés volatils d'odeur désagréable. Ces réactions peuvent se produire même dans des aliments contenant moins de 1% de lipides. Les principaux substrats de l'oxydation sont les acides gras insaturés ; ils s'oxydent en général plus vite à l'état libre que lorsqu'ils font partie de molécules de triacylglycérols ou de phospholipides. D'autres substrats non saturés peuvent subir des réactions d'oxydation comme les vitamines A et E, les pigments caroténoïdes et certains hydrocarbures présents dans les huiles (Alais et al., 2008).

### II.1.1. Le mécanisme de l'oxydation des lipides

L'oxydation des lipides peut s'effectuer suivant différents mécanismes (tableau VII). Cependant les compositions des produits de la réaction sont quasiment les mêmes et indépendantes du mécanisme (Pokorny, 2003).

**Tableau VII:** Mécanisme d'oxydation des lipides (Pokorny, 2003)

Type d'oxydation	Lipides oxydés	Catalyseur	Agent oxydant	Prévention
Auto-oxydation	Tous les lipides insaturés	Métaux lourds Radicaux libres	Oxygène triplet	Antioxydants
Oxydation enzymatique	Lipides polyinsaturés	Lipoxygénases	Oxygène triplet	Inactivation des enzymes
Oxydation due à l'oxygène singulet	Tous les lipides insaturés	Molécules photosensibles	Oxygène singulet	Piégeurs d'oxygène singulet

### II.1.1.1. Mécanisme d'auto-oxydation des lipides

L'auto-oxydation des lipides est une réaction autocatalysée par l'oxygène. C'est une réaction de type radicalaire qui se produit au niveau des groupes allyliques des acides gras. Sa vitesse peut être augmentée par des facteurs externes comme la lumière, la température et les métaux lourds. Elle est, aussi en fonction du nombre des groupes allyliques adjacents (**Fuhrer et al., 2005**). C'est une réaction en chaîne de radicaux libres qui se déroule en trois étapes :

- Réactions d'initiation
- Réactions de propagation
- Réactions de terminaison

**a. Réactions d'initiation** : lente, elle correspond à la formation des radicaux libres, L'arrachement du proton est facilité tant par la chaleur (agitation moléculaire) que les rayonnements ou les catalyseurs (métaux tels que Cu, Fe, Co, Mn, Ni...).



**b. Réactions de propagation** : rapide, elle correspond à la formation, à partir des radicaux libres, des peroxydes et à l'apparition consécutive des composés secondaires d'oxydation.



La phase de propagation peut elle-même être découpée en deux étapes séquentielles :

La première étape correspond à l'apparition des peroxydes, composés primaires d'oxydation, à partir des radicaux libres instables : la quantité de peroxydes formés peut être évaluée analytiquement grâce à la détermination de l'indice de peroxyde. À ce stade, dit de peroxydation, la flaveur de rance peut ne pas être perceptible, la qualité marchande du produit est non encore altérée ;

La deuxième étape se traduit par l'évolution des hydroperoxydes en composés secondaires d'oxydation, par deux voies principales (**Armelle, 2004**) :

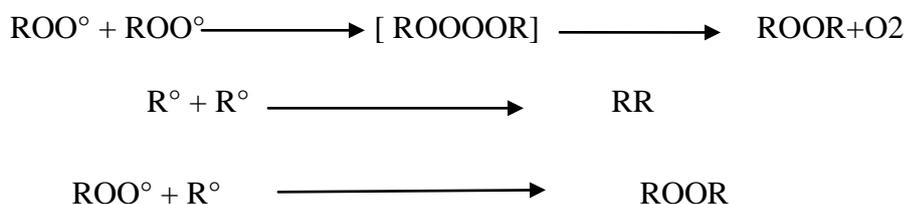
- **une voie dite de scission** : conduisant par coupure à la libération de composés volatils (chaînes carbonées courtes et moyennes), notamment aldéhydiques, responsables de la flaveur de rance, caractérisée par un seuil de détection très faible .
- **une voie dite de remaniement** : conduisant suite à différents types de pontage intra- ou inter-acides gras ou suite à l'apparition de fonctions oxydées (fonctions cétone, époxy,

hydroxy) sur les acides gras, à la formation d'acides gras oxydés, de triglycérides oxydés ; de polymères de triglycérides oxydés. À ce stade dit de rancissement, la flaveur de rance est bien entendu perceptible, et peut être accompagnée par d'autres conséquences d'ordre fonctionnel (aspect, couleur, texture) et d'ordre physiologique (altérations des acides gras essentiels et des vitamines liposolubles) (Armelle, 2004).

**Tableau VIII:** Mécanisme de décomposition des hydroperoxydes (Pokorny, 2003).

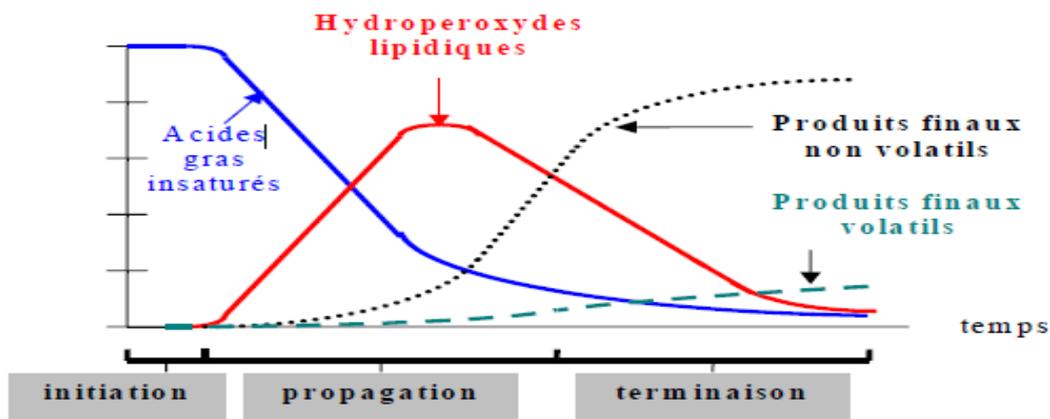
Types de décomposition	Agent catalyseur	Produits de la réaction
Rupture de liaison peroxy	Métaux lourds	Radicaux libres
Clivage des chaînes hydrocarbonnées	spontané	Composés volatiles
Clivage enzymatique	Hydroperoxyde lyases	Composés volatiles
Transformation enzymatique	époxydases	Epoxydes
Réactions sur les doubles liaisons	spontané	Epoxydes, cétones, éthers
Oxypolymérisation	chauffage	Polymère

**C. Phase de terminaison :** elle correspond à la disparition des peroxydes, à l'accumulation des composés secondaires d'oxydation, c'est-à-dire à l'oxydation complète du substrat (Armelle, 2004).



Au cours de ces réactions, les radicaux libres s'associent pour donner des composés non radicalaires. Parmi les composés formés, ce sont les aldéhydes et les cétones de faibles poids moléculaire qui sont responsables de l'odeur de rance.

L'oxydation des lipides conduit à la formation de produits primaires tel que les hydroperoxydes, les radicaux libres, les diènes conjugués, qui sont très instables et rapidement décomposés en produits secondaires : aldéhydes, alcools, cétones. Ainsi, lors du développement des réactions d'oxydation vont successivement apparaître les produits primaires et secondaires de l'oxydation (figure 8) (Emyard, 2003).



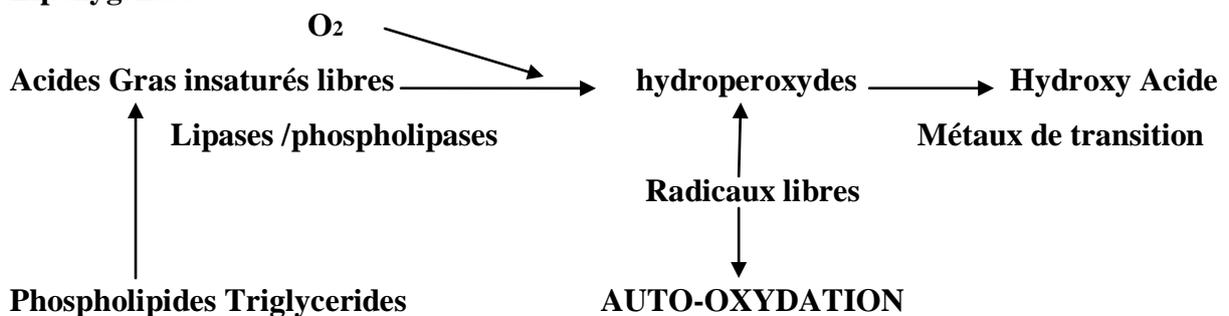
**Figure 8:** Schématisation de la cinétique d'oxydation des acides gras insaturés (Eymard, 2003)

### II.1.1.2. Oxydation enzymatique

Divers enzymes tissulaires, les lipoxygénases, peuvent aussi, en présence d'oxygène, oxyder les restes d'acides gras insaturés. Il s'agit généralement d'une oxydation limitée qui peut se dérouler simultanément à l'auto-oxydation (Fuhrer *et al.*, 2005)

Le phénomène d'oxydation des acides gras insaturés peut être d'origine enzymatique. La lipoxygénase catalyse l'insertion d'une molécule d'oxygène sur un acide gras insaturé et aboutit à la formation d'hydroperoxydes. Elle agit spécifiquement sur les acides gras non estérifiés. Son activité est donc souvent couplée avec celle des lipases et des phospholipases (Eymard, 2003). Le mécanisme d'oxydation des acides gras insaturés par la lipoxygénase est montré en (figure 9).

#### Lipoxygénase



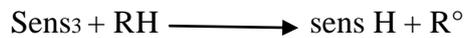
**Figure 9:** Mécanisme d'initiation de la peroxydation des lipides par l'activité lipoxygénasique d'après German et Kinsella (1985).

### II.1.1.3. Oxydation par l'oxygène singulet (photo-oxydation)

L'oxydation par l'oxygène est très intense dans les aliments exposés à la lumière visible et ultraviolette. En présence d'un photosensibilisateur, l'énergie irradiante convertit l'oxygène de l'état triplet en oxygène à l'état singulet, qui est mille fois plus actif que l'oxygène dans son état triplet (**Pokorny, 2003**).

La photo-oxydation est une voie importante de production d'hydroperoxydes en présence d'oxygène, d'énergie lumineuse et de photosensibilisateurs tels que les hémoprotéines ou la riboflavine (**Hultin, 1992**). Les photosensibilisateurs (Sens) absorbent l'énergie lumineuse et passent à l'état triplet excité (Sens<sup>3</sup>) (**Hultin, 1994**). Les photosensibilisateurs interviennent dans l'oxydation des lipides selon deux types de mécanismes (**Frankel, 1998**).

Les photosensibilisateurs de type I, telle que la riboflavine, agissent comme les radicaux libres initiateurs. Dans leur état triplet, elles arrachent un atome d'hydrogène ou un électron aux molécules lipidiques pour former un radical capable de réagir avec l'oxygène.



Selon le second mécanisme, les molécules photosensibles de type II, telles que la chlorophylle et l'érythrosine, réagissent dans leur état excité (Sens<sup>3</sup>) avec l'oxygène triplet auquel elles transfèrent leur énergie pour donner de l'oxygène singulet (<sup>1</sup>O<sub>2</sub>).



L'oxygène singulet ainsi formée est très électrophile et peut réagir directement sur un acide gras insaturé (RH) formant ainsi un hydroperoxyde ROOH.



Par la suite interviennent les réactions radicalaires en chaîne de l'auto oxydation. Les hydroperoxydes ainsi formés sont différents de ceux formés par auto-oxydation (**Frankel, 1998**).

### II.1.2. Les facteurs favorisant l'oxydation des lipides

Les principaux facteurs d'altération des lipides sont : l'oxygène, la lumière, la température, l'activité de l'eau, les traces métalliques, et les acides gras libres en concentration élevées (**Frénot et Vierling., 2001**).

**Tableau IX:** Facteurs favorisant l'oxydation (Multon, 2002).

Facteurs internes	Facteurs externes
Nature de la matière grasse (acides gras libres)	Oxygène
Insaturations (nombre et position)	
Dispersion (augmentant la surface d'échange avec O <sub>2</sub> )	
Activité de l'eau > 0.3 (favorisant l'oxydation enzymatique et l'activité des métaux)	Température
Enzymes (lipases lipoxygénases)	
Métaux de transition (fer, cuivre)	
Pigments (catalisant la photo-oxydation)	Lumière (radiation UV ou ionisation)

### II.1.3. Moyens de lutte contre l'oxydation des lipides

La connaissance des facteurs promouvant l'oxydation aide le scientifique à développer des stratégies pour empêcher et contrôler cette réaction (tableau X).

**Tableau X :** Facteurs les plus importants promouvant l'oxydation (Elizabeth, 2003)

Facteur	Contrôle
Chaleur	Eviter l'exposition aux températures élevées
Lumière	Eviter l'exposition à la lumière
Oxygène	Supprimer l'oxygène
Pro-oxydants (traces métalliques)	Supprimer ou utiliser, par exemple, des agents complexants
Enzymes	Supprimer/inactiver les enzymes
Activité de l'eau (a <sub>w</sub> )	Assurer une activité de l'eau optimale
Photo-sensibilisateur	Supprimer les agents photo-sensibilisateurs et/ou éviter l'exposition à la lumière
Déficit en antioxydants	Addition d'antioxydants

L'une des options les plus importantes permettant d'empêcher des processus oxydatifs est l'utilisation des antioxydants.

### II.1.3.1. Activité antioxydante

#### II.1.3.1.1. Définition des antioxydants

Les antioxydants sont définis par **Halliwell (1999)** comme « toute substance qui, en faible concentration par rapport au substrat susceptible d'être oxydé, prévient ou ralentit l'oxydation de ce substrat ».

#### II.1.3.1.2. Mécanisme d'action des antioxydants

Les mécanismes d'action d'un antioxydant peuvent comprendre :

##### ✓ Action de prévention

L'action préventive bloque l'initiation en complexant les catalyseurs, en réagissant avec l'oxygène ou en déviant de l'aliment des effets de lumière ou des rayonnements.



##### ✓ Action de terminaison

Les antioxydants transforment les radicaux en composés plus stables et bloquent la phase de propagation. Un tel effet résulte d'une structure de donneurs de H• souvent aromatique, cas des dérivés du phénol (tocophérols, polyphénols, flavonoïdes...) (**Francoise et al., 2004**).



A-H: antioxydant, donneur de H•

Cette catégories de produits anti-oxydants fait diminuer le nombre de radicaux libres, réduit la vitesse d'oxydation et fait prolonger la période d'induction.

