

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Abou Bekr Belkaïd-Tlemcen-
Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie et des Sciences de la Terre et
de l'Univers



Département de Biologie

MÉMOIRE DE FIN D'ÉTUDES

En vue de l'obtention du
DIPLOME DE MASTER

Option : Science des Aliments

Thème

*Dosage des phénols totaux de quelques
échantillons d'huiles d'olives et contrôle
de leurs qualités physicochimique*

Présenté par :

LIAZID Younes

Soutenu le : 25/06/2014 devant les jurys composé de :

Président : Mr BENMENSOUR A.	Pr	Université. Tlemcen
Examineur : Mr LAZOUNI H.A.	M.C.A	Université. Tlemcen
Promoteur : Mme BENDIMERAD N.	Pr	Université. Tlemcen

Année Universitaire 2013/ 2014

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Abou Bekr Belkaïd-Tlemcen-
Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie et des Sciences de la Terre et
de l'Univers



Département de Biologie

MÉMOIRE DE FIN D'ÉTUDES

En vue de l'obtention du
DIPLOME DE MASTER

Option : Science des Aliments

Thème

*Dosage des phénols totaux de quelques
échantillons d'huiles d'olives et contrôle
de leurs qualités physicochimique*

Présenté par :

LIAZID Younes

Soutenu le : 25/06/2014 devant les jurys composé de :

Président : Mr BENMENSOUR A.	Pr	Université. Tlemcen
Examineur : Mr LAZOUNI H.A.	M.C.A	Université. Tlemcen
Promoteur : Mme BENDIMERAD N.	Pr	Université. Tlemcen

Année Universitaire 2013/ 2014

Remerciements

Le présent travail a été effectué au laboratoire des produits naturels LAPRONA, université Abou Bakr Belkaid.

En préambule, je souhaite adresser tous mes remerciements aux personnes qui m'ont apporté leur aide et qui ont ainsi contribué à l'élaboration de ce mémoire.

Tout d'abord de grands remerciements à Madame BENDIMERCAD Nassima, professeur au département de Biologie, faculté des sciences de la nature et de la vie, université de Tlemcen, pour son aide précieuse, ces conseils, ces encouragements, sa générosité, et pour le temps qu'elle a bien voulu me consacrer.

J'exprime ma profonde gratitude à Mr BENMANSOUR Abdelhafid professeur au département de Biologie, faculté des sciences de la nature et de la vie, université de Tlemcen m'avoir fait l'honneur de présider ce jury.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à Mr LAZOUNI HAMADI Abderrahmane maître de conférences au département de Biologie, faculté des sciences de la nature et de la vie, université de Tlemcen de m'avoir fait l'honneur d'examiner ce travail.

Un grand merci à ma famille et mes amis qui m'ont conseillé et encouragé tout au long de la période de ce travail.

Enfin j'adresse mes sincères remerciements à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Sommaire

Liste des abréviations	i
Résumés.....	ii
Liste des figures.....	x
Liste des tableaux.....	xi
Introduction générale	02
Première parti : Synthèse bibliographique	
I. Généralités sur la culture de l'olivier	06
I.1. Historique	06
I.2. Classification	06
I.3. Description du végétal	08
I.4. Cycle végétatif	12
I.5. Exigences de l'olivier	13
I.6. Variétés de l'olivier	13
I.7. Répartition de l'olivier	14
II. Procédés de fabrication de l'huile d'olive	17
II.1. Procédés d'extraction de l'huile d'olive	18
II.2. Conditions de stockage de l'huile d'olive.....	22
II.3. Les sous produits oléicoles	22
II.4. Classification des huiles d'olives.....	23
III. Composition générale de l'huile d'olive	24
III.1. Les polyphénols.....	24
III.2. Acides gras, triacylglycérols, et glycérides partiels.....	29
III.3. Huile d'olive et tocophérols.....	30
III.4. Les composés aromatiques	31
IV. Les margines	31
Deuxième partie : Partie expérimentale	
I. Echantillonnage	36
II. Caractères chimiques	36
II.1. Indice d'acide	36
II.2. Indice de saponification	37
II.3. Indice de peroxyde	38
II.4. Indice d'iode	40
II.5. L'insaponifiable	41

II.6. Test de l'huile semi siccative	42
III. Caractères physiques	44
III.1. Densité relative	44
III.2. Indice de réfraction	45
III.3. Teneur en eau et en substances volatiles	46
III.4. Absorbance dans l'ultra violet	46
IV. Extraction et dosage des polyphénols	47
V. Analyse sensorielle	48
Troisième Partie : Résultats et discussion	
I. Caractères chimiques	52
I.1. Indice d'acide	52
I.2. Indice de saponification	54
I.3. Indice de peroxyde	55
I.4. Indice d'iode	56
I.5. L'insaponifiable	58
I.6. Test de l'huile semi siccative	59
II. Caractères physiques	60
II.1. Densité relative	60
II.2. Indice de réfraction	61
II.3. Teneur en eau.....	62
II.4. Absorbance dans l'ultra violet	63
III. Extraction et dosage des polyphénols	64
IV. Analyse sensorielle	66
Conclusion générale	
Références bibliographiques	
Annexe	

Liste des abréviations

A :	Absorbance
AFECG :	Association Français pour l'Etude des Corps Gras
CA :	Codex Alimentarius
CE :	Communauté Européenne
COI :	Conseil Oléicole International
cm :	Centimètre
CNUCED :	Conférence des Nations unies sur le commerce et le développement
DO :	Densité optique
g :	Gramme
h :	Heure
kg :	Kilogramme
m :	Masse
m :	Mètre
meq :	Milliéquivalent
mg :	Milligramme
ml :	Millilitre
mm :	Millimètre
mn :	Minute
N :	Normalité
nm :	Nanomètre
pH :	Potentiel d'hydrogène
PNTTA :	Programme National de Transfert de Technologie en Agriculture
T :	Température
V :	Volume
UI :	Unité Internationale
UV :	Ultra Violet
°C :	Degré Celsius
% :	Pourcentage

Résumé

L'huile d'olive avec, avec ces particularités, fait l'objet d'un contrôle de qualité assez élaboré qui est basé, entre autres, sur la mise en œuvre d'analyses physico-chimiques destinées à préciser plusieurs indices. Des exemples d'analyse et de résultats sont donnés.

Cette étude porte sur quatre échantillons d'huile d'olive celui de Sidi Bel Abbès, Tlemcen (DIB), Béni Bahdel et Tlemcen (Ouzidène). L'évaluation de la qualité et la conformité de l'huile à la norme établie par le COI et le C.A est basée sur la mise en œuvre d'analyses physico-chimiques destinées à préciser l'état de fraîcheur de l'huile et son degré de pureté tel que la teneur en eau, la densité relative, l'indice de réfraction, l'absorbance dans l'ultra-violet, l'indice d'acide, l'indice de saponification, l'indice de peroxyde, l'indice d'iode ainsi que le test de l'insaponifiable et des huiles semi-siccatives.

Les analyses des caractéristiques physiques et chimiques de divers échantillons d'huiles d'olive, ont été effectuées selon les normes commerciales établies par le C.O.I et C.A applicables à l'huile d'olive.

Les résultats ont permis de déduire que la majorité des indices chimiques des quatre huiles répondent aux normes à l'exception de l'indice de saponification pour l'ensemble des échantillons qui est exclu de l'intervalle établi par les normes C.A et C.O.I, ce qui nous amène que certaines huiles sont riches en C16 et d'autre en C18.

La détermination des paramètres physique tel que la densité relative et l'indice de réfraction montre que ses huiles ne sont pas pures de point de vue physique.

L'absorbance dans l'ultraviolet montre que les quatre échantillons ne contiennent pas des produits secondaires.

L'analyse sensorielle montre que les huiles sont des huiles vierges, à l'exception de celle de Sidi BelAbbes qui est une huile vierge extra.

Le dosage des phénols totaux après leur extraction a permis de déduire que l'huile d'olive de Sidi BelAbbes présente la valeur la plus élevé mg équivalents en acide gallique/Kg d'huile d'olive, ce qui confère à l'huile une résistance à l'oxydation par stockage à long terme.

Ce résultat peut être lié à une exposition excessive des olives et des huiles extraites à l'air et à la lumière. Le réchauffement de la pâte d'olive et une longue durée de malaxage ne sont pas à écarter non-plus.

Mots clés : huile d'olive, contrôle de qualité physico-chimique, extraction et dosage des phénols totaux, analyse sensorielle, réglementation.

Abstract

Olive oil, with its peculiarities, is the subject of a rather elaborate quality control which is based, inter alia, the implementation of physicochemical analyzes to specify multiple indices. Examples of analytical results are given,

This study focuses on four olive oil samples that of Sidi Bel Abbes, Tlemcen (DIB), Béni Bahdel and Tlemcen (Ouzidène). The evaluation of the quality and compliance of oil to the standard established by the IOC and the CA is based on the implementation of physicochemical analyzes to specify the freshness of the oil and degrees of purity such that the water content, the relative density, the refractive index, the absorbance in the ultraviolet, the acid value, saponification value, peroxide value, the iodine and the test of the unsaponifiables and semi-drying oils index.

Analysis of physical and chemical characteristics of various samples of olive oil were carried out according to commercial standards established by the IOC and CA apply olive oil.

The results were used to deduce that most chemical indices four oils meet the standards except for the saponification to all samples which is excluded from the range established by the CA and IOC standards, which leads some oils are rich in C16 and C18 in another.

The determination of physical parameters such as the relative density and the refractive index shows that its oils are not pure of physical standpoint.

The ultraviolet absorbance shows that the four samples contain no by-products.

Sensory analysis showed that the oils are virgin oils, except that of Sidi Bel Abbes is an extra virgin oil.

The determination of total phenols after extraction were deduced as olive oil Sidi Bel Abbes has the highest value mg gallic acid equivalents / kg of olive oil, which gives the oil a resistance to oxidation by long-term storage.

This result may be related to excessive exposure olives and extracted air and light oils. The warming of the olive paste and a long mixing time is not to dismiss non-plus.

Keywords: olive oil, control of physico-chemical quality, extraction and determination of total phenols, sensory analysis, regulation.

المخلص

زيت الزيتون، مع خصوصياته، هو موضوع علم اقية الجودة متقنة و التي تقوم في جملة أمور بتنفيذ التحاليل الفيزيائية وتحليلات لتحديد مؤشر امتعددة قوتها بما عطاء أمثلة من النتائج التحليلية.

ترتكز دراستنا على أربع عينات من زيت الزيتون وهي سيدي بلعباس بني بهدل تلمسان معصرة ديب تلمسان معصرة أوزيدان. يعتمد تقييم الجودة ومطابقة الزيت للمعايير المتفق عليها من طرف على C.O.I / C.A يائية والكيميائية الموجهة لتحديد حالة الزيت على أنها طازجة ودرجتها من النقاء مثل محتوى الماء، الكثافة النسبية، معامل الانكسار، والامتصاص في الأشعة فوق البنفسجية، معامل الحموضة، معامل التصبين، معاد Insaponifiable ليودوموشر واختبار شديها التحفيف للزيوت

النتائج سمحت لنا بالاستنتاج أن أغلبية المؤشرات الكيميائية للزيوت الأربعة تلي المعايير باستثناء معامل التصبن الذي هو خارج عن مجال المعايير المتفق عليها من طرف C.O.I / C.A القول بأن بعض الزيوت غنية بوالأخرى ب تد C₁₆ لالفيزيائية مثلا C₁₈ يتم معامل الانكسار يدل على أن الزيوت ليست نقية من وجهة النظر الفيزيائية.

الامتصاص في الأشعة فوق البنفسجية يتبين أن كلالعينات لا تحتوي على مواد ثانوية.

وأظهر التحليل للحسيان جميعالزيتون هيز يوتصافية، باستثناء زيت سيدي بلعباس التي هيز يتجد صافية

معايرة مجموع الفينولات بعد استخلاصها سمح لنا باستنتاج أن زيت زيتون سيدي بلعباس لديها أعلى قيمة 1225 ملغ/ كغ الشيء الذي يعطيها مقاومة للأكسدة عند تخزينها على المدى الطويل.

هذه النتيجة قد تكون بسبب تعرضالزيتون المفرط للهواء واستخراجالزيتون الخفيفة. ارتفاع درجة حرارة معجونالزيتونو خلطه لو قتلطويل.

الكلمات الرئيسية: زيت الزيتون، مرقبة الجودة الفيزيائية والكيميائية، استخراج وتحديد مجموع الفينولات، التحليل الحسي، التنظيم.

Liste des figures

Figure 1 : Arbre de l'olivier.....	08
Figure 2 : Le tronc d'arbre de l'olivier.....	09
Figure 3 : Les fleurs de l'olivier.....	09
Figure 4 : Les feuilles de l'olivier.....	10
Figure 5 : Les fruits de l'olivier.....	10
Figure 6 : Composition chimique du fruit d'olive.	11
Figure 7 : Production d'huile d'olive par pays.	15
Figure 8 : Consommation mondiale d'huiles végétales.	16
Figure 9 : L'évolution de la production mondiale de l'huile d'olive entre les années 1990 et 2012.	16
Figure 10 . Pourcentages des tailles des gouttes d'huile dans la pâte, après broyage.....	19
Figure 11 . Pourcentages des tailles des gouttes d'huile dans la pâte, après malaxage.....	19
Figure 12 : système discontinue d'extraction par presse.	20
Figure 13 : Système continue d'extraction avec centrifugation à 2 phases.	21
Figure 14 : Système continue d'extraction avec centrifugation à 3 phases.	21
Figure 15 : La composition chimique de l'huile d'olive.	24
Figure 16 : Structure des acides gras majeurs de l'huile d'olive, acide oléique, acide linoléique.	
Figure 17 : Représentation graphique des valeurs d'indice d'acide.....	52
Figure 18 : Représentation graphique des valeurs d'acidité libre.....	54
Figure 19 : Représentation graphique des valeurs d'indice de saponification.....	55
Figure 20 : Représentation graphique des valeurs d'indice de peroxyde.....	56
Figure 21 : Représentation graphique des valeurs d'indice d'iode.....	57
Figure 22 : Représentation graphique des valeurs du test d'insaponifiable.....	58
Figure 23 : Représentation graphique des valeurs de la densité relative.....	60
Figure 24 : Représentation graphique des valeurs d'indice de réfraction.....	61
Figure 25 : Représentation graphique des valeurs de la teneur en eau.....	62
Figure 26 : Représentation graphique des valeurs d'absorbance dans l'ultra-violet.	64
Figure 27 : Courbe d'étalonnage pour le dosage des phénols totaux.....	64
Figure 28 : Représentation graphique des valeurs des teneurs en phénols totaux..	66