#### II.1.3.1.4. Classes des antioxydants

Les principales classes d'antioxydants et leurs effets sont résumés dans le tableau ci-dessous :

**Tableau XI:** Classe d'antioxydants et leurs effets (Elizabeth, 2003)

Classe	Exemple
Primaire ou pièges à radicaux libres	BHA BHT Gallates Tocophérols Flavonoïdes Vanilline Carnosol et l'acide carnosique
Secondaire ou préventif	
Agents enlevant l'oxygène	Acide ascorbique Ascorbyl palmitate Sulfites Glucose oxydase et catalase
Agents complexants	Acide citrique Phosphate EDTA
Suppresseurs d'oxygène singulet	Caroténoïdes Tocophérol
Décomposeurs d'hydroperoxydes	glutathion

#### III.1.4. Conséquences des réactions d'oxydation

L'impact de l'oxydation des corps gras est triple :

##### ❖ Impact nutritionnel et organoleptique

-Les réactions d'oxydation donnent naissance à de nombreux composés, responsables de l'odeur de rance, telles que les aldéhydes et les cétones à faible masse moléculaire.

-Par ailleurs, Les composés carbonylés peuvent réagir avec les protéines ou plus généralement favoriser le brunissement non enzymatique ; la présence des lipides peut aussi provoquer l'oxydation secondaire de divers arômes.

- L'oxydation des lipides entraîne également des pertes d'activité vitaminique et de couleur, de même que l'oxydation des AGE provoque une diminution de la valeur nutritionnelle (Alais et al., 2008).

#### ❖ Impact économique

- Perte de la valeur marchande suite à l'oxydation qui déprécie la qualité du produit (Rahmani, 2007).

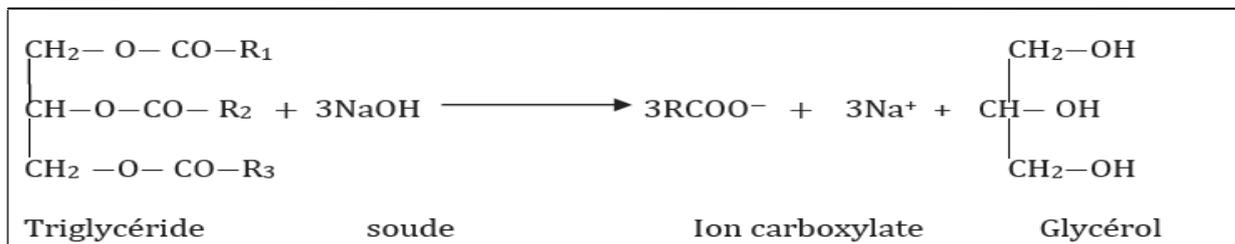
### II.2. Dégradation Hydrolytique

L'hydrolyse des corps gras qu'elle soit d'origine enzymatique ou chimique conduit à l'apparition d'acides gras libres et de glycérides partiels (mono et diglycérides) dont les propriétés sont plus ou moins désagréables sur le plan organoleptique (Denise, 1992). La dégradation des lipides par hydrolyse des triglycérides provoque l'apparition d'un goût et d'une odeur rance, cette réaction peut se produire par deux voies :

- Hydrolyse chimique
- Hydrolyse enzymatique

#### II.2.1. Hydrolyse chimique

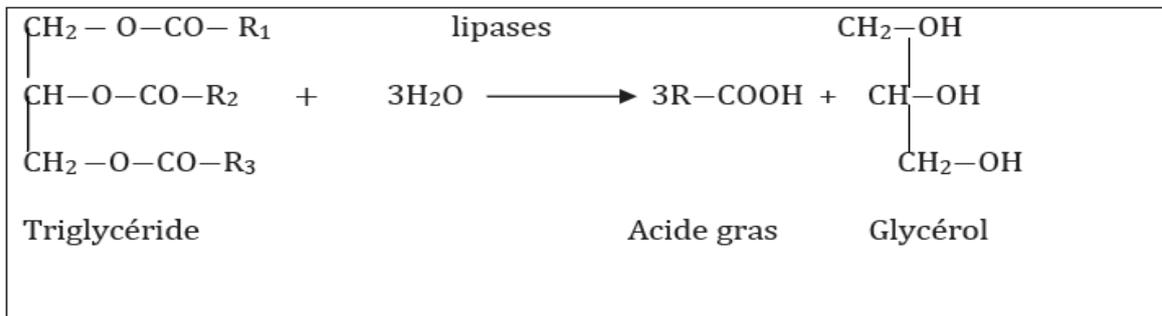
Les esters (triglycérides) peuvent être hydrolysés en milieu basique, acide et même neutre. En milieu basique la réaction est totale, elle est appelée saponification, en milieu acide ou neutre, la réaction est réversible. L'hydrolyse est la réaction inverse de l'estérification. L'insolubilité des glycérides dans l'eau et de l'eau dans les glycérides n'est pas un obstacle à leur hydrolyse (Uccini et Debal, 1992 ; Yadav, 1997).



#### II.2.2. Hydrolyse enzymatique

Les lipases d'origine bactérienne et fongique agissent préférentiellement à l'interface eau-huile, d'où la nécessité d'une bonne dispersion du milieu. Les lipases hydrolysent les liaisons esters des glycérides et libèrent à partir des triglycérides des acides gras, des diglycérides et des monoglycérides. A noter également que les lipases n'agissent en général que dans un

domaine restreint de température (20-50°C) et de pH (5,5-7,5). Alors que lors du raffinage, ces enzymes sont dénaturées (Uccini et Debal, 1992 ; Allen et Hamilton, 1999).



La dégradation hydrolytique pose un problème important, car s'ils sont polyinsaturés, les acides gras libérés deviennent des substrats pour l'oxydation enzymatique par les lipoxygénases, ou par l'auto oxydation (Pokorny, 2003).

### II.3. Altération thermique

Outre l'altération oxydative et hydrolytique, les huiles peuvent subir des dégradations par polymérisation et, plus rarement, par isomérisation ou cyclisation (Armelle, 2004).

#### II.3.1. Polymérisation

Toujours aux températures élevées, la perte de protons par les acides gras polyinsaturés conduit à des radicaux libres pouvant se dimériser. Des dimères ou même des oligomères peuvent apparaître à des plus faibles températures durant le processus d'oxydation. Les dimères cycliques sont dangereux pour la santé humaine (Pokorny, 2003).

#### II.3.2. Isomérisation

Lorsque le corps gras est soumis à des conditions extrêmes, en particulier des températures élevées, au-dessus de 200°C, les doubles liaisons peuvent s'isomériser en formant le plus souvent des systèmes conjugués. Les doubles liaisons qui ont migré prennent alors la configuration *trans*, thermodynamiquement plus stable que la forme *cis* initial. De telles réactions sont très communes lors des étapes de désodorisation des huiles au cours de raffinage (Pokorny, 2003).

# Chapitre III: Les matériaux d'emballages

## **Introduction**

Depuis longtemps, l'homme a utilisé les récipients de peau, de feuilles, les paniers en bois, la poterie. La première bouteille en verre est apparue il y a environ 2000 ans, les emballages en papier ont vu le jour il y a 193 ans, les boîtes en fer blanc sont apparues il y a environ 150 ans et le plastique environ 70 ans.

Avec les développements scientifiques et les avancées technologiques récentes notamment en matière de conservation des aliments, l'industrie des emballages alimentaires n'a cessé de se développer pour d'une part, suivre ces développements, et d'autre part, répondre aux exigences croissantes du consommateur.

Aujourd'hui, on assiste à une myriade d'emballages alimentaires qui remplissent des fonctions au-delà de la protection des aliments (séduction, répondre aux exigences réglementaires, etc.). Les matériaux utilisés sont aussi divers ; on trouve les matériaux simples comme le bois, le verre, les métaux, mais aussi des matériaux complexes faisant intervenir plusieurs matériaux à la fois.

### **III.1. Définition**

Emballage, étymologiquement, vient du préfixe <<en>> et de <<balle>> lequel dérive lui-même de l'ancien allemand <<balla>> dont le sens était de serrer avec une idée de pelotonner ; emballer c'est donc mettre en balle et, par extension, un emballage est donc un assemblage de matériaux destinés à protéger un produit qui doit être transporté (**Pothet, 1998**).

### **III.2. Rôle de l'emballage alimentaire**

#### **III.2.1. Fonction de contenant**

L'emballage est avant tout un récipient, associé à des servitudes métrologique réglementaires (obligatoire et l'indication exacte de la masse ou de volume contenu) ; cette fonction évolue à l'heure actuelle vers le fractionnement en unité de consommation (individuelle, journalière,...).

#### **III.2.2. Une fonction de présentation**

Visant à retenir l'attention et à séduire l'acheteur dans le linéaire de distribution.

#### **III.2.3. Une fonction d'information**

Par l'étiquetage, de plus en plus importante, associée à des servitudes réglementaires quant aux types d'informations et à la loyauté de renseignements donnés.

### III.2.4. Une fonction de service

Dans la mesure où l'emballage apporte un service spécifique : flacons pulvérisateur, flacon saupoudreur boîte auto-chauffante, etc. ; la notion service s'étend également à la commodité d'emploi, notamment à la facilité d'ouverture.

### III.2.5. Une fonctions de sécurité alimentaire

Protection vis-à-vis d'une contamination ou d'une pollution.

**III.2.6. Une fonction de protection physique vis-à-vis des chocs mécaniques** (manutentions, palettisation, transport), des variations de température (emballages isothermes), de la lumière (matériaux filtrant les UV par exemple).

### III.2.7. Une fonction d'auxiliaire technologique

De conservation et de protection de la qualité du produit alimentaire contre les agents extérieurs d'altération physico-chimique et biochimique des aliments, associée à une obligation d'innocuité toxicologique et d'inertie chimique des matériaux constituant l'emballage vis-à-vis de son contenu (Multon, 1998).

## III.3. Différents matériaux d'emballage

### III.3.1. Emballage plastique

Le plastique est le terme populaire désignant les matières synthétiques de toutes sortes. Son étymologie vient du grec ancien et signifiait à l'origine « forme produite ». La première matière plastique, appelée Bakélite, fut créée par Léo Beakeland en 1909 à partir de macromolécules artificielles. Les matières plastiques sont issues de matières premières telles que le charbon, le pétrole ou le bois. Au fil des années, plusieurs adjuvants chimiques furent découverts et ainsi, il fut possible d'augmenter les caractéristiques multiples du plastique. Bon marché, aux utilisations multiples, le plastique est omniprésent dans notre vie actuelle (Chrystelle et al., 2013).

Ces emballages offrent une variété infinie de solutions, ils s'adaptent au sur mesure et à une infinité de contenus. Grâce à leur légèreté, à leur capacité de valorisation, que ce soit par recyclage ou valorisation énergétique, les emballages après usage répondent aux exigences

#### III.3.1.1. Définition

On entend par « matière plastique » le composé macromoléculaire organique obtenu par polymérisation, polycondensation, polyaddition ou autre procédé similaire à partir de molécules de poids moléculaires inférieurs ou par modifications chimiques de macromolécules naturelles.

L'agroalimentaire absorbe 65 % des emballages plastiques, Viennent ensuite :

- les produits d'entretien 13 %
- hygiène, santé, beauté 12 %
- l'industrie et le transport 10 %

Les matières plastiques employées sont indiquées à l'aide de codes visuels (un chiffre entouré d'un triangle fléché). Selon ce chiffre, on peut savoir de quel plastique est fait l'emballage :

- 1 : poly téréphtalate d'éthylène (PET ou PETE) ;
- 2 : polyéthylène haute densité (HDPE) ;
- 3 : polychlorure de vinyle (PVC) ;
- 4 : polyéthylène basse densité (LDPE) ;
- 5 : polypropylène (PP) ;
- 6 : polystyrène (PS) ;
- 7 : tout plastique autre que ceux nommés de 1 à 6 (**Aboutayeb, 2011**)

Le tableau (XII), résume des différents plastiques et de leurs utilisations les plus fréquentes dans l'industrie alimentaire (**Conseil TAC, 2010**)

Tableau XII: Nomenclature et champ d'application des plastiques (Conseil TAC, 2010).

	<p>Polyéthylène téréphtalate (PETE) : Souvent utilisé pour les bouteilles de boisson gazeuse, d'huile de cuisine, etc. En film, il est surtout utilisé pour ses propriétés de scellage à n'importe quel autre matériau d'emballage, et comme film moulant. C'est actuellement le plastique le plus recyclé. Pour les micro-ondes et les fours, l'industrie utilise le PET qui résiste à des températures plus élevées.</p>
	<p>Polyéthylène haute densité : Souvent utilisé pour les bouteilles de détergent, jus de fruits, contenants pour congélation, chaudières, barils et bouchons. Il représente 50 % du marché des bouteilles en plastique. En film, il est souvent utilisé pour des doublures pour baril et boîtes en industrie alimentaire. Coût bas et bonne barrière à l'oxygène.</p>
	<p>Polychlorure de vinyle (PVC) : C'est le 2e plastique le plus utilisé dans le monde (20 % de l'ensemble des plastiques) après les polyéthylènes (32 %). Utilisé pour des bouteilles et pots de miel, confiture et mayonnaise avec une excellente transparence. En film, il est utilisé aussi pour les manchons thermo rétractables et sceaux de sécurité. N. B. : Peut susciter la controverse à cause de sa teneur en chlore.</p>
	<p>Polyéthylène basse densité : Généralement utilisé pour certains sacs ou emballages plastiques (bouteilles comprimables, bouchons ou capsules). En film, il est utilisé pour stabiliser les caisses ou palettes (étirable, ou thermorétractable). Coût bas et barrière moyenne à l'oxygène.</p>
	<p>Polypropylène (PP): Utilisé pour certaines tasses pour enfants, gourdes souples réutilisables pour sportifs, récipients alimentaires réutilisables, pots de yogourt, de lait et de margarine. Il est surtout le plus utilisé pour le remplissage à chaud et les couvercles. Coût bas et barrière à l'humidité.</p>
	<p>Polystyrène (PS) : Utilisé principalement pour les gobelets et contenants thermoformés ou par injection. En alimentaire, surtout présent dans les barquettes et contenants en styromousse pour les produits frais et emballage de protection. Le PS expansé est surtout utilisé comme support pour rouleau d'étiquettes. Ne jamais chauffer les aliments dans des récipients en polystyrène (peut représenter des risques pour la santé).</p>
	<p>Autres plastiques, comme le Polycarbonate : Utilisé pour les biberons Et certaines tasses pour bébé en polycarbonate translucide et rigide, tout comme les bonbonnes d'eau de 20 litres et certaines de 3,5 litres.</p>

### III.3.1.2. Les différentes familles de plastique

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

#### III.3.1.2.1. Les thermoplastiques

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

#### III.3.1.2.2. Les thermodurcissable

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

#### III.3.1.2.3 Les élastomères

Ils ont les mêmes qualités élastiques que le caoutchouc c'est-à-dire qu'ils supportent de très grandes déformations avant rupture. Ils ont une contrainte, ils peuvent se déformer. Ils ont une bonne élasticité, grâce à la vulcanisation qui consiste à cuire avec différents agents chimiques les molécules pour les rendre flexibles. Les élastomères les plus utilisés sont : - le caoutchouc naturel issu du latex. - le poly isoprène synthétique - le polybutadiène - le styrène-butadiène Grâce aux propriétés des différents plastiques, la diversité des demandes de l'utilisateur est satisfaite. Ces trois grandes familles regroupent donc une multitude de plastiques différents selon les caractéristiques attendues (**Dumaine et al., 2011**).