Liste des tableaux

Tableau 1 : Composition chimique du fruit d'olive.....	11
Tableau 2 : stades végétatifs de l'olivier.	12
Tableau 3 : L'olivier dans le monde	15
Tableau 4 : Les composés phénoliques dans l'huile d'olive vierge	28
Tableau 5 : Composition en acides gras d'une huile d'olive	30
Tableau 6 : Composition physico-chimique indicative des margines.....	33
Tableau 7 : Principaux constituants de l'huile d'olive	34
Tableau 8 : Spécimen de feuille de pointage du barème en neuf points.	49
Tableau 9 : les caractéristiques organoleptiques de test sensoriel.	50
Tableau 10 : Indice d'acide des échantillons étudiés.	52
Tableau 11 : Acidité libre ou pourcentage en acide oléique des échantillons étudiés	53
Tableau 12 : Indice de saponification des échantillons étudiés.	54
Tableau 13 : Indice de peroxyde des échantillons étudiés.	56
Tableau 14 : Indice d'iode des échantillons étudiés.	57
Tableau 15 : Test de l'insaponifiable des échantillons étudiés.	58
Tableau 16 : Test des huiles semi-siccatives des échantillons étudiés.	59
Tableau 17 : Densité relative des échantillons étudiés.	60
Tableau 18 : Indice de réfraction des échantillons étudiés.	61
Tableau 19 : Teneur en eau des échantillons étudiés.	62
Tableau 20 : Absorbance dans l'ultra-violet des échantillons étudiés.	63
Tableau 21 : Phénols totaux en mg équivalent d'acide gallique par kg des échantillons étudiés.	65
Tableau 22 : Résultats des travaux antérieurs portant sur le dosage des phénols totaux dans l'huile d'olive.	66
Tableau 23 : résultats des tests sensoriels.	67
Tableau 24 : Résultats des caractéristiques organoleptiques.....	67
Tableau 25 : tableau récapitulatif des résultats de différentes caractéristiques chimiques et physiques, dosage des phénols totaux et analyse sensorielle des quatre échantillons étudiés.	68

Introduction

générale

L'huile d'olive est le produit méditerranéen par excellence. On la retrouve à travers l'histoire, depuis la civilisation grecque jusqu'à nos jours (**Kiritsakis, 1998**). Elle est la principale source de matière grasse du régime crétois ou du régime méditerranéen qui sont bien connus pour leurs effets bénéfiques sur la santé humaine.

Depuis le tournant du siècle, les huiles végétales ont progressivement remplacé les huiles animales comme source principale de graisse alimentaire. En fait, les huiles végétales comptent pour plus de 70% de la production de la graisse alimentaire dans le monde. On estime que la valeur économique de la graisse végétale sur le marché mondial est d'environ 32 milliards d'Euros.

C'est la principale espèce fruitière plantée en Algérie. Elle est présente à travers l'ensemble du territoire national, en raison de ses capacités d'adaptation à tous les étages bioclimatique. Elle assure de ce fait des fonctions multiples de lutte contre l'érosion, valorisation des terres agricoles et fixation des populations dans les zones marginales (**Chambers et al., 1994**). La production d'huile d'olive a toujours été le principal objectif de la culture de l'olive malgré la préférence de sa consommation en tant que fruit (**Boyer, 2000**).

Avec une production nationale en huile d'olive qui a atteint en 2006 près de 350 000 hectolitres produits par 29 995 980 oliviers, répartis sur une superficie de 263 352 ha, l'oléiculture en Algérie occupe une place importante. (**Talbi, 2009**).

La qualité de l'huile d'olive varie non seulement en fonction de la variété du sol et des conditions climatiques, mais également avec de nombreux facteurs ayant trait au cycle de production, transformation et de commercialisation des olives et des huiles.

L'oléiculture traditionnelle est caractérisée par un vieillissement très avancé. Saccagée en grande partie durant la période coloniale, cette culture offre des rendements en olive et en huiles qui diminuent de plus en plus. Une politique de renouvellement des plantations doit être rapidement entreprise, car l'implacable concurrence des prix relativement bas fera disparaître une grande partie de nos oliveraies. (**Selka, Tchouar, 2013**)

Le passage de la culture traditionnelle à la gestion moderne des vergers oléicoles ne va pas sans poser de difficiles problèmes financiers, techniques et sociaux. L'amélioration des techniques oléicoles ne pourra se faire sans la contribution de l'état.

L'huile d'olive brute est une huile de table directement issue d'un fruit de l'olivier et uniquement par utilisation de procédés physiques, recourir à des étapes de raffinage.

L'absence de cette étape permet à l'huile d'olive de conserver tous ses antioxydants car ils ne vont pas être éliminés lors de ce procédé. Les principaux antioxydants de l'huile d'olive sont des dérivés de l'eupéine et du ligtoside et font donc partie de la classe des composés phénolique. Ces composés vont permettre une bonne conservation de l'huile d'olive dans le temps puisque ces molécules ainsi que le tocophérol vont prévenir son oxydation.

Si l'huile d'olive est un produit intéressant d'un point de vue nutritionnel c'est tout d'abord pour sa composition en acide gras. En effet elle est largement insaturée et contient une petite partie d'acides gras essentiels. Outre cette composition particulière en acides gras, l'huile d'olive est aussi riche en composés antioxydants, et surtout intéressante pour ses composés minoritaire tels que les polyphénols.

Les polyphénols de l'huile d'olive participent à la protection et au traitement du cancer (du côlon, du sang, du sein... etc.), les maladies cardiovasculaire. En effet, les polyphénols de l'huile d'olive favorisent la réduction de la présence des molécules d'adhérence cellulaire, augmentent la disponibilité du monoxyde d'azote, suppriment l'agrégation plaquettaire, protègent les LDL contre l'oxydation pour retarder l'athérosclérose et réduisent les réactions inflammatoires. Actuellement, d'autres vertus des polyphénols de l'huile d'olive sont reconnues, incluant ainsi leur effet antibactérien, le traitement et la prévention du diabète et de la maladie d'Alzheimer. **(Benlemlih, Ghanam, 2013).**

Ce modeste travail intitulé « **Dosage des phénols totaux de quelques échantillons d'huiles d'olives et contrôle de leurs qualité physico-chimique** » est reparti comme suit :

Première partie qui est initiée par une recherche bibliographique, où nous présentons des généralités sur la culture de l'olivier, la technologie oléicole ainsi que la composition générale et les effets de l'huile d'olive.

La deuxième partie est expérimentale, nous présentons les méthodes d'analyses physico-chimiques et sensorielles pour la détermination des paramètres de qualité, ainsi que l'extraction et le dosage des polyphénols.

- Analyses chimiques
- ❖ Indice d'acide
- ❖ Acidité libre ou pourcentage en acide oléique
- ❖ Indice de saponification
- ❖ Indice de peroxyde
- ❖ Indice d'iode

- ❖ Test de l'insaponifiable
- ❖ Test des huiles demi siccatives
- Analyses physiques
- ❖ Densité relative
- ❖ Indice de réfraction
- ❖ Teneur en eau
- ❖ Absorbance dans l'ultra-violet
- Extraction et dosage des polyphénols
- Analyse sensorielles

Dans la troisième partie, nous discuterons les résultats obtenus en comparaison aux normes C.O.I (*Conseil Oléicole International*) et C.A (*Codex Alimentarius*).

Première parti :
Synthèse
bibliographique

I. Généralités sur la culture de l'olivier

I.1. Historique

Olea europea a une origine très ancienne, son apparition et sa culture remontent à la préhistoire. L'origine de l'olivier serait, selon la thèse la plus fréquemment retenue, la Syrie et l'Iran. De là, l'expansion de la culture oléicole se fit d'Est en Ouest et se répandit dans tout le Bassin méditerranéen (**Bec et Robert, 1999**). En Afrique du nord, la culture de l'olivier existait déjà avant l'arrivée des Romains. S'il est toujours l'apanage des pays méditerranéens, l'olivier est également cultivé de nos jours en Algérie du sud, Australie, Japon, dans certaines régions de la Chine et en Argentine (**COI, 2010**).

La culture des oliviers, ainsi que la production et l'utilisation d'huile d'olive ont été des pratiques bien connues et établies dans la région méditerranéenne il y a plus de 7000 années (**Tsagaraki et al., 2004**). L'histoire ne nous renseigne pas sur l'existence de l'utilisation des produits de l'olivier par les habitants de la mer Egée. Néanmoins, il semble possible qu'au moins depuis l'époque néolithique, à savoir depuis 8000 A.J., le fruit oléastre a été occasionnellement cueilli avec d'autres fruits sauvages comestibles pour compléter l'alimentation quotidienne. La palynologie, une science relativement nouvelle qui étudie les grains de pollen, a révélé la présence de pollen d'oléastre vers la fin de l'âge néolithique, environ 3200-3100 A.J. en Kopais, Thessalie et en Crète. Les principes de la culture de l'olivier ont été apparemment découverts et formulés un certain temps plus tard, à un moment donné dans le troisième millénaire A.J, au début de l'âge du bronze.

I.2. Classification

Selon (**Pagnol, 1975**), la position taxonomique de l'olivier est la suivante :

Règne	:	Planta
Embranchement	:	Spermaphytes
Sous Embranchement	:	Angiospermes
Classe	:	Monocotes
Sous Classe	:	Gamopétales

Ordre : Gentianales
Famille : Oléacées
Genre : Olea
Genre-espèce : *Olea europea*

Selon la classification phylogénétique APG III (Dupont et Guignaud, 2009) la position taxonomique de l'olivier est la suivante :

Règne : Végétal
Embranchement : Spermaphytes
Sous Embranchement : Angiospermes
Classe : Eudicots
Sous Classe : Gamopétales
Ordre : Oleal
Famille : Oléacées
Genre : Olea
Genre-espèce : *Olea europea*

Selon (Quezel et Santa, 1963) on peut distinguer deux formes principales de l'olivier :

➤ *Olea europeasylvestris*

C'est l'olivier sauvage, caractérisé par des rameaux longs, des fruits très petits et un aspect buissonnant de l'arbre, l'olivier est appelé en arabe Zeboudj.

➤ *Olea europeasativa*

C'est l'olivier cultivé, inerme, dont les fruits plus gros que ceux du précédent, sont destinés à la consommation, l'arbre est plus gros que celui de l'olivier sauvage.

I.3. Description du végétal

Olea europea est ordinairement un arbre de 3 à 5m, parfois un arbrisseau de 1,5 à 2m (**Bonnier, 1990**). Cet arbre peut atteindre 15 à 20m de haut (**Bec et Rober, 1999**)

Cependant cet arbre (figure 1) à feuilles persistantes appartenant à la famille des Oléacées, est caractérisé par des feuilles opposées. Les fleurs sont en cymes ou grappes plus ou moins ramifiées, à calice et corolle plus ou moins tubuleuses ou nulles. Les étamines sont plus ou moins soudées au tube de la corolle, placées transversalement. L'olivier a deux corolles biovulées. Le fruit est une drupe ou baie (**Quezel et Santa, 1963**).



Figure 1 : Arbre de l'olivier

I.3.1. Système racinaire

Le développement du système racinaire de l'arbre est surtout en fonction des caractéristiques physico-chimiques du sol. L'olivier adaptera son système racinaire à la profondeur du sol, suivant sa texture et sa structure et en fonction de l'eau (**Loussert et Brousse, 1978**).

I.3.2. Le tronc

Élargi à la base, il prend une teinte foncée, presque noire (figure 2). Sur les jeunes arbres, le tronc est circulaire et droit, en vieillissant il donne naissance à des cordes (Bec et Robert, 1999).



Figure 2 : Le tronc d'arbre de l'olivier

I.3.3. Les fleurs

Discrètes, blanches, odorantes, formant des grappes courtes (figure3) et serrées à l'aisselle des feuilles de l'année précédente (Pagnol, 1975).



Figure 3 : Les fleurs de l'olivier

I.3.4. Les feuilles

Opposées, ovales, lancéolées, persistantes elles sont vertes pâles (figure 4) voire grisâtres en dessous (**Bernard, 1997**). Elles brûlent même étant vertes avec une sorte de péttillement (**Pagnol, 1975**).



Figure 4 : Les feuilles de l'olivier

I.3.5. Les fruits

C'est une drupe à épicarpe lisse, à peau coriace, mésocarpe charnue, gorgée d'huile et à endocarpe lignifiée. Les tiges, les feuilles et les jeunes fruits (figure 5) de l'olivier renferment un glucoside trèsamer, l'oleuropéside, qui s'altère au cours de la maturation et disparaît entièrement dans les olives préparées pour la table (**Bernard, 1997**).



Figure 5 : Les fruits de l'olivier

➤ **Composition chimique du fruit**

L'olive fraîche renferme de nombreux constituants, en particulier les lipides qui lui donnent son fort pouvoir énergétique (Loussert et Brousse, 1978).

La composition chimique du fruit d'olive a été reportée par (Maillard, 1975)(tableau 1).

Tableau 1 : Composition chimique du fruit d'olive (Maillard, 1975).

	Lipides % (En poids)	Eau % (En poids)	Glucides % (En poids)	Protides % (En poids)	Cendres % (En poids)
- Pulpe épicarpe	56.4	42.2	9.9	6.8	2.66
- Coque de noyau	5.25	4.2	70.3	15.6	4.16
- Amendons	12.26	6.2	65.6	13.8	2.16

➤ **% en poids**

L'olive est une drupe de forme ovale constituée d'un péricarpe et d'un endocarpe. Elle pèse de 2 à 12 g, bien que certaines variétés puissent peser jusqu'à 20 g. Le péricarpe comprend deux parties : l'épicarpe (la peau) et le mésocarpe (la pulpe) qui représente environ 65-83 % du poids total. L'endocarpe (noyau) représente 13 % à 30 % du poids total. L'épicarpe est couvert de cire et passe du vert clair au noir quand le fruit mûrit. La composition chimique moyenne de l'olive est la suivante (fig. 6) : l'eau, 50 % ; huiles 22 % ; polyphénols 1,5 % ; protéines 1,5 % ; sucres 18 % ; cellulose 5,5 % ; minéraux (cendres) 1,5 %. D'autres constituants importants sont les pectines, les acides organiques, les pigments et les glycosides de phénols.

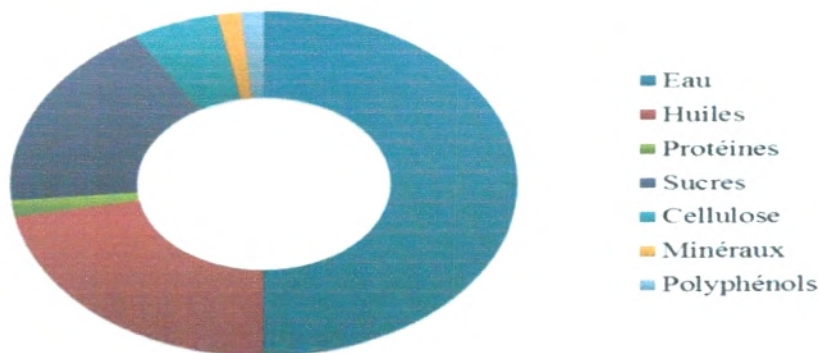


Figure 6 : Composition chimique du fruit d'olive.(Benmlih et Ghanem, 2013).











I.4. Cycle végétatif

Selon (Sans-Cortés et *al.*,2002), l'olivier dépend des conditions climatiques du milieu : il comprend :

- La période du repos hivernal qui s'étend du mois de novembre au mois de février.
- Le réveil printanier : il se situe du mois de mars à avril avec l'apparition de nouvelles pousses terminales et l'éclosion des bourgeons axillaires qui donnent soit des inflorescences, soit de nouvelles pousses.
- La floraison : elle s'étale de mars à juin, puis intervient la pollinisation, la fécondation et l'obtention des fruits dont la scolarisation de l'endocarpe s'effectue en juillet-août.
- La récolte des fruits s'étend de la fin septembre jusqu'au mois de février.

L'olivier passe par plusieurs stades (tableau 2).

Tableau 2 : stades végétatifs de l'olivier.(Lahfas, 2007)

Stade hivernal	Réveil végétatif	Formation des grappes florales	Gonflement des boutons floraux	Différenciation des corolles
				
Début de floraison	Pleine floraison	Chute des pétales	Nouaison	Grossissement des fruits
				

1.5. Exigences de l'olivier

L'olivier demande un climat méditerranéen avec un hiver pluvieux, un printemps court, un été chaud et sec et une période automnale longue (**Charlet, 1975**).

1.5.1. Exigences climatiques

-**Température** : l'olivier peut résister à des températures de l'ordre de (-8°C) et il n'est pas sensible aux températures élevées (+40°C), lorsque son alimentation en eau est assurée d'une manière régulière et suffisante (**Dajoz, 1971**).

-**Pluviométrie** : à moins de 350mm de pluie la culture sans irrigation ne peut être économiquement rentable. En intensif, l'irrigation et permanente (**Duranton et al., 1982**).

-**Hygrométrie** : l'olivier redoute des taux d'humidité de l'air élevés, ce qui interdit sa culture à proximité immédiate de la mer, une humidité excessive et permanente favorise le développement de certains parasites (**Loussert et Brousse, 1978**).

- **Le vent** : leur action mécanique peut provoquer la chute des fruits et le bris des branches, ils ont un effet bénéfique lors de la floraison, ils assurent une bonne fécondation anémophile.

-**L'altitude** : la culture de l'olivier ne dépasse pas 700 à 800 m pour les versants exposés au nord et de 900 à 1000m pour les versants exposés au sud (**Loussert et Brousse, 1978**).

1.5.2. Exigences pédologiques

L'olivier peut pousser et donner de bons rendements sur des terrains variés. Il aime les sols légers, bien drainés, mêmes pauvres en calcaire. Il faut éviter les terrains humides dans lesquels l'eau circule très lentement (**Bec et Robert, 1999**).

Le système racinaire ayant besoin d'un sol aéré non asphyxiant, l'olivier affiche une grande indifférence au niveau du pH du sol (**Bec et Robert, 1999**).

1.6. Variétés de l'olivier

D'après les travaux de **Mendil et al., (2007)**, les variétés cultivées en Algérie sont essentiellement des variétés à huile et dans une moindre mesure, des variétés de table.

I.6.1. Variétés à huile

- **Le chemlal** : variété cultivée essentiellement en grande Kabylie, elle se trouve dans d'autres régions en Algérie. Elle représente 40% des oliviers cultivés, le rendement en huile est de 18 à 22%.
- **La limli** : c'est une bonne variété à huile. Elle est cultivée dans la vallée ouest de la Soummam et en grande Kabylie en association avec le chemlal elle représente 8% du verger oléicole algérien, le rendement de l'huile est de 20 à 24%.
- **Rougette et Blanquette de Guelma** : ces deux types d'huile se trouvent en mélange dans les régions de l'est du pays, avec un rendement de 18 à 22%.
- **L'azeradj** : occupe 10% de la superficie oléicole nationale, se trouve en Kabylie, les fruits sont assez gros 3 à 5g avec un rendement en huile de 24 à 28%.
- **Rougette de Mitidja** : cette variété fréquente dans la plaine Mitidja et sur les piedmonts de l'Atlas, à faible altitude. Le rendement est de 18 à 20%.

I.6.2. Variétés d'olives de table

- **la sigoise** : Variété de l'ouest algérien, appelé également olive de Tlemcen, on la trouve aussi à Rélizane et Mascara, elle représente 20% des variétés en Algérie, ses fruits sont de taille moyenne de 3 à 3,5g, elle est également appréciée pour la production d'huile (**Loussert et Brousse, 1978**).

- **La sévillane** : Originaires d'Espagne, cette variété est caractérisée par de très gros fruits, elle se trouve principalement dans les plaines sublittorales oranaises, elle est utilisée pour la production d'olives de table vertes.

Les variétés localisées au sud-est du pays (région de Khenchela considérée comme région semi-aride) ont une résistance élevée à la sécheresse et produisent des quantités importantes d'olives, avec une teneur en huile supérieure à la plus dominante à savoir chemlal.

I.7. Répartition de l'olivier

I.7.1. L'oléiculture dans le monde

Le nombre d'oliviers à l'échelle mondiale est évalué à 900 millions (**C.O.I, 2006/2007**) mais le bassin méditerranéen est resté sa terre de prédilection, avec près de 95% des oliveraies mondiales (tableau 3).

Tableau 3 : L'olivier dans le monde (C.O.I, 2006/2007)

Surface totale plantée	9.5 millions hectares
Arbres en production	900 millions
Olives récoltées	14 millions tonnes
Huile d'olive produite	2.8 millions tonnes
Olives de table produite	1.8 millions tonnes

La production mondiale a atteint un pic historique de 3 377 500 t en 2011/12, la production moyenne d'huile d'olive dans l'UE au cours des dernières campagnes s'élève à 2,2 millions t et représente environ 73 % de la production mondiale. L'Espagne, l'Italie et la Grèce représentent environ 97 % de la production d'huile d'olive de l'UE dont environ 62 % pour l'Espagne (figure 7).

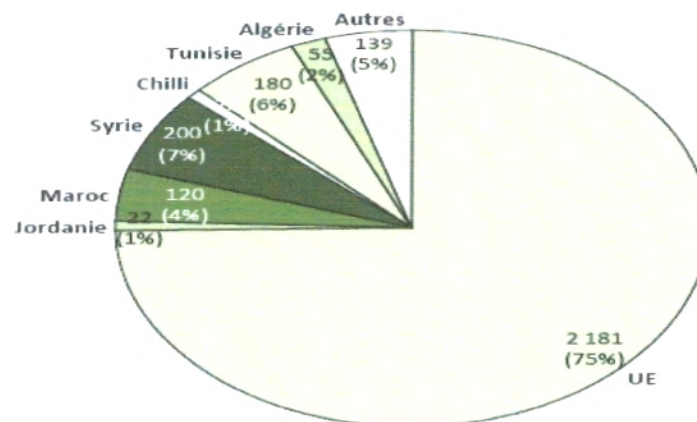


Figure 7 : Production d'huile d'olive par pays (Ministère de l'Agriculture, 2013).

L'huile d'olive a une place modérée mais en croissance dans la consommation des huiles végétales, au niveau mondial, la consommation de l'huile d'olive (figure 8) ne représente qu'une faible proportion des quantités d'huiles végétales (2%). (C.O.I, 2006/2007).

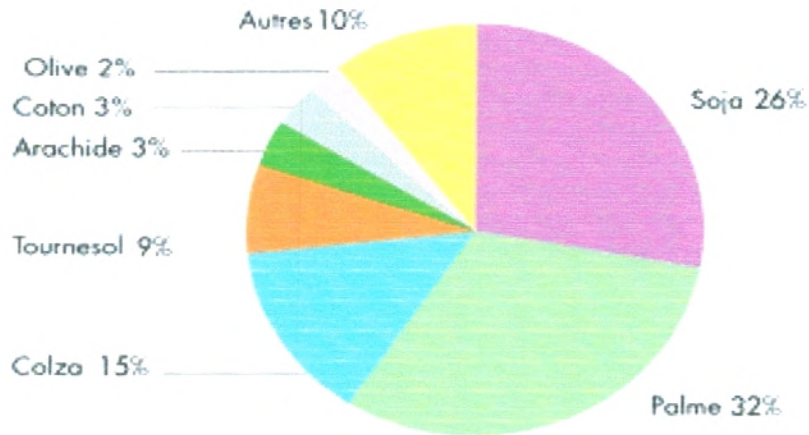


Figure 8 : Consommation mondiale d’huiles végétales(Afidol, 2002)

Sur le plan international, la production mondiale a doublé en l’espace de 15 ans. Elle est passée d’à peu près 1,5 million de tonnes dans les années 90 à trois millions aujourd’hui. Durant les cinq dernières années, le marché international a vu l’arrivée de nouveaux pays dans le secteur. (Veille économique-Secteur oléicole, 2013)

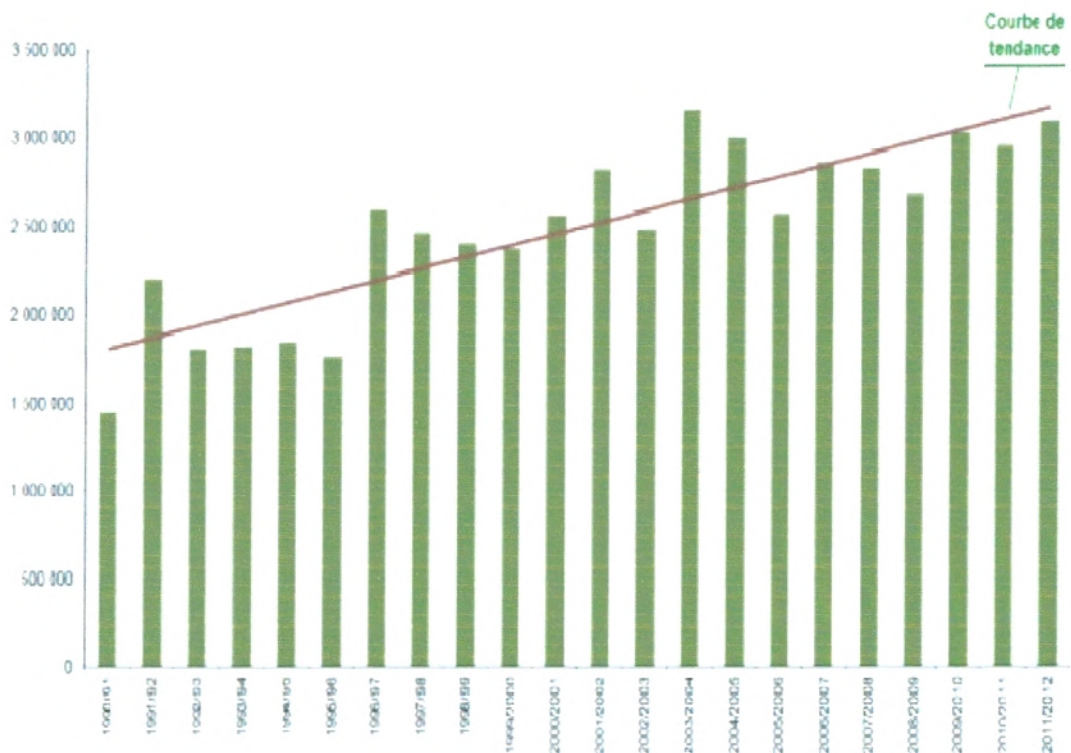


Figure9 : L’évolution de la production mondiale de l’huile d’olive entre les années 1990 et 2012. (Ministère de l’Agriculture, 2013).

I.7.2. L'oléiculture en Algérie

L'Algérie fait partie des principaux pays méditerranéens dont le climat est des plus propices à la culture de l'olivier. Elle se positionne après l'Espagne, l'Italie, la Grèce et la Tunisie qui sont par ordre d'importance, les plus gros producteurs d'huile d'olive (**Tsagariki et al., 2007**).

Le patrimoine oléicole algérien est estimé à 32 millions d'oliviers, ce qui représente 4,26% du patrimoine mondial. La production annuelle en huile a atteint 35.000 tonnes et celle de l'olive de table 80.000 tonnes.

Comparée à celle de la Tunisie, la production de l'Algérie en huile d'olive ne représente qu'un tiers. La Tunisie produit environ 110 000 tonnes dont elle exporte 30% essentiellement en Europe et 70% est réservée à la consommation locale (**Bensemmane, 2009**).

➤ A Tlemcen

L'oléiculture à Tlemcen représente 36% de l'arboriculture totale au niveau de la wilaya ce qui correspond à une superficie de 3,274 ha (**Benaissa, 1987 et Briki, 1993**). Elle est pratiquement présente à travers tout le territoire de la wilaya, mais avec des densités variables. Elle est essentiellement concentrée à maghnia, Sebra et Amieur ayant une superficie supérieure à 200 ha. Elle est aussi bien présente à Ain-youcef, Ben Sekran, Beni Mester et Ouled Mimoun. Dans ces localités, les oliviers occupent une superficie de 150 à 200 ha. Dans les autres endroits, les superficies sont réduites entre 100 et 150 ha, voire près de 50 ha surtout au sud de la wilaya soit dans les hautes plaines steppiques (**Mohammedi, 2004**).

II. Procédés de fabrication de l'huile d'olive

L'huile d'olive est obtenue par trituration des péricarpes des fruits et pas de leurs graines, dans un moulin à huile spécifique. La teneur en huile varie en fonction du terroir, de la variété (cultivar), du stade de maturité à la récolte et des pratiques agronomiques locales. Durant ces dernières années, ce processus général de trituration des olives a connu des développements technologiques qui tendent vers la mécanisation complète du processus, l'augmentation de la capacité de travail et la

spécialisation du processus d'extraction dans le souci de réduire les coûts, mais aussi d'améliorer la qualité de l'huile (Ben Sassi et al., 2006).

II.1. Procédés d'extraction de l'huile d'olive

L'objectif idéal de toute méthode d'extraction consiste à produire la plus grande quantité d'huile possible sans altération de sa qualité d'origine. Toutefois, si la qualité ne doit pas être modifiée, il est nécessaire d'utiliser uniquement des méthodes mécaniques ou physiques pour extraire l'huile, en évitant les réactions chimiques et enzymatiques qui pourraient changer sa composition naturelle.