### III.3.2. Le métal d'emballage

L'utilisation des matériaux métalliques pour l'emballage et le conditionnement des denrées alimentaires n'est plus à démontrer et se justifie aisément par certaines propriétés spécifiques du métal :

- Aptitude à la mise en forme.
- Rigidité.
- Solidité.

➤ Imperméabilité.

Le premier objectif de l'emballage métallique destiné aux produits alimentaires est d'assurer la protection physicochimique du produit à commercialiser jusqu'à la table du consommateur (Aplincourt et al., 1998).

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

### III.3.2.1. Matériaux à base d'acier : Fer blanc et fer chromé

✓ **Fer blanc et fer chromé**

Le principal matériau pour les boîtes à conserve est le fer blanc ; mince feuille d'acier doux revêtu électrolytiquement d'une couche d'étain pur sur ses deux faces. Un produit dérivé, le fer chromé, a pris une place importante, représentant 30 % du tonnage global.

✓ **Aluminium**

C'est un matériau très utilisé dans l'agroalimentaire, il présente des caractéristiques suivantes :

**Tableau XIII** : avantages et inconvénients de l'aluminium (Aplincourt et al., 1998).

Aluminium	
Avantages	Inconvénients
Légèreté. Etanchéité contre les gaz. Recyclable. Flexible. Stable.	Relativement cher. Fermeture difficile. Fonctions marketing limité (formes limitées)

### III.3.2.2. Les vernis de protection de l'emballage métallique

Certains matériaux métalliques comme l'aluminium ou le fer chromé sont souvent vernis sur les deux faces intérieure et extérieure. La fonction essentielle des vernis est de minimiser les interactions des métaux de l'emballage avec les produits conditionnés et le milieu extérieur. A l'extérieur, les revêtements organiques assurent simultanément la fonction de protection et de décoration (Aplincourt et al., 1998).

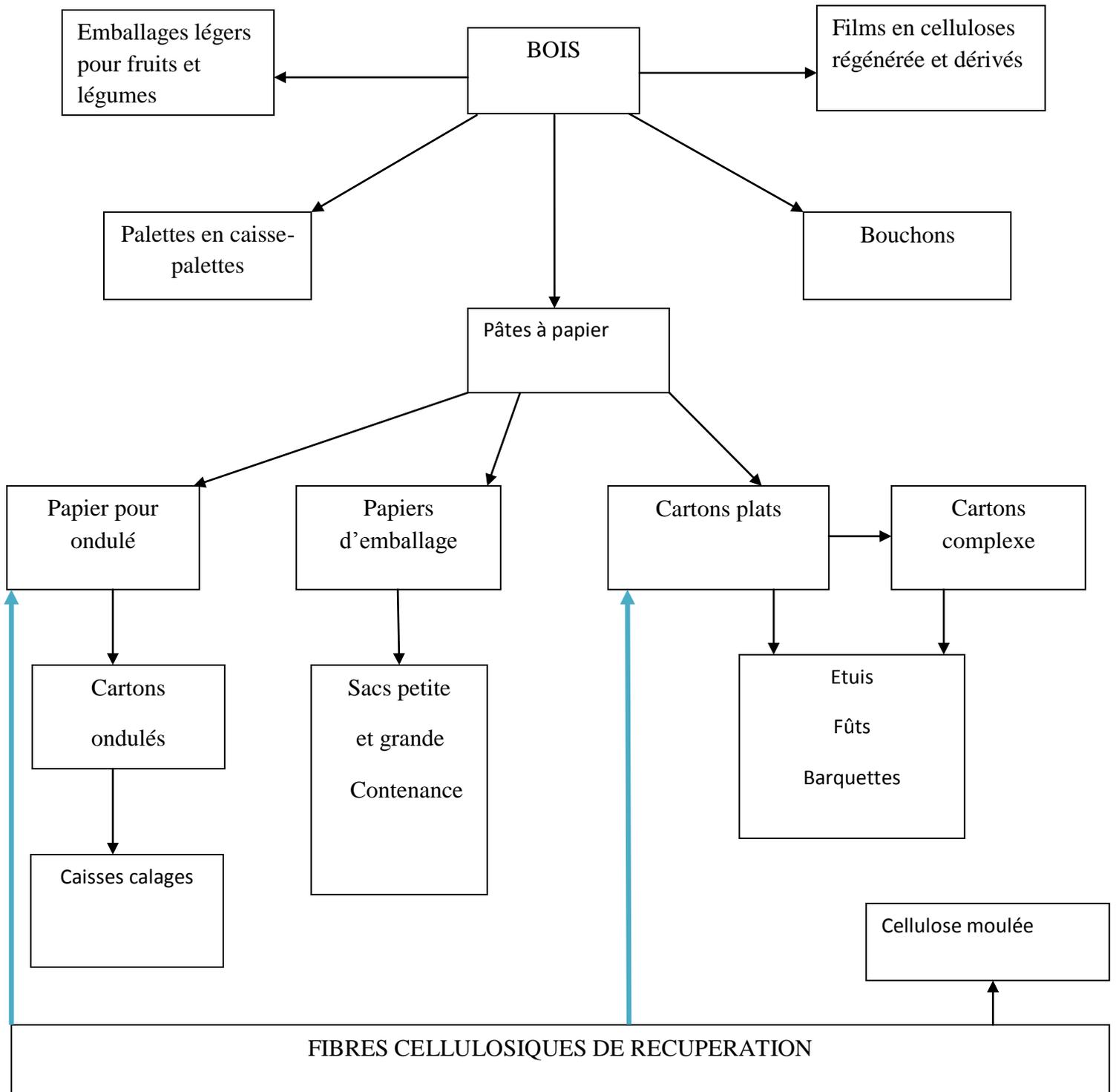
Les principales familles de revêtements organiques et leurs caractéristiques essentielles sont résumées dans le tableau suivant :

Tableau XIV : Principales familles de revêtements organique (Aplincourt et al., 1998).

Famille	Utilisation	Souplesse	Adhérence	résistance Chimique à la Stérilisation
Oléorésineux	Fruits et légumes :	Médiocre	Bonne	Moyenne
Phénoliques	Fruits, légumes, viandes	Médiocre	médiocre	Très bonne
Epoxyphénoliques	Domaine très large, Fruits, légumes, viandes	Bonne	Bonne	Bonne
Vinylique	Boissons (bière,boissons carbonatées)	Excellente	Bonne	Bonne résistance chimique mais ne supporte pas la température d'autoclavage
Organosols	Domaines très large, pour boîtes embouties	Très bonne	Très bonne	Bonne, même à la température de stérilisation
Epoxyurées	Boissons	Bonne	Bonne	Moyenne mais bonne résistance à l'abrasion

### III.3.3. Les matériaux cellulosiques

Sous forme naturelle ou transformée, ils entrent pour une part importante dans le secteur de l'emballage. Ainsi, en 1994, le bois et le papier-carton ont représenté respectivement 7 et 36 % du chiffre d'affaire global des matériaux d'emballage (Couturier, 1998).



**Figure 10:** Les matières cellulosiques au service de l'emballage alimentaire (Couturier, 1998).

### III.3.3.1. Le bois

Le bois brut est présent dans l'emballage des produits alimentaires de grande consommation (boîtes à fromages, cagettes, caisses de bouteilles de vin...) mais intervient aussi dans le regroupement d'emballages unitaires comme les palettes ou les caisses-palettes. le bois thermoformé, en raison de la thermoplasticité limitée du bois ne présente pour l'instant qu'un développement limité (emballage de fruits secs ou de certains fromages)

#### III.3.3.1.1. Les avantages du bois

L'utilisation directe du bois dans le secteur de l'emballage alimentaire permet à la fois :

- de protéger les produits ;
- de faciliter la manipulation et le gerbage des emballages ;
- enfin de les regrouper (**Couturier, 1998**).

### III.3.3.2. Le papier

Le papier ou le carton ne peuvent assurer à eux seuls toutes les fonctions de l'emballage. Par suite, ils sont fréquemment associé à du polyéthylène basse densité ou à de l'aluminium pour former des matériaux complexe dans lesquels les fibres cellulosiques sont largement majoritaires en poids. Ces associations se sont développées en particulier dans l'emballage des liquides alimentaires (**Couturier, 1998**).

### III.3.4. Le verre d'emballage

Le matériau verre fait partie de l'histoire de l'humanité et son origine remonte à plus de 5000 ans. Le verre d'emballage comprend les bouteilles, les flacons, les pots, les bocaux, les verres et gobelets.

Par définition de l'ASTM (American Society For Testing And Materials), le matériau verre est un solide minéral obtenu par fusion et qui se solidifie sans cristalliser.

#### III.3.4.1. Les compositions chimiques des verres

Les compositions verriers sont ajustées en fonction de l'usage auquel elles sont destinées, en tenant compte à la fois des performances obtenues et des prix de revient (**Barton et Guillemet, 2005**).

On distingue, selon le domaine d'applications, plusieurs grandes familles (Tableau XV)

Tableau XV : Les différentes catégories de verres industriels (Barton et Guillemet, 2005)

Catégorie	Domaine typique de composition	Applications
Sodocalcique	SiO <sub>2</sub> , CaO, Na <sub>2</sub> O	Vitrage Bouteilles Flaconnage Gobeletterie
Borosilicate	SiO <sub>2</sub> , B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Na <sub>2</sub> O	Pharmacie Culinaire Laboratoire
Alumino-silicate	SiO <sub>2</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , CaO, B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fibres de renforcement
Verre au plomb	SiO <sub>2</sub> , PbO, K <sub>2</sub> O	Verrerie d'art Flaconnage de luxe Écrans de protection
Silice	SiO <sub>2</sub>	Fibres optiques
Zircone	SiO <sub>2</sub> , ZrO <sub>2</sub> , Na <sub>2</sub> O	Renforcement du ciment
Bioverres	Na <sub>2</sub> O, CaO, SiO <sub>2</sub> , P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Médicales
Verres fluorés	ZrF <sub>4</sub> combiné à d'autres fluorures	Fibres optiques de courtes distances
Vitrocéramique	Li <sub>2</sub> O, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , SiO <sub>2</sub>	Culinaires Optiques
Chalcogénures	S, Se, Te, mélangés à Ge, Si, Sb, As et/ou halogènes	Optiques infrarouge
Métallique	Métal de transition + non-métal ou deux métaux de rayons atomiques différents	Renforcement béton Industrie électrique

### III.3.4.2. Qualités des emballages en verre

La très large utilisation du verre dans le domaine alimentaire n'est pas le fruit du hasard mais est pleinement justifié par un ensemble de qualités propres au verre parmi lesquelles :

- le verre est chimiquement inerte vis-à-vis des liquides alimentaires ;
- le verre est un matériau hygiénique et inerte sur le plan bactériologique ;
- le verre n'a pas d'odeur et ne transmet pas le goût et ne les modifie pas ; il est le garant des propriétés organoleptiques et de la saveur de l'aliment ;

- le verre est un matériau rigide pouvant prendre des formes variées mettant en valeur les produits ;
- le verre résiste aux pressions internes élevées que lui font subir certains liquides : champagne, cidre ;
- le verre est un matériau économique produits en grande quantité et qui ne cesse de se perfectionner ;
- le verre est un matériau indéfiniment recyclable ;
- Le matériau verre a une excellente image de marque auprès du consommateur pour les totalités des liquides alimentaires et pour la confiture et les conserves (**Hugel et Pajeau, 1998**).

# Partie pratique

# Chapitre I : Matériel et méthodes

Ce présent travail a pour but de suivre l'évolution de certains paramètres chimiques (indicateurs de qualité) de l'huile d'olive conditionnée dans différents types d'emballage et dans des conditions de stockage différentes.

L'ensemble du travail a été réalisé au laboratoire physico chimique de la faculté des Sciences Biologiques et Sciences Agronomiques de l'Université Mouloud MAMMARI de Tizi-Ouzou .Les différentes analyses chimiques effectuées sont : la détermination de l'acidité, la détermination de l'indice de peroxyde, la détermination de l'indice d'iode, et l'indice de saponification.

### **I.1.matériel végétal**

L'huile d'olive utilisée pour la réalisation de notre travail provient d'une huilerie traditionnelle située au village de Tighilt Mahmoud (Maatkas).Les olive triturées sont de variété <<Chamlel >>.Cette huile provient de la campagne oléicole 2017/2018.

### **I.2. Emballage**

Le choix de l'emballage utilisé au cours e notre étude s'est fait comme suit :

- ❖ Lot A : bouteilles en verre opaque de 160 ml de capacité ;
- ❖ Lot B : bouteilles en verre transparent de 160 ml de capacité ;
- ❖ Lot C : bouteilles en PET transparent de 250ml de capacité ;
- ❖ Lot D : bouteilles en fer blanc de 250 ml de capacité ;
- ❖ Lot E : bouteilles en argile de 160 ml de capacité.

Avant utilisation, ces bouteilles ont été nettoyées, rincées avec l'eau distillée et ensuite séchées.

### **I.3.Préparation des échantillons**

Avant de procéder à la préparation des différents échantillons d'huile d'olive qui ont fait l'objet de notre étude, nous avons mélangé cinq flacons contenant chacun 1 litre d'huile dans un récipient de capacité 5 litres que nous avons au préalable lavé et séché. Ensuite, le mélange obtenu est homogénéisé. A partir de ce dernier, nous avons constitué les différentes séries (A, B, C, D et E).

### **I.4. Stockage**

Trois bouteilles d'huiles de chaque lot ont été stockées respectivement à l'obscurité, à la lumière du jour à la température ambiante.

Les différents échantillons d'huile d'olive ont été stockés pendant une durée de 90 jours. Les caractéristiques chimiques de ces derniers ont été relevées après les 3 mois de stockage.

La première série d'analyse a été effectuée le jour même du prélèvement.

## I.5. Analyses chimiques

### I.5.1. Acidité

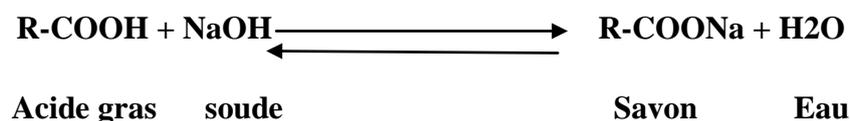
L'acidité est le pourcentage d'acides gras libres contenus dans un corps gras, par convention, elle s'exprime en pourcentage d'acide oléique pour les huiles d'olive.

L'indice d'acide représente le nombre de milligrammes d'hydroxyde de sodium nécessaires pour neutraliser les acides gras libres dans 1 g de corps gras. Il est exprimé en mg/g.

La détermination de l'acidité des huiles a été effectuée conformément à la norme **ISO 660** 2<sup>ème</sup> édition, (1996), dont le principe est le suivant :

On met en solution une prise d'essai dans un solvant (éthanol), puis on titre les acides gras présents à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium en présence de la phénolphthaléine comme indicateur coloré (Annexe 1).

Le principe de la détermination de l'acidité d'une huile consiste en un dosage acido-basique correspondant à la neutralisation dont le schéma réactionnel est le suivant :



### Expression des résultats :

$$A (\%) = N \times V \times M / 10 \times m$$

**A** : Acidité de l'huile (%);

**N** : Normalité de NaOH (0,1N);

**V** : Volume de la chute de Burette NaOH (ml);

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

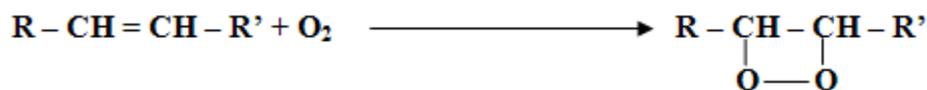
**m** : Masse en gramme (g) de la prise d'essai.

### I.5.2. Indice de peroxyde

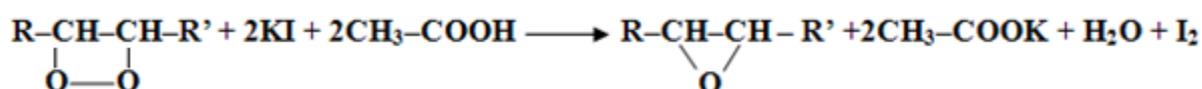
L'indice de peroxyde d'un corps gras représente le nombre de microgramme d'oxygène actif présent dans 1g de matière grasse. L'oxygène actif est l'oxygène existant sous forme de

peroxyde, d'hydroperoxyde ou d'époxyde dans une matière grasse. L'indice de peroxyde est déterminé conformément à la norme **ISO 3960, (2007)**. Le principe repose sur la prise d'essai est traitée par l'iodure de potassium en présence de chloroforme et acide acétique. L'iode libéré est titré en retour par une solution de thiosulfate de sodium (Annexe 2).

✚ Réaction de déroulement de l'oxydation et la formation de peroxyde est la suivante:



✚ Réaction d'iodure de potassium en milieu acide :



✚ L'iode libéré est titré par le thiosulfate de sodium :



**Expression des résultats :**

$$\text{IP} = (\text{V}-\text{V}_0) \times \text{N} \times 1000 / \text{P} \text{ (meq d'O}_2\text{/ Kg)}$$

**IP** : L'indice de peroxyde ( meq d'O<sub>2</sub>/Kg) ;

**V<sub>0</sub>**: Volume de thiosulfate de sodium utilise pour l'essai à blanc en ml;

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

**P** : Poids de la prise d'essai ;

**N**: Normalité de la solution de thiosulfate de sodium (0.01N).

### I.5.3. Indice de saponification

L'indice de saponification, représente la quantité en milligrammes de KOH (potasse) nécessaire pour transformer en savon les acides gras libres et les glycérides contenus dans un gramme de corps gras. Il est déterminé en mélangeant un volume d'huile avec de la potasse et titration avec de l'acide chlorhydrique. Indice de saponification est déterminé selon la méthode **ISO 3657, (2002)** (Annexe 3).

Expression des résultats :

$$I_s \text{ (mg/g)} = \frac{N \times E_q \times (V_0 - V_1)}{m}$$

**I<sub>s</sub>** : l'indice de saponification (mg/g).

**V<sub>0</sub>** : Volume en ml de HCl utilisé pour l'essai à blanc en ml

**V<sub>1</sub>** : Volume en ml de HCl utilisé pour l'échantillon à analyser en ml

**N** : la normalité de la solution titrée d'HCl (0.5N).

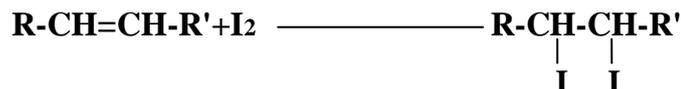
**E<sub>q</sub>** : l'équivalence de KOH (56.1g/mol).

**m** : prise d'essai en g.

#### I.5.4. Indice d'iode

L'indice d'iode est le nombre de grammes d'iode fixés par 100g de corps gras.

Quelque soit le réactif halogène utilisé, le principe de la réaction est le même. Les liaisons éthyliques en particulier celles des acides gras, fixent les halogènes. L'iode se fixe sur les insaturations des chaînes grasses en les saturant selon la réaction suivante:



Il est indispensable pour obtenir une addition quantitative d'utiliser un excès de réactif pendant un temps de contact suffisamment long, ou en présence d'un catalyseur.

L'élévation de la température ne facilite pas la réaction, mais au contraire entraîne la dissociation des composés d'addition formés.

Puis on titre l'excès de réactif (iode non fixé) par un réducteur (par exemple, thiosulfate) et on détermine la quantité d'iode fixé par le corps gras. Indice d'iode est déterminé selon la méthode décrite par **Tysrine, (1989)** (Annexe 4).



Expression des résultats :

$$I.I \text{ g/ 100g} = \frac{(V_1 - V) \times 0.01269 \times 100}{P}$$

**II** : L'indice d'iode (g/ 100g).

**V<sub>1</sub>** (ml) : volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc ;

**V** (ml) : volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai ;

**P** : poids de la prise d'essai (corps gras) exprimé en g.

### **I.6. Analyse statistique**

Toutes les données obtenues représentent la moyenne de deux essais. Les paramètres de la statistique descriptive (moyennes et écarts types) ont été calculés à l'aide du programme Excel de Microsoft Office 2007. L'analyse de la variance entre les différents échantillons étudiés est faite grâce au test ANOVA-LSD du logiciel STATBOX version 6.0 à un niveau de signification de 5%.

# Chapitre II : Résultats et discussions

## II. Résultats des analyses effectuées

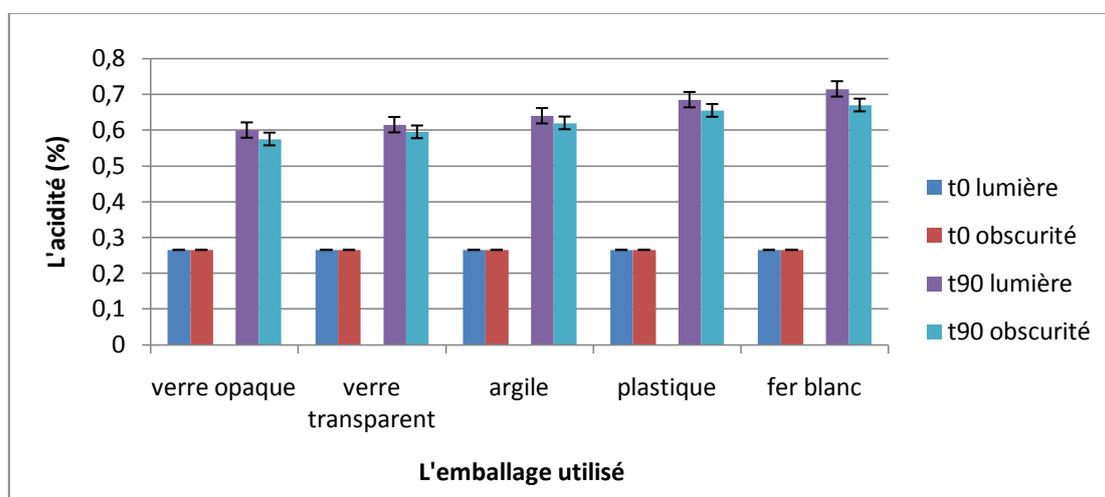
### II.1. Acidité

Selon **Tanouti *et al.* (2011)**, l'acidité libre est un paramètre qui permet de contrôler le niveau de dégradation hydrolytique, enzymatique ou chimique des chaînes d'acides gras des triglycérides en acides gras libres et de glycérides partiels, suite à un mauvais traitement ou à une mauvaise conservation.

Dans un processus d'hydrolyse, la molécule de TG réagit avec une molécule d'eau pour donner un AGL et un diacylglycérol (**Gupta, 2005**).

L'acidité libre n'est pas seulement un facteur de qualité important, mais aussi largement utilisé comme critère de classement de l'huile d'olive (**Salvador *et al.*, 2000**).

Les résultats obtenus sont représentés par la figure (11).



**Figure 11** : Evolution de l'acidité (%) de l'huile d'olive en fonction de la durée de conservation et des conditions de stockage.

Il ressort de ces résultats que, la valeur initiale de l'acidité de l'huile d'olive étudiée (0,26%) permet de classer celle-ci dans la catégorie des huiles d'olives extra vierges dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,8 gramme pour 100 gramme (**COI, 2015**).

Pour les cinq types d'emballage choisis, nous observons une augmentation de l'acidité de l'huile d'olive en fonction de la durée de conservation. Ceci est dû à la libération d'acides gras par hydrolyse des triglycérides par voie enzymatique (lipases), ou par voies chimiques dû aux réactions d'oxydation.

La figure (11) montre que la valeur maximale de l'acidité est observée dans le cas d'emballage en fer blanc, ce qu'implique que l'emballage en fer blanc peut être favorable pour l'oxydation des triglycérides parce que les ions métalliques sont des catalyseurs de la réaction d'oxydation. **Taha et al., (2011)**, ont reporté que la plus grande valeur d'acidité est enregistré dans le cas d'huile emballé dans le fer blanc par rapport à celle stockée dans le plastique et le verre.

L'acidité de l'huile d'olive entreposée à la lumière du jour et à l'obscurité semble ne pas être influencée de manière notable par la nature de l'emballage. Ces résultats ont été aussi observés par **Ben Tekaya et Menasser (2005)**, qui ont étudié la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge extra tunisienne en fonction du type d'emballage et la durée de conservation

En effet, les valeurs de l'acidité obtenues dans ces cas sont voisines. Toutefois, les valeurs données restent conformes aux normes de **COI, (2015)**.

L'étude faite par **Djiouat et Hadouchi, (2003)**, a mis en évidence une diminution de l'acidité après un certain temps de conservation. Ceci n'a pas été démontré au cours de notre expérimentation à cause de la période d'étude limitée. La baisse de l'acidité pourrait être liée à l'oxydation d'une partie des acides gras libérés.

L'analyse de la variance (Annexe 5) montre une probabilité inférieure à 5% pour le facteur temps et le facteur type d'emballage ainsi que leur interactions ( $p\text{-value}=0.00125<0.05$ ), ce qui implique l'existence d'une différence très hautement significative entre les facteurs, donc le pourcentage d'acidité est influencé par ces deux facteurs (temps et type d'emballage). Tandis que le facteur conditions de stockage présente une probabilité supérieure à 5%, ce qui indique que le pourcentage d'acidité n'est pas influencé par les conditions de stockage.

## II.2. L'indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est un critère très utile pour apprécier les premières étapes d'une altération oxydative. Cet indice est pertinent pour les aspects relatifs à l'altération oxydative mais il a aussi ses limites ; par exemple, il ne traduit pas la susceptibilité à l'oxydation. En effet, deux huiles ayant le même indice de peroxyde peuvent s'altérer d'avantage à des vitesses très différentes (**De Meleuneur et al., 2011**).

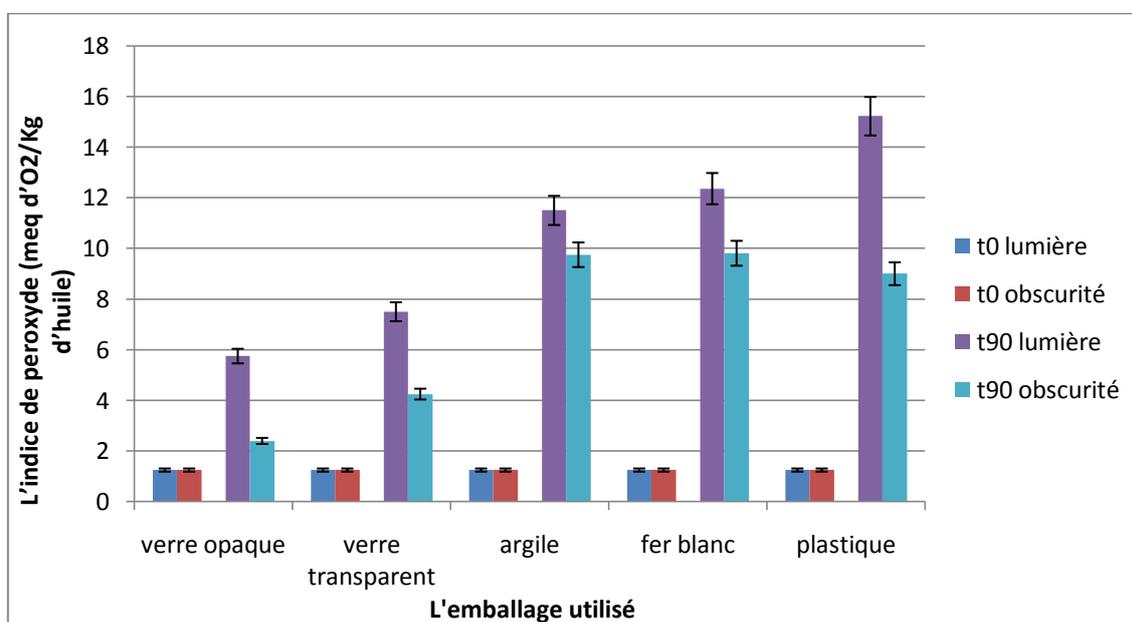
D'après **Rolland (2004)**, la mesure de l'oxydation d'un CG en temps réel se fait par la mesure de l'indice de peroxyde. Cet indice correspond au nombre de milliéquivalents

d'oxygène actif par Kilogramme de lipide susceptible d'oxyder l'iodure de potassium avec libération d'iode.

Selon **Bonnefis (2005)**, les peroxydes, représentant les premiers produits d'oxydation, sont des composés chimiquement instables ; ces groupes d'atomes visent à stabiliser leur énergie par l'arrachement d'un proton d'une molécule d'AG.

L'indice de peroxyde estime l'état d'oxydation de la matière grasse ; c'est un mécanisme lent mais inéluctable. En effet, les corps gras peuvent s'oxyder en présence d'oxygène et de certains facteurs favorisant ce processus (température élevée, eau, enzyme, trace de métaux ...) (**Tanouti et al 2011**).

Les résultats obtenus, du suivi de l'évolution de l'indice de peroxyde de l'huile d'olive sont représentés sur la figure (12).



**Figure 12 :** Evolution de l'indice de peroxyde (meq d'O<sub>2</sub>/Kg d'huile) de l'huile d'olive en fonction de la durée de conservation et des conditions de stockage

D'après les résultats représentés par la figure (12), on remarque que : la valeur initiale de l'indice de peroxyde (1.25 meq d'O<sub>2</sub> /Kg) de l'huile d'olive étudiée est inférieure à la valeur maximale établie par le **COI, (2015)** pour les huiles d'olive extra vierge (20 meq d'O<sub>2</sub> /Kg). Cependant, cette valeur est proche de celle trouvée par **Chaya et Mensouri (2008)**, ayant travaillé sur la même variété d'olive (Chemlal), soit une valeur de 1.28 meq d'O<sub>2</sub>/Kg.