➤ **Nettoyage des fruits**

Le nettoyage comporte deux opérations : l'effeuillage et le lavage. Les défoliateurs aspirent les feuilles, les brindilles et les saletés à travers un flux d'air puissant généré par un ventilateur d'extraction. Après quoi, les olives sont lavées par un courant d'eau.

➤ **Broyage**

Cette opération est destinée à broyer les cellules de l'olive et à libérer les gouttelettes d'huile contenues dans la vacuole. Du point de vue pratique, il est impossible de broyer toutes les cellules, et par conséquent, d'extraire toute l'huile qu'elles contiennent. D'autre part, les gouttelettes sont entourées d'une pseudo-membrane amphotère qui tend à maintenir l'huile dans un état d'émulsion, dont la stabilité dépend de la taille des gouttelettes : plus elles sont petites, plus elles sont stables. En outre, une petite quantité d'huile reste pris dans le système colloïdal formé par les pectines dans la pâte.

➤ **Malaxage**

L'huile doit être extraite par des moyens mécaniques et doit être libérée à partir des tissus de telle sorte que les gouttelettes peuvent fusionner en gouttes plus grosses jusqu'à ce qu'elles forment ce qu'on appelle les «poches». Le malaxage est fondamental pour augmenter le rendement de l'extraction. Il est conçu pour renforcer l'effet d'écrasement et d'uniformiser la pâte. Son premier objectif est de briser l'émulsion huile/eau de sorte que les gouttelettes d'huile se rassemblent pour former

des gouttes plus grosses. (Di-Giovacchino, 1989, 1996) a étudié le pourcentage de taille des gouttes d'huile dans la pâte broyée. Après broyage, seulement 45 % des gouttes ont présenté un diamètre de plus de 30 microns, qui est la taille minimale pour la séparation de l'huile en système continu, alors que ce pourcentage s'élève à 80 % après malaxage, avec une augmentation concomitante du nombre de gouttes de grand diamètre (figures 10 et 11).

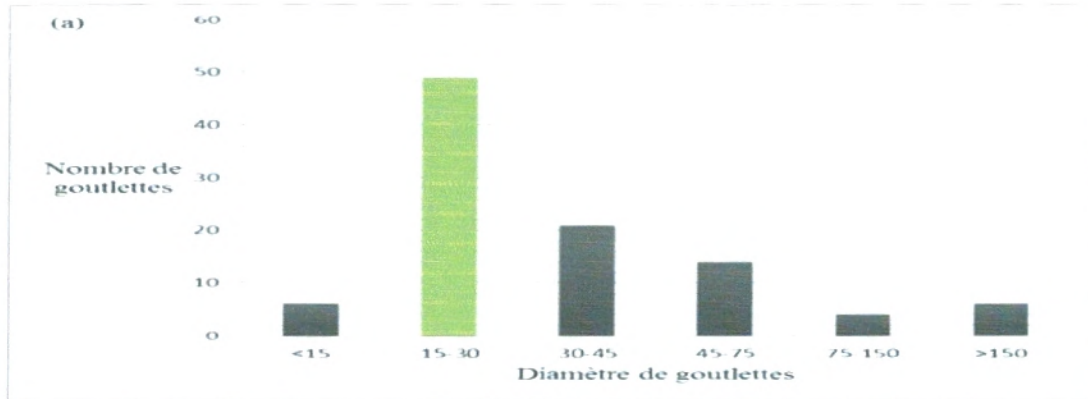


Figure 10. Pourcentages des tailles des gouttes d'huile dans la pâte, après broyage. (Di Giovacchino *et al.*, 2002).

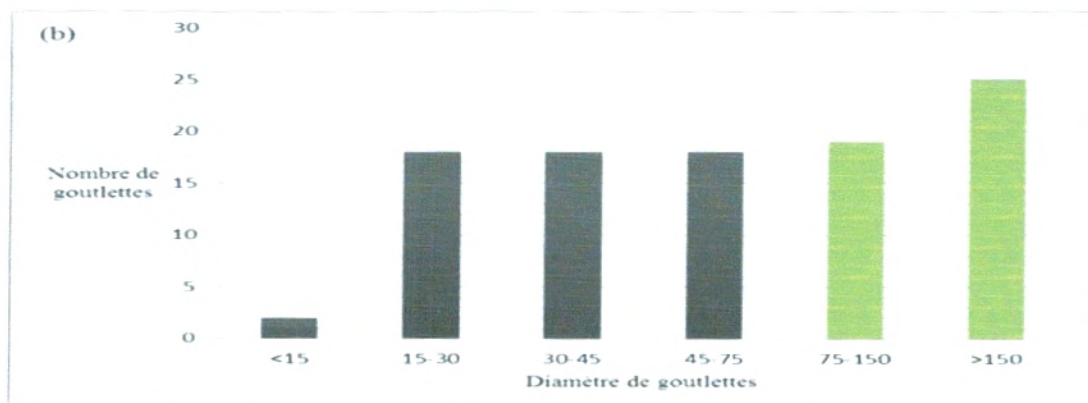


Figure 11. Pourcentages des tailles des gouttes d'huile dans la pâte, après malaxage. (Di Giovacchino *et al.*, 2002).

➤ Extraction

L'extraction de l'huile d'olive à l'aide des procédés mécaniques présuppose sa libération des tissus végétaux la contenant, afin de permettre la réunion des gouttelettes en des gouttes plus grosses jusqu'à la formation d'une phase liquide continue, dans le souci d'augmenter autant que possible la qualité d'huile libre,

susceptible d'être extraite mécaniquement, les opérations décrites ci-après (figure 9) sont effectuées à l'huilerie afin de conserver la qualité de l'huile et de faciliter la sortie pendant l'opération de séparation solide/liquide réalisée à l'aide des différents systèmes d'extraction (C.O.I, 1980) et ceci parphénomène de partition (Kiritsakis,1998 ; AFECG,1999 ; Bianchi,1999).

- **Processus en système discontinu**

C'est un ancien procédé, il se base sur la trituration des olives qui sont acheminées à l'aide d'une vis sans fin dans un broyeur à meule ou elles sont broyées en fines particules. Le broyat passe ensuite dans un malaxeur pourvu d'un système de dosage, stratification qui permet de distribuer directement la pâte malaxée sur les scoutins devant être ensuite empilée pour former la charge allant aux presses hydrauliques. Le passage s'effectue en 4 vitesses pour atteindre une pression de 400kg/cm^3 (Kiritsakis, 1998 ; AFECG, 1999).

On obtient à la fin de l'opération une phase solide (le grignon) et la phase liquide qui filtre à travers les mailles des scoutins (huile+margine) qui s'achemine dans un bac de stockage ou elle sera pompée aux séparateurs centrifuges pour l'élimination des margines de l'huile. L'huile sera acheminée dans des citernes métalliques pour sa décantation pendant une durée minimum de 2 mois.

Le rendement de l'huile d'olive se situe en moyenne de 12 à 15%.(Kiritsakis, 1998 ; AFECG, 1999).

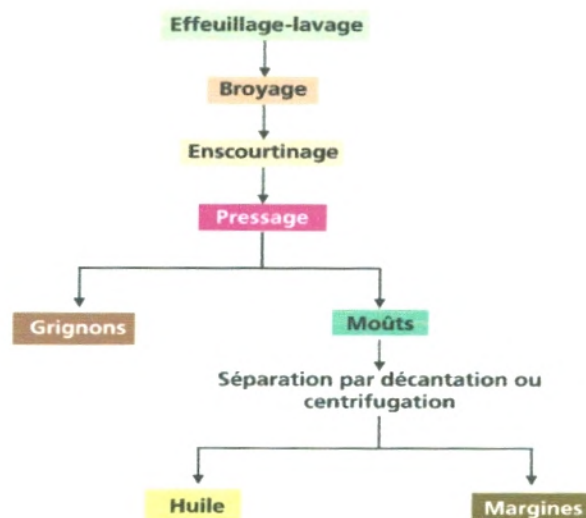


Figure 12 : système discontinu d'extraction par presse.(Hammadi, 2006).

- **Processus en système continu**

Ce processus est le suivant :

Le broyage a pour but de faire éclater les olives et les noyaux afin de libérer les gouttelettes d'huile. Les broyeurs sont de plusieurs type ; les broyeurs à dents de métal, les broyeurs à marteaux, les broyeurs à tambours, les broyeurs à chambre excentrée (Kiritsakis, 1998).

Les principaux avantages des ces broyeurs modernes sont leur coût plus faible (AFECG, 1999).

Le malaxage a pour but de favoriser la séparation des trois phases : solide, aqueuse et huileuse au sein de la pâte d'olive. Les gouttelettes d'huile réunies en gouttes de plus en plus grosses et les émulsions sont cassées par ce phénomène. Cependant, une augmentation de la température, tout comme un malaxage prolongé, est préjudiciable à la qualité finale de l'huile d'olive (Kiritsakis, 1998; AFECG, 1999).

Puis la séparation des phases entre la partie fluide, les grignons et la partie aqueuse liquide-solide et liquide-liquide.

Le stockage se fait préférentiellement dans des cuves en inox (Charbonnier, 1985) afin d'éviter les oxydations (Morales et Tsimidou, 2000) et sur une durée de deux ans suivant son extraction (Charbonnier, 1985).

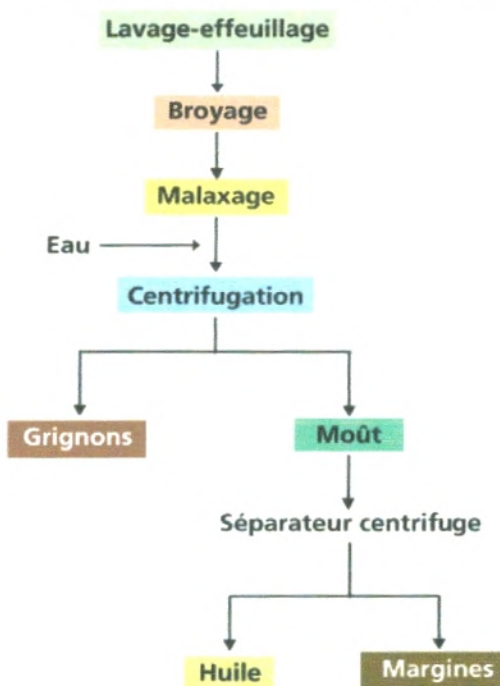


Figure 14: Système continue d'extraction avec centrifugation à 3 phases.

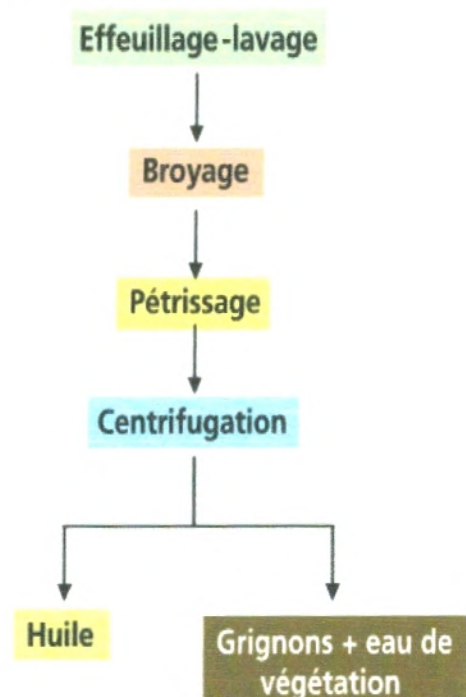


Figure13 : Système continue d'extraction avec centrifugation à 2 phases. (Hammadi, 2006).

- **Séparation de la phase liquide et solide :**

Le broyage et le malaxage aboutissent à la formation d'une pâte qui contient de la matière solide et des fluides. La matière solide appelée grignon est constituée de débris de noyaux, d'épiderme, de parois cellulaires...etc., alors que la partie fluide est composée d'huile et d'eau de végétation appelée margine. La séparation des grignons du mélange huile/eaux de végétation fait appel à des systèmes de pression, de centrifugation et de percolation (Caputo et al., 2003).

II.2. Conditions de stockage de l'huile d'olive

L'huile d'olive peut être stockée pendant plusieurs mois. Durant son stockage, l'huile d'olive peut subir des changements organoleptiques caractérisés par l'augmentation de l'acidité (due à l'action des lipases) et le développement des réactions de rancissement. Pour cela, un ensemble de précautions doivent être mis en place pour le stockage de l'huile d'olive .

- Réservoirs ou tambours pour le stockage devraient être construits en matière inerte et imperméable à l'huile.

- L'huile doit être abritée de l'air, de la lumière, et de la fluctuation de la température.

- l'huile doit être stockée à une température entre 12- 18 °C, évitant à la fois le chauffage et le gel. Sinon, l'huile devient blanchâtre, relativement solide, avec un dépôt formé par la cristallisation partielle des triglycérides et des acides gras saturés au cours de l'hiver (à une température inférieure à 10 °C). Les températures supérieures à 22-25 °C doivent également être évitées car elles accélèrent les modifications biochimiques et les phénomènes d'oxydation qui peuvent conduire au rancissement de l'huile d'olive (Sacchi, 2007).

II.3. Les sous produits oléicoles

Dans l'industrie oléicole les deux principaux sous produit sont : les grignons d'olives bruts et l'eau de végétation les margines.

➤ Grignons d'olives

Ce sont des résidus solides restants après les opérations de la pression de l'huile vierge (Baladwin, 1986). Le grignon d'olive peut avoir deux origines : peut être simplement pressé, on obtient alors du grignon vierge, ou traité par différents solvants

pour en extraire une grande proportion d'huile, dans ce cas, le résidu est appelé le grignon épuisé (Loussert et Brousse, 1978).

➤ **Eaux de végétation ou margines**

C'est le résidu liquide aqueux brun qui s'est séparé de l'huile par centrifugation ou sédimentation après le pressage (Loussert et Brousse, 1978).

II.4. Classification des huiles d'olives

Selon la définition du **conseil Oléicole international** on distingue plusieurs catégories d'huiles d'olive

II.4.1. Huile d'olive vierge

II.4.1.1 Huile d'olive vierge propre à la consommation

➤ **Huile d'olive vierge extra**

Acidité oléique inférieure ou égale à 1% et/ou note au test organoleptique supérieure ou égale à 6,5.

➤ **Huile d'olive vierge (fine)**

Acidité oléique inférieure ou égale à 2% et/ou note au test organoleptique supérieur ou égale à 5,5%.

➤ **Huile d'olive vierge courante**

Acidité oléique inférieure ou égale à 3.3% et/ou note au test organoleptique supérieur ou égale à 3.5.

II.4.1.2. Huile d'olive vierge lampante

Acidité oléique supérieur à 3.3% et/ ou note au test organoleptique inférieur à 3,5.

II.4.2. Huile d'olive raffinée

Huile obtenue à partir d'huile d'olive vierge par des méthodes de raffinage qui n'altèrent pas la structure de l'huile.

II.4.3. Huile d'olive

Mélange d'huile raffinée et d'huile vierge pour la consommation.

II.4.4. Huile de grignons d'olives

Huile obtenue par mélange des huiles raffinées

II.4.4.1. Huile de grignons d'olives brute

Huile obtenue à partir des grignons à des fins de consommation.

II.4.4.2. Huile de grignons d'olives raffinée

Huile obtenue par extraction de l'huile brute sans altérer la structure de l'huile.

III. Composition générale de l'huile d'olive

La composition chimique de l'huile d'olive contient des éléments majeurs et mineurs (figure15).

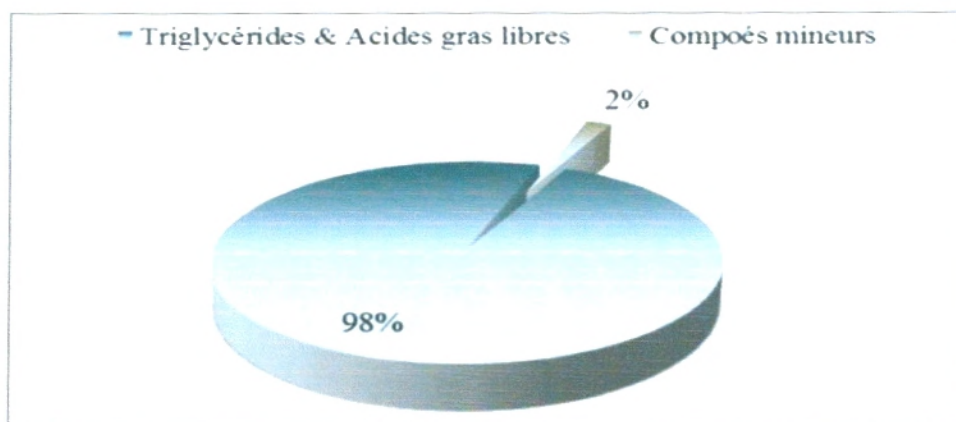


Figure 15: La composition chimique de l'huile d'olive.

III.1. Les polyphénols

Ce sont des dérivés non azotés dont le ou les cycles aromatiques sont issus de deux grandes voies métaboliques : la voie du shikimate et celle de l'acétate (**Bruneton, 1999**).

Les polyphénols constituent une famille de molécules organiques largement présente dans le règne végétal. Ils sont caractérisés comme son nom l'indique, par la présence de plusieurs groupements phénoliques associés en structure plus ou moins complexes

généralement de haut poids moléculaire. Ces composés sont les produits du métabolisme secondaire des plantes.

Si les acides gras représentent la très grande majorité la composition d'une huile d'olive en terme de masse avec une richesse en acide oléique (**Dabbou et al., 2010**), les composés mineurs tels que les composés phénoliques jouent un rôle très important dans la caractérisation des huiles et pour leur intérêt nutritionnels reconnus (**Visioli et Galli, 1998 ; Brenes et al., 2002**)

Il existe de nombreuses classes différentes de ces composés, les plus représentative being: simple phenols, phenolic acids, phenolic alcohols, hydroxyisochroman, sécoïridoïdes, les lignanes et les flavonoïdes Le niveau et la composition de la fraction phénolique est un paramètre très important dans l'évation de la qualité d'huile d'olive car phénols sont principalement responsable pour la résistance à l'oxydation de l'huile d'olive ainsi que pour son goût. (**Capriotti, 2014**).

Les composés phénoliques sont au centre de nombreuses études. Aujourd'hui le consommateur tend à rejeter tous les additifs alimentaires y compris les antioxydants synthétiques qui sont suspects d'effets toxiques, sensibilisant allergènes et cancérogènes (**Farag et al., 2003**). Néanmoins, il a une préférence pour tout ce qui est naturel (**Bianco et Uccella, 2000**). De ce fait, l'industrie agroalimentaire développe l'utilisation des antioxydants naturels et surtout leur incorporation dans les huiles (**Mompon, 1998**).

III.1.1. Polyphénols des huiles d'olives :

Considérés comme des antioxydants naturels, les polyphénols sont utilisés en agroalimentaire (**Visioli, 1999**), particulièrement pour retarder la détérioration oxydative des huiles végétales raffinées sensibles à l'oxydation augmentant ainsi leur résistance à l'autooxydation (**Richard, 1992 ; Van Aardt et al., 2004**). Ils agissent en tant que protecteurs de sa qualité (**Gutiérrez-Rosales et al., 2003**). Leur répartition dans les huiles est en étroite relation avec les conditions climatiques (**Gomez et al., 2009**), la variété génétique des olives, du degré de maturité des olives (la teneur baisse avec la sur-maturation des olives), de la qualité du sol, de l'irrigation et du stress de l'eau (**Ramos et Santos, 2010**), du procédé d'extraction utilisé pour séparer la phase huileuse de la phase aqueuse, des conditions de conservation de l'huile

(Pafundo et al., 2010), et le système d'extraction de l'huilerie (Fiorentino et al., 2003 ; Ollivier et al., 2004).

Les huiles d'olives vierges sont riches en composés phénoliques appartenant à diverses familles : les phénols et les hydroxyphénols, acides et alcoolsphénoliques, les sécoïridoïdes, les lignanes telles que le pinorésinols, l'acétoxypinorésinol (Brenes et al., 2000 ; Yang et al., 2007), et les flavonoïdes tel que l'apigénine et la lutéoline (Ryan et al., 2003 ; Murkovic et al., 2004 ; Ocakoglu et al., 2009).

Certains composés phénoliques confèrent aux huiles vierges une saveur amère (Shasha et Leibowitz, 1961 ; Soler et al., 2000 ; Andrews et al., 2003), et une sensation de piquant. L'oléuropéine et le ligstroside sont les sécoïridoïdes majoritaire de l'olive (Amiot et al., 1989). Leur aglycone, lipophile, sont présents dans l'huile d'olive. Au cours de la maturation du fruit, les glucosides sont hydrolysés pour donner des aglycones qui confèrent également lors de la trituration des olives et entraînent la formation de composés qui contribuent aux arômes et à la saveur de l'huile (Soler et al., 2000).

En général, les huiles d'olives « fruité verts » obtiennent les notes les plus fortes en dégustation car elles ont des fruités plus intenses et des arômes plus complexes que les huiles « fruité mûrs » et « fruité noirs ». Ces caractéristiques sont dues à leur forte teneur en composés phénoliques, aldéhydes, alcools, alcènes (Ollivier et al., 2004).

En fait, les polyphénols ont une forte activité bactéricide sur des bactéries du sol comme *Bacillus megaterium* (DellaGreca et al., 2001). De même, les polyphénols sont phytotoxiques, ils inhibent les cycles biologiques du sol et y induisent des changements microbiologiques et physico-chimiques ; d'ailleurs ils ont inhibé la germination des tomates et des courges (DellaGreca et al., 2001). Leur effet toxique est certain sur les organismes aquatiques (algues, rotifères et crustacés) ; cependant, les composés les plus nuisibles sont le catéchol et l'hydroxytyrosol (Fiorentino et al., 2003).

L'huile d'olive riche en polyphénols, son effet contre le vieillissement Hydroxytyrosol, puissant composé phénolique de l'huile d'olive, augmente la production de mitochondries. Le nombre élevé de mitochondries dans la cellule est un indicateur de la jeunesse du corps et de la bonne santé.

Le vieillissement est un processus physiologique complexe par lequel les fonctions de plusieurs organes du système se détériorent (**Sung et al., 2005**). Plusieurs auteurs ont montré que les changements et les dommages liés à l'âge sont directement reliés au stress oxydatif et aux réactions inflammatoires déclenchées par les radicaux libres qui sont des espèces chimiques hautement réactives (**Sung et al., 2005**). Ces dommages sont plus remarquables au niveau des mitochondries, organites omniprésents dans les cellules, siège de réactions d'oxydoréduction produisant de l'énergie en convertissant les éléments nutritifs dans l'adénosine triphosphate (ATP), molécules qui sont utilisées pour le fonctionnement normal et l'entretien des cellules. Les mitochondries sont également impliquées dans la régulation de la survie cellulaire. Récemment, il a été suggéré que la perte de la fonction mitochondriale non seulement contribue à des maladies, mais joue également un rôle important dans le processus de vieillissement (**Raederstorff et al., 2010**). Une diminution du nombre des mitochondries dans certains organes et une altération de la chaîne respiratoire mitochondriale est souvent associée au processus de vieillissement et est considéré comme un facteur majeur du vieillissement (**Hao et al., 2010**). Des sujets sains âgés de 65 à 75 année présentent des signes de modification des propriétés de mitochondries caractérisés par une perte de l'activité enzymatique oxydative mitochondriale et le contenu des tissus (**Raederstorff et al., 2010**). En outre, les tissus provenant d'animaux âgés montrent des changements dans la structure mitochondriale associée à une faible production d'énergie. Ainsi, le vieillissement est associé à une biogenèse mitochondriale réduite et une accumulation de dommages mitochondriaux.

A l'heure actuelle, les polyphénols capturent l'intérêt des chercheurs afin de trouver de nouvelles matières premières abondamment disponibles (**Brenes et al., 2002 ; Saitta et al., 2009**) ayant un potentiel en matière de prévention de la santé humaine notamment le groupe des polyphénols (**Vierhuis et al., 2001 ; Garcia et al., 2010**).

Le tableau suivant (tableau 4) représente Les composés phénoliques dans l'huile d'olive vierge.

Tableau 4 : Les composés phénoliques dans l'huile d'olive vierge (Bendini et al., 2007).

Composé	Substituants (PM)	Structure	
Acide benzoïque et ces dérivés			
Acide 3-Hydroxy-benzoïque	3-OH (138)		
Acide p-Hydroxy-benzoïque	4-OH (138)		
3,4-Dihydroxy-benzoïque	3,4-OH (154)		
Acide gentisique	2,5-OH (154)		
Acide vanillique	3-OCH3, 4-OH (168)		
Acide gallique	3,4,5-OH (170)		
Acide syringique	3,5-OCH3, 4-OH (198)		
Acide cinnamique et ces dérivés			
acide o-Coumarique	2-OH (164)		
acide p-Coumarique	4-OH (164)		
Acide Caféique	3,4-OH (180)		
Acide Férulique	3-OCH3, 4-OH (194)		
Acide Sinapique	3,5-OCH3, 4-OH (224)		
Alcools phénoliques			
Tyrosol [(p-hydroxyphényle) éthanol] ou p-HPEA	4-OH (138)		
Hydroxytyrosol [(3,4-dihydroxyphényle) éthanol] or 3,4-DHPEA	3,4-OH (154)		
Autres acides phénoliques et leurs dérivés			
acide p-Hydroxyphényle-acétique	4-OH (152)		
acide 3,4-Dihydroxyphényle-acétique	3,4-OH (168)		
acide 4-Hydroxy-3-méthoxyphénylacétique	3-OCH3, 4-OH (182)		
acide 3-(3,4-Dihydroxyphényle) propénoïque	(182)		
Formes dialdéhyde de sécoiridoïdes			
Forme décarboxyméthyle d'aglycone d'oleuropéine (3,4-DHPEA-EDA)	R1-OH (304)		
Forme décarboxyméthyle d'aglycone de ligstroside (p-HPEA-EDA)	R1-H (320)		
Sécoiridoïdes aglycones			
Oleuropéine aglycone ou 3,4-DHPEA-EA	R1-OH (378)		
Ligstroside aglycone ou p-HPEA-EA F	R1-H (362)		
Forme aldéhydique de l'oleuropéine aglycone	R1-OH (378)		
Forme aldéhydique de ligstroside aglycone	R1-H (362)		
Flavonols			
(+)-Taxifoline	(304)		
Flavones			
Apigénine	R1-OH, R2-H (270)		
Lutéoline	R1-OH, R2-OH (286)		
Les lignanes			
(+)-Pinorésinol	R-H (358)		
(+)-1-Acétoxypinorésinol	R-OCOCH3 (416)		
(+)-1-Hydroxypinorésinol	R-OH (374)		
Hydroxyisochromanes			
1-Phényl-6,7-dihydroxyisochromane R	R1, R2-OH, R-H (242)		
1-(3'-Methoxy-4'-hydroxy)phényle 6,7-dihydroxyisochromane	R1-OH, R2-OCH3 (288)		

III.2. Acides gras, triacylglycérols, et glycérides partiels

Les acides gras présents dans l'huile d'olive sont: l'acide palmitique (C16 : 0), l'acide palmitoléique (C16 : 1), l'acide stéarique (C18 : 0), l'acide oléique (C18 : 1)(figure 16-1), l'acide linoléique (C18 : 2)(figure 16-2), l'acide linoléique (C18 : 3), l'acide myristique(C14 : 0). Les acides heptadécanoïque et eicosanoïque se trouvent en quantités infimes (tableau 5). (Scano et al., 1999), ont détecté des traces d'acides 11-cis-vaccénique et éicosénoïque en analysant une fraction de l'huile d'olive par RMN-¹³C (Résonance Magnétique Nucléaire).

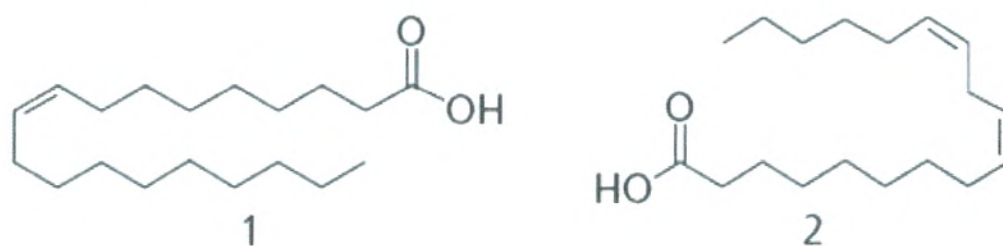


Figure 16 :Structure des acides gras majeurs de l'huile d'olive, (1) acide oléique, (2) acide linoléique (Amanda et al., 2010).

La teneur en acides gras de l'huile d'olive varie en fonction de la zone de production, la latitude, le climat, la variété et le stade de maturation du fruit. (Baccouri et al. 2008) ont prouvé que le ratio acide oléique/acide linoléique montre une tendance à baisser avec la maturité des olives. En outre, les huiles grecques, italiennes et espagnoles sont pauvres en acides linoléique et palmitique. De plus, elles présentent un pourcentage élevé en acide oléique. Les huiles marocaines et tunisiennes sont riches en acides linoléique et palmitique et plus faibles en acide oléique. Sur la base de l'analyse des échantillons provenant de divers pays, les huiles d'olive peuvent être classées en deux types :

- huile avec une faible teneur en acides linoléique et palmitique et riche en acide oléique,
- huile avec une teneur élevée en acide linoléique et palmitique avec une faible teneur en acide oléique.