La figure (12) montre une augmentation de l'indice de peroxyde après 3 mois de stockage de l'huile d'olive vierge et ceci quelque soit la nature de l'emballage et les conditions du stockage. Cette augmentation est plus remarquable à la lumière qu'à l'obscurité. Ceci est dû d'une part à l'effet de la lumière qui favorise l'oxydation et de la température du laboratoire (début d'été) d'autre part.

D'après la figure (12) on remarque que la plus grande valeur pour l'indice de peroxyde est enregistrée pour l'huile d'olive stockée dans l'emballage en plastique. Ce qui suggère que l'emballage en plastique favorise l'oxydation primaire, en raison probablement de sa perméabilité à l'oxygène de l'air, la lumière, l'humidité, et la migration du composé actif entre l'huile et le matériel d'emballage.

Ces résultats ont été aussi observés par **Ben Tekaya et Menasser (2005)**, qui ont montré que l'huile emballé en plastique possède la plus grande valeur de l'indice de peroxyde par rapport à celle stockée en métal et en verre

Contrairement à nos résultats, **Taha et al., (2011)**, ont trouvé que la plus grande valeur d'indice de peroxyde est enregistrée dans le cas d'huile emballée en fer blanc par rapport à celle stockée en plastique et en verre. Cette différence de résultat pourrait être dû d'une part à la différence entre le type de plastique utilisé dans les deux études (par rapport à la porosité et la perméabilité), et d'autre part à la différence de la nature et la composition chimique de fer blanc utilisé dans les deux études).

L'huile stockée en verre opaque enregistre une valeur très basse (5,75 meq d'O<sub>2</sub>/Kg) par rapport aux autres matériaux, ceci peut être expliqué par son imperméabilité à l'oxygène de l'air, la lumière, et son inertie chimique. Nos résultats s'accordent avec ceux obtenus par **Gargouri et al., (2014)**, ayant travaillé sur l'effet des matériaux d'emballage sur la qualité d'huile d'olive de la variété Chemlal durant le stockage.

D'après les normes de **COI (2015)**, les résultats obtenus pour l'indice de peroxyde confirment la classification de l'huile analysée après conservation dans la catégorie «huile d'olive extra vierge» (IP<20 meq d'O<sub>2</sub>/kg).

L'analyse de la variance (Annexe 7) montre une probabilité inférieure à 5% pour les trois facteurs, donc l'indice de peroxyde est influencé par ces trois facteurs. Les interactions entre les facteurs révèlent que seule l'interaction entre le facteur temps –type d'emballage présente une probabilité inférieure à 5%, ce qui implique l'existence d'une différence très hautement significative entre les deux facteurs (temps et type d'emballage).

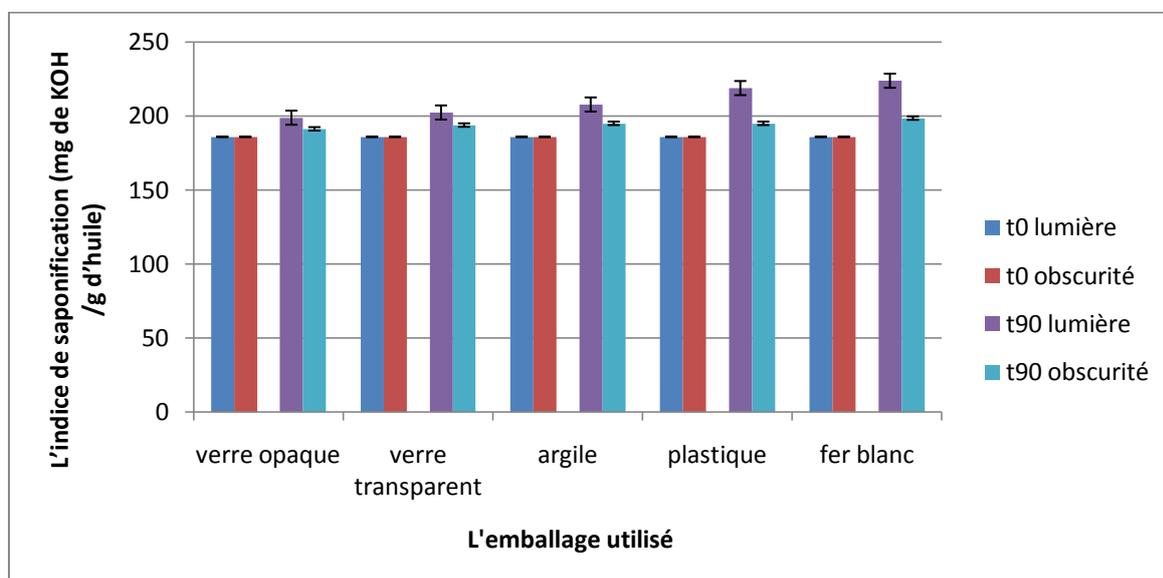
Le test de NEWMAN-KEULS au seuil de signification de 5% fait apparaître 2 groupes homogènes pour le facteur Temps, 2 pour le facteur conditions de stockage et 3 groupes homogènes pour le facteur type d'emballage (Annexe 8).

### II.3.L'indice de saponification

L'indice de saponification est par définition la quantité en milligrammes de potasse nécessaire pour saponifier un gramme de CG. Pour un poids donné de triglycérides, la quantité de potasse nécessaire à la saponification augmente avec la diminution de la longueur des chaînes d'acides gras (**Mordret, 1992**).

Cet indice renseigne sur la masse moléculaire moyenne des AG entrant dans la composition des huiles. Il est inversement proportionnel à la longueur des chaînes des AG estérifiant le glycérol (**Adrian et al., 1998**).

Les résultats obtenus pour les différents emballages sont enregistrés dans la figure suivante :



**Figure 13** : Evolution de l'indice de saponification (mg de KOH /g d'huile) de l'huile d'olive en fonction de la durée de conservation et des conditions de stockage

Il ressort de ces résultats que, la valeur initiale de l'indice de saponification de l'huile d'olive étudiée est de (185.82 de KOH /g d'huile).Ce résultat est conforme à la norme fixée par COI qui varie de 184 à196 mg de KOH /g d'huile et proche à celle trouvée par **Mamou et Mansouri , (2010)** ,qui est de 193.540 mg de KOH /g d'huile d'olive originaire de Boghni.

La représentation graphique des résultats obtenus, montre une augmentation de l'indice de saponification en fonction de la durée et les conditions de stockage ; cela s'explique par la rupture des chaînes d'acide gras avec formation des hydroperoxydes suite aux réactions d'oxydation.

Cette augmentation d'indice de saponification est plus remarquable dans le cas d'emballage en fer blanc, cela peut être expliqué par la vitesse des réactions d'oxydation d'huile conservée dans le fer blanc qui est plus accélérée par rapport à celles des échantillons conservés dans les autres emballages.

L'analyse de la variance (Annexe 9) montre une probabilité inférieure à 5% pour le facteur temps et le facteur conditions de stockage, ainsi que leur interactions ( $p\text{-value}=0.0299<0.05$ ), ce qui implique l'existence d'une différence significative entre les deux facteurs (temps et le facteur conditions de stockage), donc l'indice de saponifications est influencé par ces deux facteurs. Tandis que le facteur type d'emballage présente une probabilité supérieure à 5%, ce qu'indique que l'indice de saponification n'est pas fortement influencé par le type d'emballage.

Le test de NEWMAN-KEULS au seuil de signification de 5% fait apparaître 2 groupes homogènes pour le facteur Temps, et 2 pour le facteur conditions de stockage (Annexe 10).

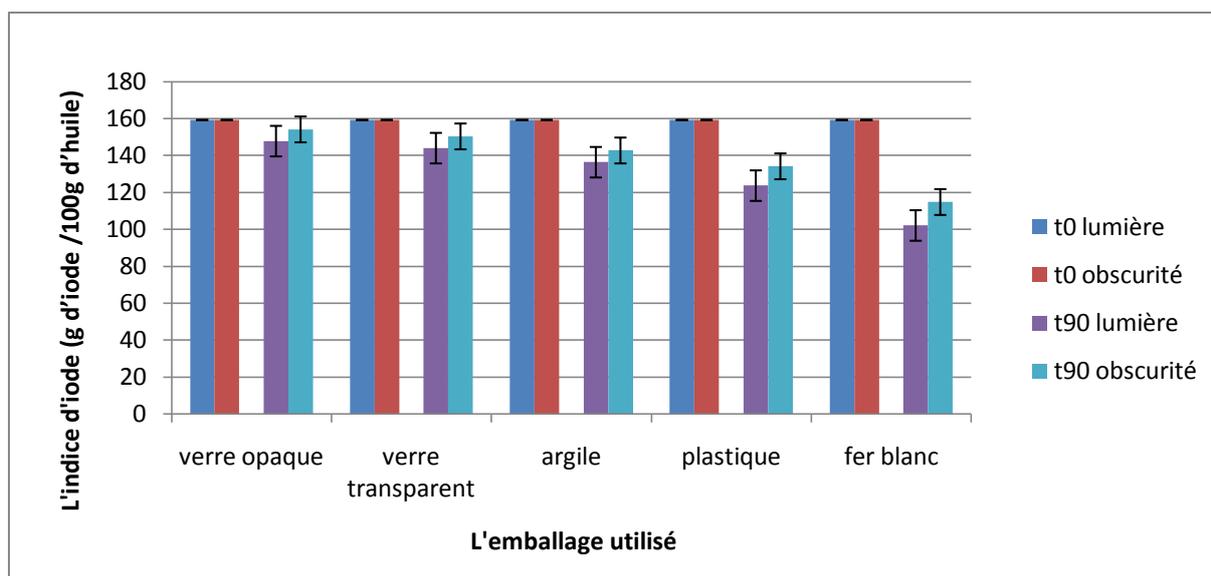
#### II.4. L'indice d'iode

L'indice d'iode indique le degré d'Insaturations globale des lipides, il renseigne sur le degré d'oxydation des huiles et, donc, sur leur stabilité oxydative (**Vinaixa et al., 2005**). Selon **Kpoviessi et al.(2004)**, les valeurs élevées de l'indice d'iode impliquent que ces huiles sont riches en AGI.

D'après **Frenot et Vierling, (2001)**, les doubles liaisons des acides gras insaturés fixent les halogènes (iode, brome, chlore).

Dans notre étude, l'halogène utilisé est l'iode. Une réaction d'addition peut être utilisée pour déterminer quantitativement l'insaturation globale des huiles.

Les résultats de l'analyse de l'indice d'iode sont représentés par la figure (14).



**Figure 14 :** Evolution de l'indice d'iode (g d'iode /100g d'huile) de l'huile d'olive en fonction de la durée de conservation et des conditions de stockage.

D'après les résultats représentés par la figure(14), on remarque que : la valeur initiale de l'indice d'iode (158.75 g d'iode /100g d'huile) de l'huile d'olive vierge étudiée est proche à la valeur trouvée par **Chaya et Mensouri (2008)**, ayant travaillé sur la même variété d'olive chemlal (164.56 g d'iode /100g d'huile).

D'après les résultats obtenus, nous remarquons que pour tous les types d'emballage utilisés et les conditions du stockage, l'indice d'iode des différents échantillons d'huile d'olive a tendance à diminuer en fonction de la durée de conservation.

La diminution des valeurs de l'indice d'iode en fonction du temps pourrait s'expliquer par une baisse de la teneur en acide gras insaturés plus précisément, la perte des liaisons éthylénique comme conséquence de l'oxydation.

Cette diminution de l'indice d'iode est plus remarquable dans le cas d'emballage en fer blanc, ceci suggère que l'huile conservé en fer blanc est plus attaquée par les réactions d'oxydation en raison de l'effet de la concentration en oxygène sur l'oxydation de l'huile était accru en présence des métaux.

L'analyse de la variance (Annexe 11) montre une probabilité inférieure à 5% pour les trois facteurs (temps, type d'emballage et conditionnes de stockage), ainsi que leur interactions ( $p\text{-value}=0.00071<0.05$ ), ce qui implique l'existence d'une différence très

hautement significative entre les trois facteurs, donc l'indice d'iode est influencé par ces facteurs (temps, type d'emballage et conditions de stockage).

Le test de NEWMAN-KEULS au seuil de signification de 5% fait apparaître 2 groupes homogènes pour le facteur Temps, 2 groupes homogènes pour le facteur conditions de stockage et 4 groupes homogènes pour le facteur type d'emballage (Annexe 12).

# Conclusion

L'étude portée sur l'huile d'olive, de la variété Chemlal, conservée dans différents types d'emballage (verre opaque, verre transparent, plastique, argile et le fer blanc) et à différentes conditions de stockage (obscurité et à la lumière), nous a permis de déterminer les variations des paramètres chimique après 90 jours de stockage.

D'après les résultats obtenus pour l'ensemble des analyses effectuées, nous pouvons conclure que :

Les paramètres chimiques de l'huile d'olive avant stockage sont en adéquation avec les normes des huiles d'olives extra vierge établies par la réglementation en vigueur (COI, 2015).

Ces paramètres varient en fonction de la durée de stockage (3 mois) pour tous les échantillons et quelques soient les conditions de stockage et le type d'emballage.

L'analyse de l'acidité nous renseigne sur la teneur en acide gras libres dans l'huile. Celle-ci a montré que les échantillons d'huile étudiés, ont subi une altération par l'oxydation. La valeur de l'acidité la plus élevée est celle qui correspond à l'échantillon d'huile stocké dans l'emballage en fer blanc à la lumière (0.71%).

L'indice de peroxyde qui est en relation avec la teneur en hydroperoxydes, montre que les échantillons d'huile étudiés ont subi des réactions d'oxydation. La valeur de l'indice de peroxyde la plus élevée est celle qui correspond à l'échantillon d'huile stocké dans l'emballage en plastique à la lumière (15.22 meq d'O<sub>2</sub>/Kg d'huile).

L'indice de saponification, Cet indice renseigne sur la masse moléculaire moyenne des AG entrant dans la composition des huiles, on a constaté une augmentation en fonction du temps de stockage quelque soit la nature d'emballage et les conditions de stockage.

Concernant l'indice d'iode, qui est en relation avec le degré d'Insaturations global des lipides, qui nous renseigne sur le degré d'oxydation des huiles, a enregistré une diminution après les 3 mois de stockage pour tous les types d'emballage et quelque soit les conditions de stockage, surtout pour l'emballage en fer blanc.

A travers cette étude, il semblerait que l'huile d'olive étudiée est mieux conservée à l'abri de la lumière, dans les emballages en verre opaque.

Dans le souci d'avoir une appréciation précise de l'effet de la nature d'emballage et les conditions de stockage sur la conservation de l'huile d'olive vierge, il serait utile d'une part, d'obtenir le maximum d'informations sur l'évolution de l'huile au cours du stockage, en incluant l'analyse sensorielle, l'analyse de la composition en acide gras, le dosage des tocophérols, détermination de la couleur, dosage des chlorophylles et mesure de la migration globale des matières d'emballage, et d'autre part, de prolonger la durée d'étude pour mieux apprécier d'éventuelles modifications.

### ❖ Recommandations

Ainsi, pour limiter la cinétique d'oxydation pendant le stockage de l'huile, il est utile de prendre un certain nombre de mesures :

- Utiliser des bouteilles étanches à la lumière, à l'oxygène et à la l'humidité.
- Conserver l'huile à l'abri de la lumière et éviter sa conservation à des températures élevées.
- Choisir des bouteilles contenant un capteur de l'oxygène (emballage actif).
- Remplir les bouteilles jusqu'au au bout.
- Utiliser si possible des bouteilles en verre opaque ou teinté qui offre une meilleure conservation de l'huile.

# Références bibliographiques

## A

- ❖ **Abaza L., Msallem M., Daoud D. et Zarrouk M. (2002).**Caractérisation des huiles de sept variétés d'olivier tunisiennes. *Oléagineux, Corps gras, Lipides*, 9(2), 174-179.
- ❖ **Aboutayeb R., (2011).** Emballages alimentaires, sciences et techniques des industries agroalimentaires
- ❖ **Adrian J., Potus J., Poiffat A., Dauvillier P. (1998).**Introduction à l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaires. Edition :Tec et Doc,Lavoisier,Paris. pp :47-171.
- ❖ **Alais C., Linden G., Miclo L. (2008).**Biochimie alimentaire : Abrégé, Paris, 6<sup>ème</sup> édition : Dunod, P272.
- ❖ **Allen J.C., Hamilton R.J. (1994).** Rancidity in foods. 3rd ed. Aspen publishers, Inc New York, USA. P.1-26. ISBN: 0-8342-1287-0.
- ❖ **Angerosa F. (2002).** Influence of volatile compound on virgin olive oil quality evaluated by analytical approaches and sensor panels. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 104: 639-660.
- ❖ **Angerosa F., Servili M., Selvaggini R., Taticchi A., Esposto S., Montedoro G.F. (2004).** Volatile compounds in virgin olive oil: occurrence and their relationship with the quality. *J. Chromatogr. A* 1054, 17-31.
- ❖ **Anonyme :** Technologie d'extraction de l'huile d'olive et gestion de sa qualité ; bulletin mensuel d'information et de liaison du PNTTA ; Juin 2006 ; N 141.
- ❖ **Aplincourt M.Marsal P. Prudhomme J.C. (1998).** Interactions physicochimiques entre matériaux d'emballage métallique et constituants alimentaires. Corrosion et protection. In : **Multon J.L. et Bureau G.** Emballages des denrées alimentaires de grande consommation. Techniques et Documentation Lavoisier. Paris. P1065..
- ❖ **Armelle J. (2004).** Prévention d'oxydation des acides gras dans un produits cosmétique. Mécanisme, conséquences' moyens de mesure, quels antioxydants pour quelle application. *OCL*. 11, N°6 : 414-418.
- ❖ **Asset G., Bart Staels B., Wolff R .L ., Baugé E., Madj Z., Fruchart J. C., Dallongeville J.(1999).** Effects of *Pinus pinaster* and *Pinus koraiensis* Seed Oil Supplementation on Lipoprotein Metabolism in the Rat. *Lipids* ,2002, Volume 34, NO. 1, pp. 39–44.
- ❖ **Assmann G. et Wahrburg U. (1999) .** Effets des composants mineurs de l'huile d'olive sur la santé (1 ère et 2ème partie) Institut de recherche sur l'athérosclérose, Université de Münster, (Allemagne) : 1-8.
- ❖ **Awad M.R., El-Gamel A., Hasleton P., Turner D. M., Sinnott P. J. et Hutchinson I. V. (1998).** Genotypic variation in the transforming growth factor- $\beta$ 1 gene: association with transforming growth factor- $\beta$ 1 production, fibrotic lung disease, and graft fibrosis after lung transplantation. *Transplantation*, 66(8), 1014-1020
- ❖ **Awad A.B., Fink C. S. (2000).** Phytosterols as anticancer dietary components: evidence and mechanism of action. *The Journal of nutrition*, 130(9), 2127-2130
- ❖ **Azadmard-Damirchi S. (2007).**Olive Oil Phytosterols, Tracing of Adulteration with Hazelnut Oil and Chemical Interesterification. Thèse de doctotat.Swedish University of Agricultural Sciences

**B**

- ❖ **Bakhouché A., Sanchez J.L., Gutierrez A.F., Carretero A.S. (2015).** Détermination analytique du profil phénolique de l'huile d'olive vierge : situation actuelle et respectives. Journal officiel du conseil oléicole international. Oliva 122.
- ❖ **Barsacq J.C.(1997).** Le secteur de l'huile d'olive au sein de l'Union européenne : situation et rôle de la Communauté : Huile d'olive : production et marchés. Revue Oléagineux, Corps Gras, Lipides. Volume 4, Numéro 5, pages 340-345.
- ❖ **Beauchamp G., Keast R., Morel D., Lin J., Pika J., Han Q., Smith A.B., Breslin P.A.S. (2005).** Ibuprofen like activity in extra-virgin olive oil. Revue Nature 437, 45-46.
- ❖ **Benlemlih M. et Ghanam J.(2012).** Polyphénols d'huile d'olive, trésors santé! .Ed. Medicatrix : 19-35.
- ❖ **Ben Tekaya I .et Menaser H.(2005).** Étude de la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge extra tunisienne au cours de son stockage.OCL.Vol :12, N°5-6 :447-454.
- ❖ **Bonnefis C.S. (2005).**Effets biologiques des peroxydes et approche de la participation des aliments composés à leur apport chez le chien et le chat. Thèse de doctorat. Université Paul-Sabatier de Toulouse, France.
- ❖ **Boskou, D. (2006).** Sources of natural phenolic antioxidants. Trends Food Science Technology, 17, 505–512

**C**

- ❖ **Chanforan C. (2010).**Stabilité de microconstituants de la tomate (composés phénoliques, caroténoïdes, vitamines C et E) au cours des procédés de transformation: études en systèmes modèles, mise au point d'un modèle stoechio-cinétique et validation pour l'étape unitaire de préparation de sauce tomate. Avignon.
- ❖ **Chaya L. et Mensouri T. (2008).**Effet de la nature de l'emballage et des conditions de stockage sur la conservation d'huile d'olive vierge. Memoire de magister. . Université Mouloud Mammerie , Tizi-Ouzou.
- ❖ **Chimi H. (2006).** Transfert de technologie en agriculture : Technologie d'extraction de l'huile d'olive et gestion de sa qualité. 141 : 2-4.
- ❖ **Chimi H, Ouachich A. (2007).**Guide de traçabilité de l'huile d'olive (*OLEOTrace*), Organisation des Nations Unies pour le Développement Industriel (ONUDI), 65.
- ❖ **Chrystelle I. (2013).** Fin de vie des emballages plastiques alimentaires. Dossier, 2013.
- ❖ **Cicerale S., Conlan X. A., Sinclair A. J. et Keast R. S. J. (2009).** Chemistry and health of olive oil phenolics. Critical Reviews in Food Science and Nutrition, 49: 218-236.
- ❖ **Couturier Y. (1998).** Les matériaux cellulosiques. In : **Multon J.L. et Bureau G.** Emballages des denrées alimentaires de grande consommation. Techniques et Documentation Lavoisier. Paris P1065.1100.
- ❖ **Covas M. I., Konstantinidou V.et Fitó M. (2009).** Olive oil and cardiovascular health. Journal of cardiovascular pharmacology, 54(6), 477-482.
- ❖ **Croguennec T . (2006).** Oxydation des lipides. In : "Science des aliments". Ed. Tec and Doc. p. 95-120.

- ❖ **C.O.I. (2006).** Guide gestion de la qualité de l'industrie d'extraction de l'huile de grignons d'olive, 2006 ; T.33-1 /Doc. n°4.
- ❖ **C.O.I.(2006).** Conseil Oléicole International. Guide de gestion de la qualite de l'industrie de l'huile d'olive : les moulins, 17p.
- ❖ **Conseil TAC. (2010).** Le guide de l'emballage alimentaire, conseil TAC.
- ❖ **Conseil Oléicole International . (2015).**Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de Grignons d'olive.COI/T.15/NC n°3/R2V.8
- ❖ **C.O.I.(2016).** Bilans mondiaux de l'huile d'olive. / N° 110.

## D

- ❖ **Demnati D. (2008).** Elaboration d'une huile d'olive vierge. Technologie Alimentaire, Analyse Sensorielle et Gestion de la Qualité, 4p.
- ❖ **Denise J. (1992).** Raffinage des corps gras. In : "Manuel des corps gras ", Paris. ISBN : - 85206-662-9. P. 789- 88.
- ❖ **Diatta T.(1998).**Contribution à l'étude de la qualité des corps gras alimentaires commercialisent au Sénégal : les huiles végétales, Faculté de médecine, de pharmacie et d'odontostomatologie. Université Cheikh AntaDiop de Dakar. Thèse de doctorat.
- ❖ **Dieffenbacher A., Buxtorf U., Derungs R., Friedli R., Grob K. et Zurcher K.(2000).** Graisses comestibles, huiles comestibles et graisses émulsionnées. In: Manuel suisse des denrées alimentaires. Edition : martin, Genève.
- ❖ **DSASI. (2015).**Direction des Statistique Agricoles et des Systèmes d'information. Oliviers, olives et huiles 2/2.
- ❖ **Dumaine E. (2011).** Les plastiques en débat, 2011.
- ❖ **Djioua T. et Hadouchi S.(2003).**Stabilité de l'huile de tournesol à différentes conditions de stockage et d'emballage.Mémoire d'ingénieur.Univercité de Mouloud Mammeri,p200.

## E

- ❖ **Elizabeth P. (2003).** Usage des corps gras alimentaires dans les différents secteurs de la technologie alimentaire. In : **Graille J.** Lipides et corps gras alimentaires. Techniques et documentation, Lavoisier. Paris. 145-187.
- ❖ **Eymard S. (2003).**Mise en évidence et suivi de l'oxydation des lipides au cours de la conservation et de la transformation du chinchard (*Trachurus trachurus*) : choix des procédés. Thèse de l'université de Nante, pp : 126.

## F

- ❖ **Francoise M., Andre D., Laurence D., Carine F., Michel B., Pierre F. (2004).** Méthodes d'évaluation du potentiel antioxydant dans les aliments. M/S n° 4, pp : 458-463.
- ❖ **Frankel E.N. (1998).** Lipid oxidation. The Oily Press (vol. 10). Dundee, Scotland. 10.
- ❖ **Franck D.G., Jhon L.H. et Albert J.D. (2007).** The lipid handbook. 3eme Edition. CRC Press.

- ❖ **Fuhrer F., Limacher A., Mikle H., Truttman M., Friedli R., Pasquier M., Pfefferli H., Schneller R. et Gremaud G. (2005).** Graisse comestibles, huiles comestibles et graisses émulsionnées. In : Manuel suisse des denrées alimentaires. MDSA.Suisse. 1-27.

### G

- ❖ **Gargouri B., Ammar S., Zribi A., Ben Mansour A., Bouaziz M. (2013).** Effect of growing region on quality characteristics and phenolic compounds of chemlali extra-virgin olive oils. *Acta Physiologiae Plantarum*, 35: 2801–2812.
- ❖ **Gargouri B., Zribi A., Bouaziz M. (2014).** Effect of containers on the quality of Chemlali olive oil during storage. Laboratoire d'Electrochimie et Environnement, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax, Université de Sfax, BP 1173, 3038 Sfax, Tunisia.. Association of Food Scientists & Technologists (India) 2014.
- ❖ **Genot C., Meynier A., Riaublanc A. et Chobert J.M. (2003)** Protein Alterations Due to Lipid Oxidation in Multiphase Systems. In *Lipid oxidation pathways*, Kamal-Eldin A. (Ed.), AOACS Press Champaign, 265-292.
- ❖ **German J.B. et Kinsella J.E. (1985).** Lipid oxidation in fish tissues, enzymatic initiation via lipoxygenase. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*.33: 680-683.
- ❖ **Ghezlaoui M.C. (2011).** Influence de la variété, Nature du sol et les conditions climatiques sur la qualité des huiles d'olives des variétés Chemlal, Sigoise et d'Oléastre dans la Wilaya de Tlemcen. *Mém. Mag. Univ. Tlemcen*, p 213.
- ❖ **Gigon F. et Jeune R. (2010).** Huile d'olive, *Olea europaea L. Phytothérapie* 8: 129–135.
- ❖ **Guirda D., Francesco S., And Rekik B. (2005).** Pigment composition in monovarietal virgin olive oils from various silician olive varieties. *Journal of Agricultural and Food chemistry*. 28:11-15.
- ❖ **Gupta. (2005)** . Frying oils, Bailey's industrial oil and fat products. 6<sup>ème</sup> édition john wiley et sons, Inc. pp:1-23.

### H

- ❖ **Haddam M., Chimi H., Amine A. (2014).** Formulation d'une huile d'olive de bonne qualité. *OCL*, 21(5), D507. 10p.
- ❖ **Halliwel B. (1999).** How to characterize a biological antioxidant free radical, pp: 1-32.
- ❖ **Henry S. (2003).** L'huile d'olive, son intérêt notionnels, ses utilisations en pharmacie et cosmétique; thèse de doctorat soutenue par le 26 septembre ; Université Henri Poincaré-NANCY 1. Faculté de pharmacie.
- ❖ **Hugel.R et Pajean G.(1998).** Le verre d'emballage. In : **Multon J.L. et Bureau G.** Emballages des denrées alimentaires de grande consommation. Techniques et Documentation Lavoisier. Paris P1065.
- ❖ **Hultin, H.O. (1992).** Lipid Oxidation in Fish Muscle. In *Advances in seafood biochemistry: Composition and quality* Flick, G.J. & Martin, R.E. (Eds.), Technomics Publishing Compagny Inc, Lancaster; 99-122.

- ❖ **Hultin, H.O. (1994).** Oxidation of lipids in seafoods. In *Seafoods: Chemistry, Processing Technology and Quality*. Shahidi, F. & Botta, J.R. (Eds), Blackie Academic & Professional, New York; 49-74.

**I**

- ❖ **Inarejos-García A.M., Fregapane G. et Salvador M.D. (2011).** Effect of crushing on olive paste and virgin olive oil minor components. *Eur Food Res Technol.*, 232, 441–451.

**J**

- ❖ **Josiane C. et Pierre C. (2006).** Mécanismes de la peroxydation lipidique et des anti-oxydations. OCL. VOL. 13 N° : 24-29.