La composition en acides gras de l'huile dépend de la maturité de l'olive triturée. (Ninni, 1999), a signalé que l'acide oléique se forme en premier dans le fruit et qu'il

existe une forte relation antagoniste entre les acides oléique, palmitique, palmitoléique et l'acide linoléique.

Tableau 5 : Composition en acides gras d'une huile d'olive selon la norme du *codex alimentarius* (2003).

Acide gras	Codex alimentarius (%)
Acide myristique C14 : 0	<0,1
Acide palmitique C16 : 0	7,5-20
Acide sapiénique C16 : 1n-9	0,3-3,5
Acide palmitoléique C16 : 1n-7	0,3-3,5
Acide margarique C17 : 0	<0,5
Acide margaroléique C17 : 1n-8	<0,6
Acide stéarique C18 : 0	0,5-5
Acide oléique C18 : 1n-9	55-83
Acide vaccénique C18 : 1n-7	-
Acide linoléique C18 : 2n-6	3,5-21
Acide α -linoléique C18 : 3n-3	<1,5
Acide arachidonique C20 : 0	<0,8
Acide gadoléique C20 : 1n-9	-
Acide béhénique C22 : 0	<0,2
Acide lignocérique C24 : 0	<1

III.3. Huile d'olive et tocophérols

L'alpha tocophérol représente à lui seul 90% de la totalité des tocophérols (Sherwin, 1976), mais on trouve également un peu de β et γ -tocophérols, alors que le δ -tocophérol n'est présent qu'à l'état de traces (Psomiadou et al., 2000). La teneur en tocophérols dans l'huiles d'olives est très variable puisqu'elle a été reporté dans une gamme allant de quelques mg à 450 mg/kg d'huile (Gutierrez et al., 1999 ; Boskou et al., 2006).

III.4. Les composés aromatiques

L'odeur de l'huile d'olive est due à la capacité de certaines de ces molécules volatiles à atteindre les récepteurs olfactifs du nez (**Angerosa, 2002**). Ces composés volatiles sont majoritairement des produits de l'oxydation des acides gras. 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. A l'inverse, les produits d'oxydation chimique ou dus à des enzymes exogènes (activité microbiologique) seront généralement associés à des défauts sensoriels (**venkateshwarlu et al., 2004**).

La fraction volatile des huiles d'olives, contient plus de 70 molécules. Elles sont réparties en aldéhydes, alcool, ester, hydrocarbures et cétones. La majorité des composés a 5 ou 6 atomes de carbone et parmi eux on trouve l'hexanal, le trans-2-hexanal, l'hexane-1-ol et le 3-méthylbutan-1-ol (**Aparicio et al., 1997 ; Kiritsakis et al., 1998 ; Angerosa, 2002 ; Haddada et al., 2007 ; Vichi et al., Kandyliis et al., 2011**). Aucune de ces molécules ne peut être à elle seule responsable d'un arôme caractéristique d'une huile, cependant des corrélations positives ou négatives ont été observées entre concentration de certaines molécules et développement de certains attributs de l'huile.

Ainsi le 1-penten-3-one est positivement corrélé à la sensation d'amer alors que le 2-hexanal, le 3-hexan-1-ol et l'hexanal sont corrélés de façon négative avec l'amertume (**Angerosa et al., 2000**).

IV. Les margines

La production totale de cet effluent liquide, relatif à l'industrie oléicole, excède les 30 millions m³ par an (**Lesage-Meessenet al., 2001**). Le pressage de 1 kg d'olive engendre en moyenne 0,5-1 L de margines avec les modes de production modernes (**Léger, 1999**).

L'industrie oléicole présente l'inconvénient de générer d'énormes quantités de margines dont la fraction organique complexe et la demande chimique élevée en oxygène (DCO) les rendent un déchet industriel gravement polluant (**Fiorentino et al., 2003**).

Le rejet des effluents liquides (margines) des huileries d'olives constitue jusqu'à présent un redoutable souci écologique dans la région méditerranéenne (**Lesage-Meessenet *al.*, 2001**). Les usines dotées d'équipements modernes produisent de grandes quantités de margines (6-7 millions tonnes/an d'après (**Ranalliet *al.*, 2003**) pouvant atteindre 80-110% du lot initial d'olives, tandis qu'avec des dispositifs traditionnels, la production de margines est de 50% (**Mulinacciet *al.*, 2001**). Vu ces volumes excessifs de margines rejetés dans la nature, le traitement s'avère indispensable afin de réduire l'impact environnemental (**Bressan *et al.*, 2004**).

En effet, le rejet des margines reste jusqu'à présent un problème écologique prépondérant ainsi qu'un redoutable souci pour les pays producteurs d'huile d'olive où de larges volumes sont produits dans des intervalles de temps très brefs s'étendant de Novembre jusqu'à Avril (**Fiorentino *et al.*, 2003**).

La problématique posée par les margines réside principalement dans leur teneur élevée en polyphénols de 18- 125 mg/g (**Gamel et Kiritsakis, 1999**) dépassant même dix fois plus celle de la phase huileuse (**Léger, 1999**). D'une part, ces composés difficilement biodégradables empêchent les cycles biologiques du sol et souillent les eaux naturelles (**Belaid *et al.*, 2002**) ; d'autre part, ils attribuent une valeur précieuse à ce sous-produit rejetable qui est responsable de sérieux dégâts environnementaux (**Ranalliet *al.*, 2003**).

Les margines sont rejetées le plus souvent dans des récepteurs naturels, des cours d'eau, sans aucun contrôle préalable et nuisent fortement à leur qualité. La coloration des eaux naturelles due aux tanins est l'un des effets les plus visibles de la pollution. De plus, la teneur élevée en sucres réducteurs provoque la prolifération des micro-organismes qui y profitent comme substrat, ceci diminue la disponibilité de l'oxygène pour d'autres organismes vivants et entraîne un déséquilibre de l'écosystème aquatique, de même que l'accumulation du phosphore provoque l'eutrophisation des eaux et favorise la multiplication de pathogènes (**Lacomelli, 2000**).

IV.1. Composition et caractéristiques physico-chimique de la margine

La composition chimique des margines est assez variable. Elle dépend de nombreux facteurs tels que la variété et la maturité des olives, les conditions édaphiques (les caractéristiques du sol) et climatiques, la méthode de culture et en particulier le mode d'extraction de l'huile (**Paraskeva et Diamadopoulon s, 2006**). Les margines ont une couleur brune à brune-rougeâtre, d'aspect trouble. Ces effluents ont une forte charge saline (des sels de potassium (17, 10 g/l) et des phosphates) et sont acides (pH de 4,5 à 5), riches en matières organiques et en polyphénols peu biodégradables. Ces eaux sont caractérisées par une conductivité de l'ordre de 10 mS.cm⁻¹ due surtout aux ions potassium, chlorure, calcium et magnésium. La demande chimique en oxygène (DCO) peut varier de 50 à 220 g. L⁻¹. Le tableau suivant (tableau6) présente un exemple de composition physico- chimique des margines utilisés par **Mekki et al. (2008)**.

Tableau6 : Composition physico-chimique indicative des margines (**Mekki et al., 2008**) .

Paramètres	pH	Densité	Conductivité électrique (mS.cm ⁻¹)	Humidité (%)	DCO (g. L ⁻¹)	Matière Organique (%)	Carbone organique Total (g. L ⁻¹)	Phénol (g. L ⁻¹)	Matière Minérale (g. L ⁻¹)
Margines	5,0	1,04	10,50	94,00	120,00	92,42	36,60	3,07	15,80

Tableau 7 :Principaux constituants de l'huile d'olive (Huang et al., 2008).

Constituants	Huile d'olive extra vierge*	Huile d'olive vierge**	Huile d'olive raffinée***
Fraction glycérique			
Acides gras (g/100g)			
16:0 acide palmitique	6.6	8.6	9.1
16:1n-7 acide palmitoléique	0.4	1.1	0.6
18:0 acide stéarique	2.8	1.9	3.4
18:1n-9 acide oléique	83.1	78.7	78.6
18:2n-6 acide linoléique	5.1	8.3	6.2
18:3n-3 acide α -linoléique	0.6	—	0.4
18:3n acide γ -linoléique	0.4	—	0.5
Fraction non glycérique (mg/kg)			
Alcools aliphatiques			
C ₁₈ - C ₃₀ alcools	≤200	≤200	≤200
Tri-terpène alcools	500-3,000	500-3,000	500-3,000
Total stérols			
Cholestérol	1.9	2.8	2.0
Δ^3 -Avenasterol	91.5	35.1	82.7
B-Sitostérol	1,124.4	640.9	1,268.8
Sitostérol	7.3	2.3	1.1
Stigmastérol	8.2	6.4	12.0
Protéines (μg/kg)			
Esters non glycéridés	100-250	100-250	100-250
Cires	≤250	≤250	≤350
Hydrocarbures			
Squalène	4,277	ND	2,598
β -carotène	0.33-4.0	ND	ND
Polyphénols			
• Lipophiles			
α -tocophérols	300	ND	200
Tocotrienols	ND	ND	None
• Hydrophiles			
	40-1,000	40-1,000	None
Hydroxytyrosol Tyrosol	Principaux représentants des composés phénoliques de l'huile d'olive avec une concentration moyenne de 8mg/kg		

Deuxième
partie : Partie
expérimentale

I. Echantillonnage

Notre étude porte sur quatre échantillons d'huile d'olives prélevées de différentes régions :

- Sidi Bel Abbes : huile procuré du marché conditionnée en verre transparent.
- Béni bahdel : huile prête à être mise sur le marché.
- Tlemcen (Huilerie DIB) : huile prête à être mise sur le marché.
- Tlemcen (Huilerie Ouzidène) : huile prête à être mise sur le marché.

Nos échantillons d'huile ont été stockés dans des bouteilles à l'abri de la lumière et à température de 25°C ; afin d'éviter toute oxydation précédant l'analyse.

II. Caractères chimiques

II.1. Indice d'acide

II.1.1. Définition

L'indice d'acide est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaires pour la neutralisation des acides libres contenus dans un gramme de corps gras (**Lion, 1955**).

II.1.2. Principe

Il consiste à neutraliser les acides libres par une solution alcoolique d'hydroxyde de potassium titrée.

II.1.3. Mode opératoire

- Peser 2g d'huile dans un erlenmeyer.
- Ajouter 75 ml d'éthanol à 95°.
- Neutraliser en présence de quelques gouttes de phénophtaléine à 1%.
- Agiter énergiquement et titrer avec la solution d'hydroxyde potassium (la solution éthanolique titrée est à 0,1 N) jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante.
- On note le volume de la solution éthanolique de KOH ajoutée.

II.1.4. Méthode de calcul

L'indice d'acide est calculé selon la formule suivant (Wolff, 1968)

$$IA = \frac{56,11 \cdot V \cdot N}{P} \quad (\text{mg de KOH/g d'huile})$$

Où :

P : Masse (g) de la prise d'essai.

56,11: Masse molaire, exprimée en g/mole, d'hydroxyde de potassium.

V : Volume en ml de KOH (0,1 N) nécessaire au titrage.

N : Normalité de la solution de potasse (0,1 N).

Le pourcentage en acide oléique est calculé selon la formule ci-dessous (Wolff, 1968)

$$\% \text{ acide oléique} = \frac{282 \cdot N \cdot V \cdot 100}{P \cdot 1000}$$

282 : Poids moléculaire de l'acide oléique.

V : Volume en ml de KOH (0,1 N) nécessaire au titrage.

N : Normalité de la solution de potasse (0,1 N).

P : Masse (g) de la prise d'essai.

II.2. Indice de saponification

II.2.1. Définition

L'indice de saponification correspond au nombre de milligrammes de potasse nécessaires pour saponifier les acides gras contenus dans un gramme de matière grasse. Cette valeur est d'autant plus élevée que les acides gras sont de faible poids moléculaire (Lion, 1955).

II.2.2. Principe

Si l'on traite un ester par de la potasse suffisamment concentrée et chaude, on régénère suivant une réaction totale d'alcool et le sel de potassium de l'acide puis on donne naissance à l'ester.



II.2.3. Mode opératoire

- Peser 2g d'huile puis ajouter 25 ml de KOH à 0,5 N, la solution est mise dans un chauffe ballon muni d'un réfrigérant.
- Après une heure d'ébullition, le ballon est refroidi sous l'eau de robinet.
- Après ajout de 2 à 3 gouttes de phénophtaléine, titrer par une solution de HCl 0,5 N jusqu'à la disparition de la couleur rose et réapparition de la couleur initiale du mélange.
- Utiliser un témoin selon le même procédé avec une prise d'essai et 2 ml d'eau distillée.

II.2.4. Méthode de calcul

L'indice de saponification est donné par la formule établie ci-dessous (**Wolff, 1968**)

$$IS = \frac{V_0 - V}{P} \times N \times 56,11$$

V_0 : volume en ml de HCl utilisé pour l'essai à blanc.

V : volume en ml de HCl utilisé pour l'échantillon à analyser.

P : prise d'essai en grammes.

II.4. Indice de peroxyde

II.4.1. Définition

L'indice de peroxyde est une mesure permettant d'estimer la quantité de peroxydes présents dans une matière grasse. Les peroxydes sont des constituants caractéristiques de l'oxydation des acides gras insaturés, ils sont déterminés en se basant sur leur propriété de libérer l'iode de l'iodure de potassium dans les milieux acides. L'iode libéré est mesuré par la réaction avec le thiosulfate, sachant que 1ml de thiosulfate 0,01 N correspond à une quantité de 80 mg d'oxygène fixé sur les acides gras (**Lion, 1955**).

II.4.2. Principe

Il est basé sur le traitement de l'huile en solution dans de l'acide acétique et du chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI), c'est le titrage de l'iode libéré par une solution titrée de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$).

II.4.3. Préparation des solutions

- **Préparation de la solution d'empois d'amidon :** on pèse environ 1 g d'amidon et on le dissout dans 100 ml d'eau tiède.
- **Préparation de la solution de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) à 0,01 N :** dissoudre 2,48g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5(\text{H}_2\text{O})$ dans un litre d'eau distillée.