**K**

- ❖ **Kalua C. M., Allen M. S., Bedgood D. R., Bishop A. G., Prenzler P. D. et Robards K. (2007).** Olive oil volatile compounds, flavour development and quality: A critical review. *Food Chemistry*, 100(1), 273-286.
- ❖ **Karleskind A. (1992).** Propriétés des corps gras : Manuel des corps gras, Lavoisier, Paris. ISBN 2-85206-662-9. P.12-131.
- ❖ **Kataja-Tuomola M. et Sundell J.R. (2008).** Effect of alpha-Tocopherol and beta-carotene supplementation on the incidence of type 2 diabetes., *Diabetologia*. Jan, 51 (1) : 47-53.
- ❖ **Katsoyannos E., Batrinou A., Chatzilazarou A., Bratakos S. M., Stamatopoulos K. et Sinanoglou V. J. (2015).** Quality parameters of olive oil from stoned and nonstoned Koroneiki and Megaritikiki Greek olive varieties at different maturity levels. *Grasas y Aceites*, 66(1), 067.
- ❖ **Keys A ., Mienotti A., Mariti J. K., Aravanis C., Blackburn H., Buzina R., . Djordjevic B. S ., Dontas A. S., Fidanza F., . Keys M. H., Kromhout D., Nedeljkovic S., Punsar S., Seccareccia F., Toshima H.(1986).** The diet and 15 year death rate in seven countries study. *American Journal of Epidemiology*, Volume 124, Issue 6, 1 December 1986, Pages 903–915,
- ❖ **Khelif M. et Rekik H.(1996).** La qualité de l'huile d'olive en tunisie un atout, des contraintes et des ambitions. *Revue Ezzaitouna*, 2 (1 et2) : 79-92.
- ❖ **Khelif M. et Rekik H.(1996).** La qualité de l'huile d'olive en tunisie un atout, des contraintes et des ambitions. *Revue Ezzaitouna*, 2 (1 et2) : 79-92.
- ❖ **Kiritsakis A.K.(1993).** La chimie de l'arôme de l'huile d'olive. *Olivae*, 45(2), 28-33.
- ❖ **Kiritsakis A. (1998).** Flavor components of olive oil - a review. *American Oil Chemists' Society*, 75(6): 673-681.
- ❖ **Kratz M. ( 2002).** Effect of dietary fatty acids on the composition and oxidizability of low density lipoprotein. *European Journal of Clinical Nutrition*. 56 (1) pp 72-81..
- ❖ **Kpoviessi D.S ; George C ; Accrombessi ;Kochooh C ; Mohamed M ; Soumanau. Et Moudachirou M. (2004).** Propriétés physicochimique et compositions de l'huile non conventionnelle de pourghère (jatropha-curca) de différentes régions du Benin,(7),pp :1007-1012.

- ❖ **Kushi L.H. (1995).**Health implications of Mediterranean diets in light of contemporary knowledge, *Am.J. Clin .Nutr.* 61 p 1416-1427

### L

- ❖ **Lee J., Koo N., Min D.B. (2004).** Reactive oxygen species, aging, and antioxidative Nutraceuticals.*Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 3:21-33.
- ❖ **Lior X. (2003).** The effect of fish oil, olive oil, oleic acid and linoleic acid on colorectal neoplastic processes; *Clinical Nutrition*, 22(1), p 71-79.
- ❖ **Luaces P., Perez A. G., Garcia J. M., Sanz C.(2005).** Effects of heat-treatments of olive fruit on pigment composition of virgin olive oil *Food Chemistry*, 90: 169–174.

### M

- ❖ **Manai-Djebali H., Krichène D., Ouni Y., Gallardo L., Sánchez J., Osorio E.et Zarrouk M.(2012).** Chemical profiles of five minor olive oil varieties grown in central Tunisia. *Journal of Food Composition and Analysis*, 27(2), 109-119.
- ❖ **Manna C., D'Angelo S., Migliardi V., Loffredi E., Mazzoni O., Morrica P. et Zappia, V.(2002).** Protective effect of the phenolic fraction from virgin olive oils against oxidative stress in human cells. *Journal of agricultural and food chemistry*, 50(22), 6521- 6526.
- ❖ **Motard-Bélanger A., Charest A.,Gremier G., Panquin P., Chouinard Y., Lemieux S., Couture P., Lamarche B.(2008).** Study on the effects of trans fatty acids from ruminants on blood lipids and other risk factors for cardiovascular disease. *American Journal of Clinical Nutrition*. 87 (3) pp 593-599.
- ❖ **Multon JL. (2002).** Additifs et auxiliaires de fabrication dans les industries agroalimentaires. 3ème édition, collection sciences et techniques agroalimentaires. Paris. ISBN : 2-7430-0436-3. p 747.

### O

- ❖ **Ollivier D., Boubault E., Pinatel C., Souillol S., Guérère M. et Artaud J. (2004).** Analyse de la fraction phénolique des huiles d'olive vierges. *Annales des falsifications, de l'expertise chimique et toxicologique*, 2ème Semestre, 965: 169-196.
- ❖ **Oueslati I., Anniva C., Daoud D.,Tsimidou M Z., and Zarrouk M. (2009).** Virgin olive oil (VOO) production in Tunisia: The commercial potential of the major olive varieties from the thearid Tataouine zone .*Food Chemistry*,112:733-741.
- ❖ **Owen R W., Mier W., Giacosa A., Hull W.E., Spiegelhalder B., And Bartsch H. (2000).** Phenolic compounds and squalene in olive oils: the concentration and antioxidant potential of total phenols, simple phenols, secoiridoids, lignans and squalene. *Food Chem. Toxicol.* 38:647-59.

### P

- ❖ **Pelli K., Lyly M., (2003).** Les antioxydants dans l'alimentation. *VTT Biotechnology Finlande*.(3) :9p.
- ❖ **Peñalvo, G. C., Robledo, V. R., Callado, C. S. C., Santander-Ortega, M. J., Castro-**

Vázquez, L., Lozano, M. V., & Arroyo-Jiménez, M. M. (2016). Improving green enrichment of virgin olive oil by oregano. Effects on antioxidants. Food chemistry, 197, 509-515.

- ❖ **Pokorny J. (2003).** Problèmes de stabilité des produits alimentaires liés à la présence des lipides. In : **Graille J.** Lipides et corps gras alimentaires. Techniques et documentation, Lavoisier. Paris. 51-79.
- ❖ **Pothet J.P. (1998).** Vivre en emballage (le point , les perspectives en emballage et conditionnement). In : **Multon J.L. et Bureau G.** Emballages des denrées alimentaires de grande consommation. Techniques et Documentation Lavoisier. Paris P1065.

## R

- ❖ **Rahmani M.(2007).** Méthode d'évaluation de la stabilité oxydative des lipides. 2: 18-20
- ❖ **Rebour H. (2005 ).** Situation actuelle de l'oléiculture en Algérie, N°46 pp.6.
- ❖ **Rolland H, (2004).** Antioxydants naturels végétaux, OCL.VOL 11, N°6.
- ❖ **Rosa M., Lamuela-Raventós E., Gimeno E., Montse F., Castellote A.I., Covas M., De La Torre-Boronat M.C., López-Sabater M.C. (2004).** Interaction of Olive Oil Phenol Antioxidant Components with Low-density Lipoprotein .Biol Res 37: 247-252.
- ❖ **Rotondo S. et De Gaetano G., 2000.** Protection from cardiovascular disease by wine and its derived products. Epidemiological evidence and biological mechanisms. World Review of Nutrition and Dietetics. 87 p 90-113.
- ❖ **Rouas S., Rahmani M., El Antari A., Idrissi D. J., Souizi A. et Maata N. (2016).** Effect of geographical conditions (altitude and pedology) and age of olive plantations on the typicality of olive oil in MoulayDrissZarhoun. Mediterranean Journal of Biosciences, 1(3), 128-137.

## S

- ❖ **Salvador M.D., Aranda F., Gomez-Alonson S. and Fregapane G. 2000.** Quality characteristics of Cornicabra virgin olive oil. Res advance in oil chem.1: 31-39.
- ❖ **Samaniego-Sánchez C., Quesada-Granados J. J., de la Serrana H. L. G. et López-Martínez M. C. (2010).**  $\beta$ -Carotene, squalene 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(7), 671-676.
- ❖ **Šarolić M., Gugić M., Marijanović Z., et Šuste M. (2014).** Virgin olive oil and nutrition. HRANA U ZDRAVLJU I BOLESTI, 3(1), 38-43.
- ❖ **Servili, M. (2014).** The phenolic compounds: a commercial argument in the economic war to come on the quality of olive oil?. *Ocl*, 21(5), D509.

## T

- ❖ **Taha M; Rababah H.F ; Wade Y; Eriefej K; M Al-Omoush. (2011).** Effects of type of packaging material on physicochemical and sensory properties of olive oil. Vol :4, N°4 :66-72.

- ❖ **Tanouti K., Serghini-Caid H., Chaieb E., Benali A., Harkous M. et Elamrani A. (2011).** Amélioration qualitative d'huiles d'olive produites dans le Maroc oriental. Les technologies de laboratoire, Volume 6, N°22.

### U

- ❖ **Uccini E. et Debal A. (1992).** Propriétés chimiques des corps gras. In : "Manuel des corps gras". Paris. ISBN: 2-85206-662-9. p 327-329.
- ❖ **Uzzan.A. (1992).** Les corps gras, in : Dupin, H., Cuq, J.L., Malewiak, M.L., Leynaud-Rouaud, C., et Berthier, A.M., (Ed), Alimentation et nutrition Humaines.ESF, Paris, pp. 886-892.
- ❖ **Uzzan. (1992).** Huile d'olive. In manuel des corps gras. Ed. Lavoisier ; Paris.763-767.

### V

- ❖ **Veillet S. (2010).** Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : Entre Tradition et Innovation. THESE : Doctorat en Sciences, option: chimie, l'Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse. PP. 7-130.
- ❖ **Velasco J. et Dobarganes C. (2002).** Oxidative stability of virgin olive oil. Eur. J. Lipidsc Technol. 104 661-676.
- ❖ **Venkateswarlu G., Let M.b., Meyer A.S., Jacobsen C. (2004).** Modeling the sensory impact of defined combinations of volatile lipid oxidation products on fishy and metallic off-flavors. Journal of Agricultural and Food Chemistry ,52: 1635-1641.
- ❖ **Verleyen T. (2002).** Stability of minor components during vegetable oil refining. Applied biological sciences, chemistry. University of Gent. Gant. P. 277.
- ❖ **Viola P. (1997).** L'huile d'olive et la santé. Ed. Espagne, Conseil Oléicole International.

### W

- ❖ **Weil J.H. (1995).** Biochimie générale, 7ème édition, Paris, p239.
- ❖ **Wiesman, Z. (2009).** Desert Olive Oil Cultivation: Advanced Bio Technologies, Elsevier Science. .PP: 1-395.

### Y

- ❖ **Yadav S. (1997).** Food chemistry. ANMOL publication PVT.LTD. India. ISBN: 81-7488-599-4. . p 17-59.

#### Site internet consultés :

<http://www.medecinesciences.org> ou <http://dx.doi.org/10.1051/medsci/2004204458>.

<http://Koudia.farm.free.fr/documentation/fichiersPDF//www.vulgarisation.net/Extraction Huile Olive.pdf>.

<http://www.medecinesciences.org> ou <http://dx.doi.org/10.1051/medsci/2004204458>.

# Annexes

## I. Modes opératoires

### Annexe 1 : Détermination de l'acidité

#### Matériels :

- Balance analytique
- Erlenmyer
- Burette.
- Pipette.

#### Réactifs :

- Ethanol.
- Solution d'hydroxyde de sodium dans l'éthanol.
- Phénolphtaléine, solution à 10g/l dans de l'éthanol.

#### Mode opératoire :

- ✚ Peser 10 g d'huile d'olive dans un erlenmeyer.
- ✚ Ajouter 75ml d'éthanol.
- ✚ Neutraliser en présence de quelques gouttes de phénolphtaléine à 1%.
- ✚ Agiter et tirer avec la solution d'hydroxyde de sodium (0,1N) jusqu'à l'obtention d'une couleur rose.

### Annexe 2 : Détermination de l'indice de peroxyde

#### Matériels :

- Balance analytique.
- Erlenmyer de 250ml.
- Burette.
- Pipette.

#### Réactifs :

- Eau distillée.
- Chloroforme.
- Acide acétique.
- Empois d'amidon.
- Solution aqueuse saturée d'iodure de potassium.

- Solution aqueuse de thiosulfate de sodium (0.01N).

**Mode opératoire :**

- ✚ Peser 5g d'huile d'olive dans un erlenmeyer
- ✚ Ajouter 12 ml du chloroforme, 18 ml d'acide acétique puis 1 ml de la solution d'iodure de potassium KI.
- ✚ Boucher l'erlenmeyer, l'agiter et le laisser 5 min à l'abri de la lumière.
- ✚ Ajouter 75 ml d'eau distillée.
- ✚ Ajouter 3 à 4 gouttes d'empois d'amidon.
- ✚ Titrer avec la solution de thiosulfate de sodium à 0.01 N en agitant vigoureusement.

**Annexe 3 : Détermination de l'indice de saponification.****Matériels :**

- Balance analytique.
- Fiole de bouchons
- Burette.
- Pipette jaugée.

**Réactifs:**

- Potasse alcoolique de concentration KOH 0,5 mol/L.
- Acide chlorhydrique HCl de concentration 0,5 mol/L.
- Ethanol
- Phénolphtaléine.

**Mode opératoire :**

- ✚ Peser 2g d'huile d'olive dans une fiole.
- ✚ Ajouter 25 ml de potasse alcoolique de concentration 0,5 mol/L.
- ✚ Mettre à la chauffe ballon sous réfrigèrent à reflux et pendant une heure, agiter à chaque 15 min le ballon
- ✚ Ajouter 2 à 3 gouttes de phénolphtaléine.

- ✚ Titrer par l'acide chlorhydrique de concentration 0,5 mol /L en agitant constamment jusqu'au virage à l'incolore de la phénolphtaléine.

#### **Annexe 4 : Détermination de l'indice d'iode :**

##### **Matériels :**

- Balance analytique
- Burettes
- Pipettes de 10 ml
- Eprouvettes de 25ml
- Ballons à fond plat
- Bêchers de 250ml

##### **Réactifs:**

- Alcool éthylique à 96%
- Eau distillé
- Solution de thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) à 0.1N
- Iode, solution 0.2 N en alcool éthylique à 96%
- Solution d'empois d'amidon 1 %.

##### **Mode opératoire :**

- ✚ Peser 0.2 g d'huile d'olive dans un ballon à fond plat ;
- ✚ Ajouté 10 ml de l'alcool éthylique et dissoudre le corps gras en agitant (s'il se dissout mal en peut chauffer légèrement) ;
- ✚ Ajouté par la pipette 10 ml d'iode 0.2 N alcoolique et mélanger la solution ;
- ✚ Ajouté encore 30 ml d'eau et fermer le ballon par le bouchons ;
- ✚ Agité énergiquement la solution dans le ballon pendant 5 min ;
- ✚ Ouvrir le ballon et rincer le bouchon par des petites quantités de l'eau. Réunir ces quantités d'eaux avec la solution ;
- ✚ Titrer la solution par thiosulfate de sodium 0.1N jusqu'à l'apparition de la coloration jaune ;
- ✚ Ajouté dans la solution 1 ml de la solution d'amidon à 1 % (coloration devient bleue foncée) ;

- ✚ Continuer à titrer la solution par thiosulfate de sodium jusqu'à la disparition de la coloration bleu. Soit  $V$  le volume de la solution de thiosulfate employé ;
- ✚ Faire parallèlement l'essai à blanc dans les mêmes conditions et avec les mêmes réactifs, mais sans corps gras ;
- ✚ Titrer la solution dans l'essai à blanc par thiosulfate de sodium. Soit  $V_1$  le volume employer.

## II. Analyse statistique

### Annexe 5 : Analyse de la variance de l'acidité

	SS	DF	MS	F	PROB	Sdt	C.V.
VAR.TOTAL	1,43	39	0,037				
VAR.FACTOR 1	1,384	1	1,384	2469,746	0		
VAR.FACTOR 2	0,002	1	0,002	3,494	0,07325		
VAR.FACTOR 3	0,015	4	0,004	6,867	0,00125		
VAR.BETWEEN F1*2	0,002	1	0,002	3,497	0,07314		
VAR.BETWEEN F1*3	0,015	4	0,004	6,867	0,00125		
VAR.BETWEEN F2*3	0	4	0	0,096	0,97937		
VAR.BETWEEN F1*2*3	0	4	0	0,096	0,97964		
RESIDUAL 1	0,011	20	0,001			0,024	5,25%

### Annexe 6 : Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5% de l'acidité.

#### Facteur 1 : Temps.

F1	HEADINGS	MEANS	Homogeneous Groups	
2.0	T90	0,637	A	
1.0	T0	0,265	B	

#### Facteur 3 : Type d'emballage.

F3	HEADINGS	MEANS	Homogeneous Groups		
5.0	FER BLANC	0,479	A		
3.0	PLASTIQUE	0,468	A	B	
4.0	ARGILE	0,448	B		C
2.0	VERRE TRANSPARENT	0,435			C
1.0	VERRE OPAQUE	0,426			C

**Interaction F1\*3** : Temps et type d'emballage.

F1 F3	HEADINGS	MEANS	Homogeneous Groups			
2.0 5.0	T90 FER BLANC	0,693	A			
2.0 3.0	T90 PLASTIQUE	0,67	A			
2.0 4.0	T90 ARGILE	0,63		B		
2.0 2.0	T90 VERRE TRANSPARENT	0,605		B	C	
2.0 1.0	T90 VERRE OPAQUE	0,587			C	
1.0 4.0	T0 ARGILE	0,265				D
1.0 5.0	T0 FER BLANC	0,265				D
1.0 3.0	T0 PLASTIQUE	0,265				D
1.0 1.0	T0 VERRE OPAQUE	0,265				D
1.0 2.0	T0 VERRE TRANSPARENT	0,265				D

**Annexe 7**: Analyse de la variance de l'indice de peroxyde.

	SS	DF	MS	F	PROB	Sdt	C.V.
VAR.TOTAL	865,832	39	22,201				
VAR.FACTOR 1	578,36	1	578,36	880,304	0		
VAR.FACTOR 2	25,985	1	25,985	39,552	0,00001		
VAR.FACTOR 3	107,844	4	26,961	41,036	0		
VAR.BETWEEN F1*2	25,985	1	25,985	39,552	0,00001		
VAR.BETWEEN F1*3	107,844	4	26,961	41,036	0		
VAR.BETWEEN F2*3	3,337	4	0,834	1,27	0,31474		
VAR.BETWEEN F1*2*3	3,337	4	0,834	1,27	0,31474		
RESIDUAL 1	13,14	20	0,657			0,811	16,04%

**Annexe 8**: Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5% de l'indice de peroxyde.**Facteur 1** : Temps.

F1	HEADINGS	MEANS	Homogeneous Groups	
2.0	T90	8,855	A	
1.0	T0	1,25		B

**Facteur 2** : Conditions de stockage.

F2	HEADINGS	MEANS	Homogeneous Groups	
1.0	LUMIERE	5,859	A	
2.0	OBSCURITE	4,247		B

**Facteur 3** : Type d'emballage.

F3	HEADINGS	MEANS	Homogeneous Groups		
5.0	FER BLANC	6,93	A		
3.0	PLASTIQUE	6,169	A		
4.0	ARGILE	5,938	A		
2.0	VERRE TRANSPARENT	3,563		B	
1.0	VERRE OPAQUE	2,664			C

**Interaction F1\*2** : Temps et conditions de stockage.

F1 F2	HEADINGS	MEANS	Homogeneous Groups		
2.0 1.0	T90 LUMIERE	10,467	A		
2.0 2.0	T90 OBSCURITE	7,243		B	
1.0 1.0	T0 LUMIERE	1,25			C
1.0 2.0	T0 OBSCURITE	1,25			C

**Interaction F1\*3** : Temps et type d'emballage.

F1 F3	HEADINGS	MEANS	Homogeneous Groups				
2.0 5.0	T90 FER BLANC	12,61	A				
2.0 3.0	T90 PLASTIQUE	11,088		B			
2.0 4.0	T90 ARGILE	10,625		B			
2.0 2.0	T90 VERRE TRANSPARENT	5,875			C		
2.0 1.0	T90 VERRE OPAQUE	4,078				D	
1.0 4.0	T0 ARGILE	1,25					E
1.0 5.0	T0 FER BLANC	1,25					E
1.0 3.0	T0 PLASTIQUE	1,25					E
1.0 1.0	T0 VERRE OPAQUE	1,25					E
1.0 2.0	T0 VERRE TRANSPARENT	1,25					E

**Annexe 9:** Analyse de la variance de l'indice de saponification

	SS	DF	MS	F	PROB	Sdt	C.V.
VAR.TOTAL	7091,066	39	181,822				
VAR.FACTOR 1	2859,471	1	2859,471	27,02	0,00006		
VAR.FACTOR 2	567,139	1	567,139	5,359	0,02991		
VAR.FACTOR 3	366,728	4	91,682	0,866	0,5027		
VAR.BETWEEN F1*2	567,179	1	567,179	5,36	0,0299		
VAR.BETWEEN F1*3	366,746	4	91,686	0,866	0,50268		
VAR.BETWEEN F2*3	123,658	4	30,914	0,292	0,87952		
VAR.BETWEEN F1*2*3	123,623	4	30,906	0,292	0,87957		
RESIDUAL 1	2116,523	20	105,826			10,287	5,29%

**Annexe 10 :** Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5% de l'indice de saponification.**Facteur 1 :** Temps.

F1	HEADINGS	MEANS	Homogeneous Groups	
2.0	T90	202,74	A	
1.0	T0	185,83		B

**Facteur 2 :** Conditions de stockage.

F2	HEADINGS	MEANS	Homogeneous Groups	
1.0	LUMIERE	198,051	A	
2.0	OBSCURITE	190,52		B

**Interaction F1\*2 :** Temps conditions de stockage.

F1 F2	HEADINGS	MEANS	Homogeneous Groups	
2.0 1.0	T90 LUMIERE	210,271	A	
2.0 2.0	T90 OBSCURITE	195,209		B
1.0 1.0	T0 LUMIERE	185,83		B
1.0 2.0	T0 OBSCURITE	185,83		B

**Annexe 11** : Analyse de la variance de l'indice d'iode.

	SS	DF	MS	F	PROB	Sdt	C.V.
VAR.TOTAL	11020,63	39	282,58				
VAR.FACTOR 1	5859,268	1	5859,268	1067,34	0		
VAR.FACTOR 2	28,237	1	28,237	5,144	0,03296		
VAR.FACTOR 3	2330,102	4	582,525	106,114	0		
VAR.BETWEEN F1*2	28,28	1	28,28	5,152	0,03284		
VAR.BETWEEN F1*3	2330,136	4	582,534	106,116	0		
VAR.BETWEEN F2*3	167,431	4	41,858	7,625	0,00071		
VAR.BETWEEN F1*2*3	167,381	4	41,845	7,623	0,00071		
RESIDUAL 1	109,792	20	5,49			2,343	1,59%

**Annexe 12** : Test de NEWMAN-KEULS au seuil = 5% de l'indice d'iode.**Facteur 1** : Temps.

F1	HEADINGS	MEANS	Homogeneous Groups	
1.0	T0	159,255	A	
2.0	T90	135,049		B

**Facteur 2** : Conditions de stockage.

F2	HEADINGS	MEANS	Homogeneous Groups	
2.0	OBSCURITE	147,993	A	
1.0	LUMIERE	146,312		B

**Facteur 3** : Type d'emballage.

F3	HEADINGS	MEANS	Homogeneous Groups			
1.0	VERRE OPAQUE	155,13	A			
2.0	VERRE TRANSPARENT	153,228	A			
4.0	ARGILE	149,421		B		
3.0	PLASTIQUE	144,106			C	
5.0	FER BLANC	133,875				D

**Interaction F1\*2** : Temps et conditions de stockage.

F1 F2	HEADINGS	MEANS	Homogeneous Groups		
1.0 1.0	T0 LUMIERE	159,255	A		
1.0 2.0	T0 OBSCURITE	159,255	A		
2.0 2.0	T90 OBSCURITE	136,73		B	
2.0 1.0	T90 LUMIERE	133,368			C

**Interaction F1\*3**: Temps et type d'emballage.

F1 F3	HEADINGS	MEANS	Homogeneous Groups						
1.0 5.0	T0 FER BLANC	159,255	A						
1.0 4.0	T0 ARGILE	159,255	A						
1.0 2.0	T0 VERRE TRANSPARENT	159,255	A						
1.0 3.0	T0 PLASTIQUE	159,255	A						
1.0 1.0	T0 VERRE OPAQUE	159,255	A						
2.0 1.0	T90 VERRE OPAQUE	151,005		B					
2.0 2.0	T90 VERRE TRANSPARENT	147,2			C				
2.0 4.0	T90 ARGILE	139,588				D			
2.0 3.0	T90 PLASTIQUE	128,958					E		
2.0 5.0	T90 FER BLANC	108,495							F

**Interaction F2\*3** : Conditions de stockage et type d'emballage.

F2 F3	HEADINGS	MEANS	Homogeneous Groups						
2.0 1.0	OBSCURITE VERRE OPAQUE	156,715	A						
2.0 2.0	OBSCURITE VERRE TRANSPARENT	154,815	A	B					
1.0 1.0	LUMIERE VERRE OPAQUE	153,545	A	B					
1.0 2.0	LUMIERE VERRE TRANSPARENT	151,64		B	C				
2.0 4.0	OBSCURITE ARGILE	151,008		B	C				
1.0 4.0	LUMIERE ARGILE	147,835			C	D			
2.0 3.0	OBSCURITE PLASTIQUE	146,722				D			
1.0 3.0	LUMIERE PLASTIQUE	141,49					E		
1.0 5.0	LUMIERE FER BLANC	137,048						F	
2.0 5.0	OBSCURITE FER BLANC	130,703							G

**Interaction F1\*2\*3 : temps- Conditions de stockage et type d'emballage**

F1 F2 F3	HEADINGS	MEANS	Homogeneous Groups						
1.0 2.0 1.0	T0 OBSCURITE VERRE OPAQUE	159,255	A						
1.0 1.0 4.0	T0 LUMIERE ARGILE	159,255	A						
1.0 1.0 5.0	T0 LUMIERE FER BLANC	159,255	A						
1.0 1.0 2.0	T0 LUMIERE VERRE TRANSPARENT	159,255	A						
1.0 1.0 3.0	T0 LUMIERE PLASTIQUE	159,255	A						
1.0 2.0 2.0	T0 OBSCURITE VERRE TRANSPARENT	159,255	A						
1.0 1.0 1.0	T0 LUMIERE VERRE OPAQUE	159,255	A						
1.0 2.0 5.0	T0 OBSCURITE FER BLANC	159,255	A						
1.0 2.0 4.0	T0 OBSCURITE ARGILE	159,255	A						
1.0 2.0 3.0	T0 OBSCURITE PLASTIQUE	159,255	A						
2.0 2.0 1.0	T90 OBSCURITE VERRE OPAQUE	154,175	A	B					
2.0 2.0 2.0	T90 OBSCURITE VERRE TRANSPARENT	150,375		B	C				
2.0 1.0 1.0	T90 LUMIERE VERRE OPAQUE	147,835			C	D			
2.0 1.0 2.0	T90 LUMIERE VERRE TRANSPARENT	144,025				D			
2.0 2.0 4.0	T90 OBSCURITE ARGILE	142,76				D			
2.0 1.0 4.0	T90 LUMIERE ARGILE	136,415					E		
2.0 2.0 3.0	T90 OBSCURITE PLASTIQUE	134,19					E		
2.0 1.0 3.0	T90 LUMIERE PLASTIQUE	123,725						F	
2.0 1.0 5.0	T90 LUMIERE FER BLANC	114,84							G
2.0 2.0 5.0	T90 OBSCURITE FER BLANC	102,15							

Ce présent travail a pour but de suivre l'évolution de certains paramètres chimiques (acidité, indice de peroxyde, l'indice d'iode et l'indice de saponification), de l'huile d'olive conditionnée dans différents types d'emballage et dans des conditions de stockage différentes. Les échantillons d'huile d'olive ont été répartis en 2 lots :

Dans chaque lot, nous avons conditionné les échantillons dans différents emballages à savoir le plastique (PET), fer blanc, verre opaque, verre transparent et l'argile. Un lot a été stocké à l'obscurité et le deuxième à la lumière pour une durée de stockage de 3 mois.

Les résultats ont montré une perte de la qualité progressive pendant le stockage spécialement dans les bouteilles en fer blanc où on a enregistré des valeurs élevées d'acidité (0.71%), l'indice de peroxyde (12.36 meq d'O<sub>2</sub>/kg d'huile), indice de saponification (223 mg de KOH /g d'huile d'olive) et de faibles valeurs d'indice d'iode ( 102 g d'iode/100g d'huile ), suivies par l'huile d'olive stockée en plastique .les meilleurs contenants pour le stockage d'huile d'olive étaient les bouteilles en verre opaque, en raison de la faible valeur d'acidité obtenue (0.60%), l'indice de peroxyde (5.75 meq d'O<sub>2</sub>/kg d'huile), indice de saponification (198.79 mg de KOH /g d'huile ) et une haute valeur d'indice d'iode (147 g d'iode/100g d'huile).

**Mots clés :** huile d'olive, conditions de stockage, paramètres chimique, qualité.

### Abstract

The aim of this work was to evaluate the effects of conditions, storage time and packaging type on the chemical quality of olive oil. The effect of packaging materials (tinplate, argile, clear polyethylenene terephthalate (PET), clear glass and dark glass bottles) on quality attributes of olive oil was studied after being stored for 3 months. The different oil samples were stored under light and obscurity. Quality parameters monitored after a 3 month-storage period included: acidity, peroxide index, iodine index and saponification index. The results showed a gradual loss of quality during storage, especially in tinplate bottles who present the highest acidity (0.71%), peroxide index (12.36 meq of O<sub>2</sub> /kg), the saponification index (223 mg of KOH /g oil) and the lowest iodine index ( 102 g of iodine /100g oil), values followed by those stored in the plastic. The best containers for storage packing of olive oil were the dark glass bottles who present the lowest acidity (0.60%), peroxide index (5.75 meq of O<sub>2</sub> /kg oil), saponification index (198.79 mg of KOH /g oil) and the highest iodine index (147 g of iodine /100g oil).

**Key words:** storage time, Containers, olive oil, chemical quality, packaging.