II.4.4. Mode opératoire

- Dans un flacon peser exactement 2g d'huile d'olive.
- Ajouter 10 ml du chloroforme et dissoudre rapidement la prise d'essai en agitant.
- Ajouter 15 ml d'acide acétique, puis 1ml de la solution d'iodure de potassium.
- Boucher aussitôt le flacon, l'agiter durant 1 mn et le laisser 5 mn exactement à l'abri de la lumière et à une température comprise entre 15 et 25°C.
- Ajouter ensuite 75 ml d'eau distillée.
- Titrer l'iode libéré avec la solution de thiosulfate en agitant vigoureusement en présence de quelques gouttes d'empois d'amidon.
- Effectuer de la même Façon un essai à blanc.

II.4.5. Méthode de calcul

$$\text{IP} = \frac{V - V_0}{P} \times 10 \quad \text{en milliéquivalents/Kg}$$

$$\text{IP} = \frac{V - V_0}{P} \times 5 \quad \text{en millimoles/Kg}$$

$$\text{IP} = \frac{V - V_0}{P} \times 80 \quad \text{en microgrammes /Kg}$$

Avec :

1millimole/kg = 2 milliéquivalents/kg = 16 microgrammes/g.

V_0 : volume (ml) de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0,01 N) nécessaire pour titrer l'essai à blanc.

V : volume (ml) de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0,01 N) nécessaire pour titrer l'échantillon.

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

II.3. Indice d'iode

II.3.1. Définition

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

II.3.2. Principe

Addition, à une prise d'essai d'une solution de monochlorure d'iode dans un mélange formé d'acide acétique et de tétrachlorure de carbone. Après un temps donné de réaction, réduction de l'excès de monochlorure d'iode par addition d'une solution d'iodure de potassium et d'eau et titrage de l'iode libéré par une solution titrée de thiosulfate de sodium.

II.3.3. Préparation des solutions

- **Préparation de la solution de thiosulfate de sodium à 0,1 N** : dissoudre, environ 25g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5(\text{H}_2\text{O})$ dans un litre d'eau distillée fraîche refroidie.
- **Préparation de la solution d'iodure de potassium KI** : dissoudre 10g de KI dans 100 ml d'eau distillée.

II.3.4. Mode opératoire

- Peser la prise d'essai, à 0.001g près et l'introduire dans un flacon de 250 ml.
- Ajouter 15 ml du tétrachlorure de carbone et 25 ml du réactif de Wijs.
- Après avoir bouché et agiter, envelopper avec du papier noir et laisser au repos pendant une heure.
- Ajouter 20 ml de l'iodure de potassium à 10% préparé instantanément et 150 ml d'eau distillée.
- Titrer avec la solution de thiosulfate de sodium à 0,1 N jusqu'à ce que la couleur jaune due à l'iode ait presque disparu.
- Ajouter quelques gouttes d'empois d'amidon et poursuivre le titrage jusqu'à la disparition de la couleur bleue violette, la solution devient alors transparente.

- Effectuer de la même façon un essai à blanc.

II.3.5. Méthode de calcul

L'indice d'iode est donné par la formule établie ci-dessous (Wolff, 1968)

$$II = \frac{(V_0 - V)}{P} \times 12,69 \times N$$

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

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

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

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

II.5. L'insaponifiable

II.5.1. Définition

L'insaponifiable est la masse, en grammes, de composés non saponifiables qui ne réagissent pas avec une base forte pour donner des savons, insolubles dans l'eau et solubles dans des solutions organiques contenue dans 100g de corps gras.

II.5.2. Principe

Après saponification du corps gras par traitement à ébullition, avec une solution éthanolique de KOH, la fraction non glycéridique est extraite à l'éther de pétrole. La phase étherée est lavée à l'éthanol puis évaporée. Après séchage, le résidu est pesé.

II.5.3. Mode opératoire

- Peser 5g d'huile dans un ballon rodé.
- Ajouter 50 ml de la solution éthanolique de potasse à 2 N.
- Porter à reflux pendant 1h.
- Arrêter le chauffage et ajouter par la partie supérieure du réfrigérant 50 ml d'eau distillée, en agitant.
- Laisser la solution refroidir, ensuite, la transvaser dans une ampoule à décanter.

- Rincer le ballon avec 50 ml d'éther de pétrole.
- Agiter énergiquement le tout pendant 1mn et laisser décanter jusqu'à séparation complète de deux phases.
- Recueillir la phase savonneuse dans une seconde ampoule à décanter.
- Répéter la même opération précédente deux fois.
- Réunir les trois fractions étherées dans une troisième ampoule à décanter puis les laver trois fois de suite en utilisant à chaque fois 50 ml d'éthanol à 50%.
- La phase étherée transvasée dans un ballon est évaporée.
- Une fois le solvant éliminé, procéder à un séchage à l'étuve à 103°C suivie de pesées jusqu'à un poids constant.

II.5.4. Méthode de calcul

La teneur en matières insaponifiables, exprimée en pourcentage massique, est donnée par la formule :

$$\% \text{ en matières insaponifiables} = \frac{m_0}{m_1} \times 100$$

m_0 : Masse (g) de la prise d'essai.

m_1 : Masse (g) du résidu séché.

II.6. Test de l'huile semi siccative

II.6.1. Définition

C'est un contrôle de pureté. Il permet de déceler si l'huile d'olive a été mélangée avec un autre type d'huile (huile de maïs, de tournesol ou de soja). Cette éventualité est envisagée à cause des grandes différences de prix entre l'huile d'olive et celui des autres huiles végétales (rapport de 1 à 4 environ) ce qui peut provoquer des tentations de fraude. Dans certain pays, comme la Tunisie le mélange est autorisé pour des raisons économiques il est néanmoins réglementé (C.A., 1989).

II.6.2. Principe

Il est fondé sur la réaction entre une huile et une solution à base de brome qui forme un précipité insoluble à 0°C.

II.6.3. Mode opératoire

- Introduire 1 ml d'huile dans un erlenmeyer et ajouter 10 ml d'hexane pour dissoudre l'huile.
- Placer l'erlenmeyer bouché dans un bain de glace fondante.
- Au bout de 5 mn, ajouter par petites quantités 10 ml du réactif de brome tout en agitant et en maintenant la température à 0°C.
- La couleur de la solution doit indiquer clairement un excès de brome.
- Laisser l'erlenmeyer dans le bain de glace fondante pendant 1h.
- Après, noter l'aspect de la solution.
- S'il ya présence d'huile semi siccative, il se forme une floculation d'importance variable selon le pourcentage d'adultération et la nature de l'huile adultérante.
- La solution reste limpide et transparente dans le cas des huiles d'olives authentiques.

III. Caractères physiques

III.1. Densité relative

III.1.1. Définition

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

III.1.2. Principe

A l'aide d'une balance analytique, effectuer de pesées successives de volume égal d'huile et d'eau à la température de 20°C.

III.1.3. Mode opératoire

- Nettoyer soigneusement le pycnomètre au moyen d'éthanol puis d'acétone et le sécher en faisant passer un courant d'air sec, si nécessaire.
- Déterminer la masse m_0 du pycnomètre vide.
- Peser 2g d'eau distillée et laisser 30 mn dans un bain marie à 20°C.
- Déterminer la masse m_1 de pycnomètre rempli d'eau distillée.
- Nettoyer et sécher le pycnomètre.
- Peser 2g d'huile et laisser 30 mn dans un bain marie à 20°C.
- Déterminer la masse m_2 de pycnomètre contenant l'huile d'olive.

III.1.4. Méthode de calcul

La densité relative est donnée par la formule ci-dessous (**Wolff, 1968**)

$$d_{20}^{20} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0}$$

m_0 : Masse (g) du pycnomètre vide.

m_1 : Masse (g) du pycnomètre rempli d'eau.

m_2 : Masse (g) du pycnomètre rempli d'huile d'olive.

III.2. Indice de réfraction

III.2.1. Définition

L'indice de réfraction d'une huile est le rapport entre le sinus de l'angle d'incidence et le sinus de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée passant de l'air dans l'huile maintenue à température constante (Lion, 1955).

III.2.2. Principe

Suivant le réfractomètre utilisé, soit mesurer directement l'angle de réfraction, soit observer la limite de réflexion totale, l'huile étant maintenue dans les conditions d'iso-tropisme et de transparence.

III.2.3. Mode opératoire

- Nettoyer la lame du réfractomètre en utilisant du papier Joseph.
- Etalonner l'appareil par l'eau distillée dont l'indice de réfraction est égale à 1,33.
- Nettoyer la lame du réfractomètre en utilisant du papier Joseph.
- Déposer quelques gouttes d'huile d'olive dans la lame de réfractomètre et régler le cercle de chambre sombre et claire dans la moitié, et effectuer la lecture des résultats en prenant compte de la température.

Appareillage utilisé : Réfractomètre d'Abbe 1T / 4T.

III.2.4. Méthode de calcul

$$n_d^{20} = n_d^t + 0,00035 (t - 20) \quad (\text{Wolff, 1968})$$

Avec :

n_d^t : Valeur de lecture à la température t à laquelle a été effectuée la détermination.

n_d^{20} : Indice de réfraction à la température 20.

t : Température à laquelle a été effectuée la détermination.

III.3. Teneur en eau et en substances volatiles

III.3.1. Définition

On entend par teneur en eau la perte de masse. Elle s'exprime en pourcent en masse.

III.3.2. Mode opératoire

- Sécher une boîte de pétri dans l'étuve à 105°C pendant 30 mn puis laisser refroidir dans le dessiccateur et peser.
- Peser 2g d'huile d'olive dans la boîte de pétri préalablement tarée.
- Maintenir la boîte de pétri contenant la prise d'essai pendant 3h dans l'étuve à 105°C.
- Laisser ensuite refroidir dans un dessiccateur, puis peser.
- Répéter la même opération dans les mêmes conditions, mais avec des séjours successifs dans l'étuve pendant 1h seulement jusqu'à l'obtention d'un poids constant de deux pesées successives.

III.3.3. Méthode de calcul

La teneur en eau en pourcent en masse de l'échantillon est égale à :

$$\frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100$$

m_0 : Masse (g) de la boîte de pétri vide.

m_1 : Masse (g) de la boîte de pétri avec la prise d'essai avant le chauffage à l'étuve.

m_2 : Masse (g) de la boîte de pétri avec la prise d'essai après le chauffage à l'étuve.

III.4. Absorbance dans l'ultra violet

L'oxydation des corps gras, en particulier ceux contenant l'acide linoléique, conduit à la formation d'hydroxypéroxyde linoléique, diène conjugué qui absorbe au voisinage de 232 nm. Si l'oxydation se poursuit, il se forme des produits secondaires en particulier des dicétones et des cétones insaturés qui absorbent vers 270 nm.

L'extinction à 232 nm et à 270 nm d'un corps gras brut peut donc être considérée comme une image de son état d'oxydation.

Plus l'extinction à 232 nm est forte, plus l'huile est riche en produits secondaires d'oxydation.

III.4.1. Mode opératoire

- Peser 0,5g d'huile dans une fiole de 50 ml.
- Compléter au trait de jauge avec du cyclohexane ou de l'hexane.
- Introduire l'échantillon ainsi préparé dans une cuve de 1 cm et procéder à la détermination de son absorbance par rapport à celle de l'hexane ou du cyclohexane dans la cuve témoin.
- Les absorbances sont déterminées aux longueurs d'ondes 270 nm et 232 nm.
- Si l'absorbance est inférieure à 0,2 recommencer la mesure sur une solution plus concentrée.
- Si elle est supérieure à 0,8 recommencer la mesure sur une solution diluée.

III.4.2. Méthode de calcul

L'extinction spécifique aux longueurs d'ondes précisées est calculée par la formule suivante :

$$E = \frac{A_{\lambda}}{C}$$

A_{λ} : L'absorbance mesurée à la longueur d'onde (λ).

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

IV. Extraction et dosage des polyphénols

IV.1. Extraction et dosage colorimétrique des polyphénols totaux dans l'huile

Cette partie suit une étape préliminaire de solubilisation directe des polyphénols dans l'huile à l'aide d'un agitateur électrique (Nassif, 2004).

IV.1.1. Extraction des polyphénols de l'huile

A une solution de 5 g d'huile on rajoute 10 ml d'hexane bien mélangée au vortex, 10 ml d'un mélange méthanol-eau (6/4 ; v : v) sont ajoutés, et l'ensemble est mélangé à son tour au vortex. Le volume total subit une séparation par centrifugation.

La phase inférieure est recueillie, tandis qu'un second mélange méthanol-eau est ajouté à la phase supérieure, tout en répétant le processus de centrifugation. Cette fois-ci, le solvant inférieur est additionné au volume obtenu (Nassif, 2004).

IV.1.2 Dosage des polyphénols totaux par colorimétrie

La réaction est basée sur la réduction de l'acide phosphomolybdique du réactif Folin-ciocalteu par les polyphénols en milieu alcalin (Catalano *et al.*, 1999). Elle se traduit par le développement d'une coloration bleue foncée. La lecture de la densité optique à 765 nm permet de déterminer la concentration des polyphénols en se référant à une courbe étalon dressée à partir de concentrations connues d'acide gallique.

Dans une fiole de 25 ml, un volume de 0,5 ml du réactif Folin-Ciocalteu est ajouté à 0,2 ml de l'extrait concentré en polyphénols. Après 3 mn, un volume de 4 ml de Na₂CO₃ (1M) a été versé sur la solution et de l'eau distillée est ajoutée jusqu'au trait de jauge. Un blanc est préparé dans les mêmes conditions. Les fioles sont maintenues à obscurité pendant 90 min avant de lire les densités optiques au spectrophotomètre 6405 UV/ Vis. (Nassif, 2004).

V. Analyse sensorielle

Le test utilisé est celui de notation selon un barème hédoniste en neuf points. Les 10 candidats doivent goûter les échantillons qui leur sont soumis et voir comment ils trouvent le produit : plus ou moins bon ou plus ou moins mauvais et noter leur remarque en cochant l'énoncé qui se rapproche le plus de la réaction que le produit à susciter.

Les échantillons ont été présentés codés dans des verres de même couleur et de même volume afin que sa couleur n'influence pas le jugement.

Les candidats sont priés de remplir la feuille de pointage qui se présente comme suit :

N° :

Age :

Sexe :

Fonction :

Tableau 8 : Spécimen de feuille de pointage du barème en neuf points.

Produit	Code des échantillons				Notation
	400	401	402	403	
Extrêmement bon					9
Très bon					8
Moyennement bon					7
Assez bon					6
Ni bon ni mauvais					5
Assez mauvais					4
Moyennement mauvais					3
Très mauvais					2
Extrêmement mauvais					1

L'analyse sensorielle permet d'étudier différents problèmes ou de répondre à diverses questions posées par le fabricant. C'est l'étude des caractéristiques sensorielles des huiles d'olives en faisant intervenir l'homme comme instrument de mesure à partir de ses 5 sens. C'est l'examen des propriétés organoleptiques d'une huile d'olive par les organes des sens.

Elle est utilisée, par exemple, dans les domaines suivants :

- Recherche et développement mise en place de nouveau produit d'huile d'olive.
- Etude d'un changement de formulation d'une huile d'olive ou de procédé de fabrication sur les qualités sensorielle du produit.
- Production dans le cadre du contrôle de qualité des matières premières.
- Marketing adaptation des produits aux « goûts » du consommateur.

Mais l'analyse sensorielle décrit aussi les qualités de votre huile. Ce sont :

- L'amer qui n'est pas un défaut mais est la marque du fruité de l'olive.
- Le doux qui en est l'inverse et est apprécié par une clientèle, principalement nordiste.
- Le vert piquant qui provient d'olives vertes.
- Le « feuillé » qui provient de feuille mélangées aux olives.

Pour cela la détermination des caractéristiques organoleptiques couleur et odeur s'est imposée pour nos échantillons.

Le tableau 9 représente les caractéristiques organoleptiques : l'apparence (aspect générale et couleur), flaveur (odeur et saveur) et le gout.

Tableau 9 : les caractéristiques organoleptiques de test sensoriel.

Caractère		Origine	Sidi Bel	Béni	Tlemcen	Tlemcen
		Abbes	Bahdel	(Dib)	(Ouzidène)	
Apparence	Aspect général					
	couleur					
Flaveur	Odeur					
	Saveur					
Gout						

Troisième Partie :
Résultats et
discussion

I. Caractère chimiques

I.1. Indice d'acide

Cet indice est un critère de pureté de l'huile. Ce paramètre d'acidité a, pour longtemps, été considéré comme un critère principal de qualité et de norme commerciale d'huile d'olive (Osawa et al., 2007). Sa connaissance pour un corps gras est un moyen pour déterminer son altération par hydrolyse.

Les indices d'acides des échantillons étudiés sont représentés dans le tableau 10 (figure 17).

Tableau 10 : Indice d'acide des échantillons étudiés.

Origine Caractère	Sidi Bel Abbès	Béni Bahdel	Tlemcen (Dib)	Tlemcen (Ouzidène)
Indice d'acide	1,12	2,4	2,8	3,9
Norme C.A	Max 6,6 mg de KOH/g d'huile			
Norme C.O.I	Max 4 mg de KOH/g d'huile			

Sur la base de ses résultats ; toutes les huiles analysées et quelques soit leurs origines ont des indices d'acide variable mais inférieurs à la norme établie par le C.A. et ceux du C.O.I ce que nous permet de les considérer comme étant de bonne qualité.

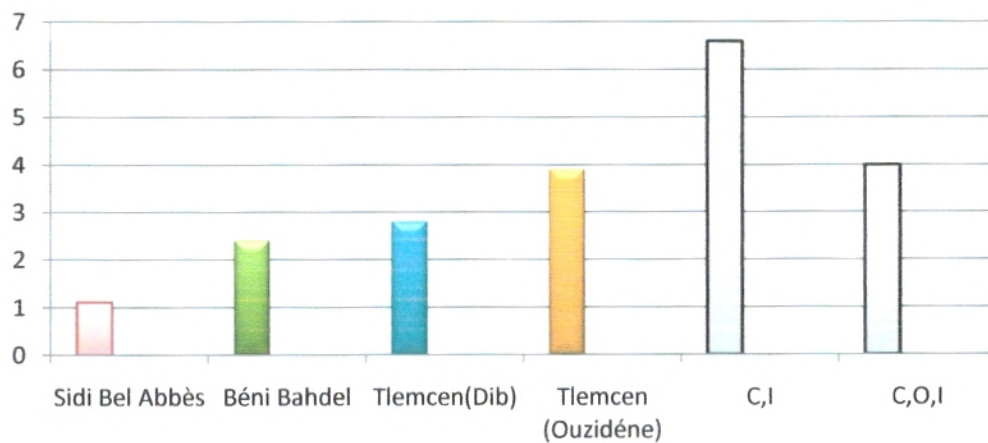


Figure 17 : Représentation graphique des valeurs d'indice d'acide.

L'indice d'acide indique une éventuelle altération de fruit sur l'arbre après maturation et contribue à l'augmentation de l'acidité, la réduction des substances aromatiques et le changement de la couleur de l'huile (**Papanstasiour, 1966**).

L'entreposage prolongé des olives à l'air libre (oxydation et action des bactéries et moisissures) qui ne doit pas excéder cinq jours ; le manque de lavage et de tri des récoltes sont les facteurs qui influent négativement sur l'acidité de l'huile.

Le non maitrise des technique de purification et de séparation incomplète du jus de fruits des margines accentue l'acidité et altère le gout d'une l'huile (**Bouhireb, 2005**).

I.2. Acidité libre ou % en acide oléique

Elle indique la teneur en pourcentage d'acide gras libres exprimée en acide oléique présent dans l'huile et constitue un paramètre important pour la classification du produit.

Les acides gras libres résultent de l'action des lipases sur les triglycérides, ou de toute autre activité hydrolytique de ces triglycérides pouvant se produire avant, pendant ou après la trituration des olives (**Chimi, 2001**).

Les valeurs obtenues sont représentées dans le tableau 11 (figure 18).

Tableau 11 : Acidité libre ou pourcentage en acide oléique des échantillons étudiés.

Origine Caractère	Sidi Bel Abbès	Béni Bahdel	Tlemcen (Dib)	Tlemcen (Ouzidène)
Acide libre (%en acide oléique)	0,53	1,12	1,41	1,97
Norme C.A.	Max 3,3% en acide oléique			
Norme C.O.I	Max 3,3% en acide oléique			

Tous les échantillons ont une acidité inférieure à la norme établie par le codex alimentarius et le conseil oléicole international.

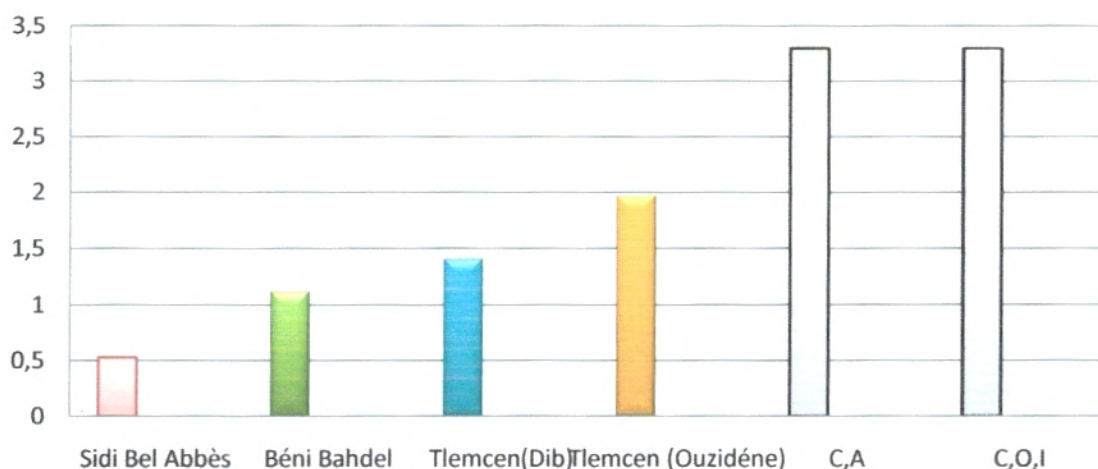


Figure 18 : Représentation graphique des valeurs d'acidité libre.

Le **C.O.I (1992)** classe les huiles qui ont une acidité inférieure à 1 comme des huiles d'olives vierge, celle inférieurs à 1.5 comme des huiles d'olives fines et enfin, celles supérieurs à 1.5 comme étant des huiles d'olives vierges semi fine. Pour cela nous considérons que l'ensemble des échantillons étudiés sont des huiles vierges.

I.3. Indice de saponification

La connaissance de l'indice de saponification d'un caractère gras nous renseigne sur la longueur de la chaîné carbonée des acides gras constituant le corps gras.

L'indice de saponification d'un corps gras est d'autant plus élevé que la chaîne carbonée des acides gras courts (**Lion, 1955**).

Les valeurs obtenues sont représentées dans le tableau 12 (figure 19).

Tableau 12 : Indice de saponification des échantillons étudiés.

Origine Caractère	Sidi Bel Abbès	Béni Bahdel	Tlemcen (Dib)	Tlemcen (Ouzidène)
Acide de saponification	220,583	206,414	251,475	240,126
Norme C.A.	184-196			
Norme C.O.I	184-196			

Les valeurs obtenues pour les quatre échantillons sont exclues de l'intervalle donné par les normes codex alimentarius et le conseil oléicole international.

L'indice de saponification pour les acides gras en C_{16} est voisin de 200 et pour les acides gras en C_{18} est de 260 (Wolff, 1968), ce qui nous amène à dire que l'huile de Béni Bahdel est plus riche en C_{16} que les autres ; celle de Tlemcen (Dib) étant plus riche en C_{18} .

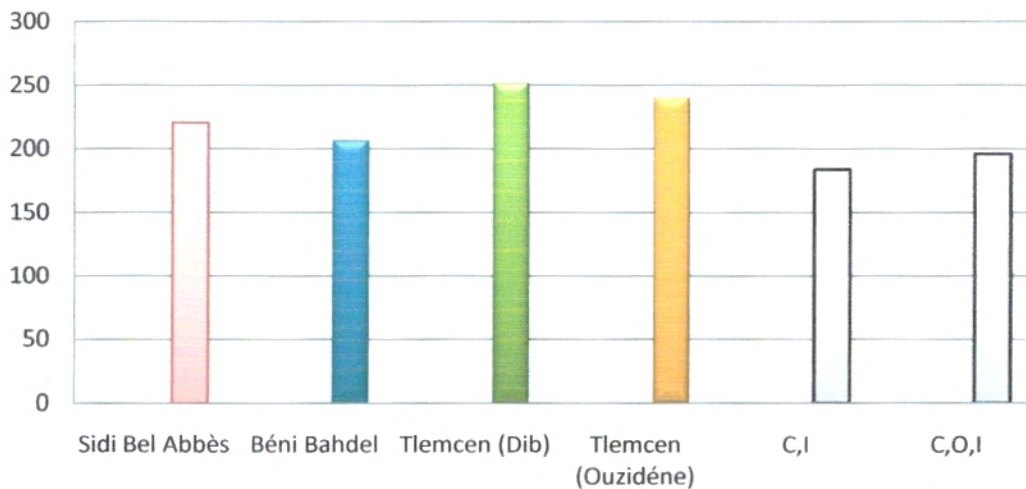


Figure 19 : Représentation graphique des valeurs d'indice de saponification.

1.4. Indice de peroxyde

Cet indice est un bon indicateur de l'état de conservation d'un corps gras, il mesure les hydro peroxydes totaux qui sont les premiers produits d'oxydation (Kiritsakis, 1998). Le phénomène d'oxydation des acides gras conduit à l'apparition d'une flaveur caractéristique « rance », il aboutit aussi à des modifications dans les propriétés organoleptiques, chimiques et nutritionnelles. Ces altérations affectent la qualité marchande du produit Judde, (2004).

Le tableau 13 (figure 20), représente les valeurs de l'indice de peroxyde obtenues pour les échantillons.

Tableau 13 : Indice de peroxyde des échantillons étudiés.

Origine Caractère	Sidi Bel Abbès	Béni Bahdel	Tlemcen (Dib)	Tlemcen (Ouzidène)
Indice de peroxyde	18	16,5	15	16
Norme C.A	Max 20 milliéquivalents d'oxygène peroxydique /Kg d'huile			
Norme C.O.I	Max 20 milliéquivalents d'oxygène peroxydique /Kg d'huile			

La norme codex alimentarius et le conseil oléicole international classe toute les huiles vierges à indice de peroxyde inférieur ou égale à 20 meq d'O₂/Kg d'huile comme étant bonne et celles dont l'indice de peroxyde est supérieur à 20 meq d'O₂/Kg d'huile comme étant des huiles lampantes (Kiritsakis, 1998).

En comparant ces résultats à ceux de la norme commerciale du COI et C.A, on constate que tous les échantillons analysés sont conformes à la norme ce qui permet aussi de classer ces huiles sont bonnes (IP≤20).

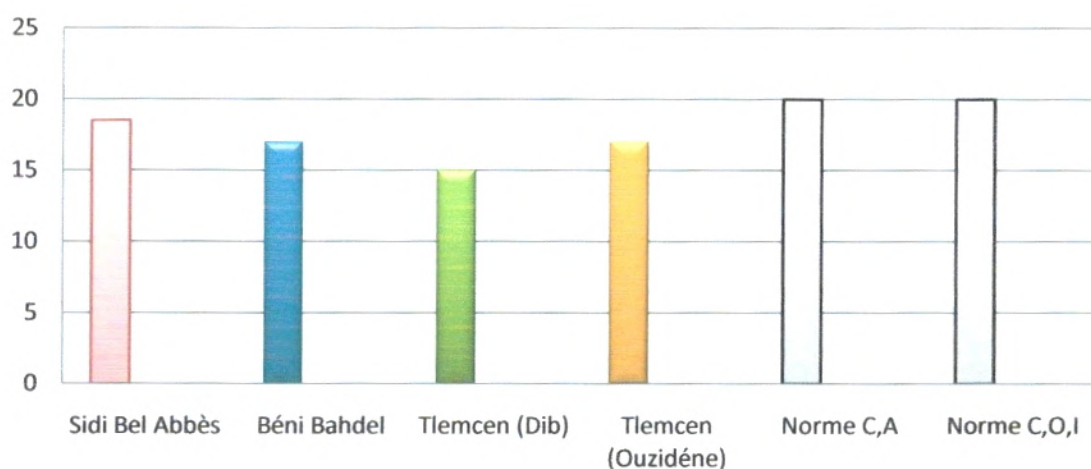


Figure 20 : Représentation graphique des valeurs d'indice de peroxyde.

I.5. Indice d'iode

L'indice d'iode nous renseigne sur le degré d'insaturation des acides gras contenus dans une huile donné, il est en rapport direct avec le degré d'oxydation

d'une huile, plus une huile est insaturée plus son indice d'iode est élevé (Wolff, 1968).

Les valeurs obtenues sont représentées dans le tableau 14 (figure 21)

Tableau 14 : Indice d'iode des échantillons étudiés.

Origine Caractère	Sidi Bel Abbès	Béni Bahdel	Tlemcen (Dib)	Tlemcen (Ouzidène)
Indice d'iode	84,445	90,564	88,438	86,957
Norme C.A	74-94			
Norme C.O.I	74-94			

Les résultats montrent que l'ensemble des échantillons d'huiles sont compris dans l'intervalle donné par C.A et C.O.I, donc on peut dire que ces huiles sont plus stables ce qui empêche leur altération et leur rancissement.

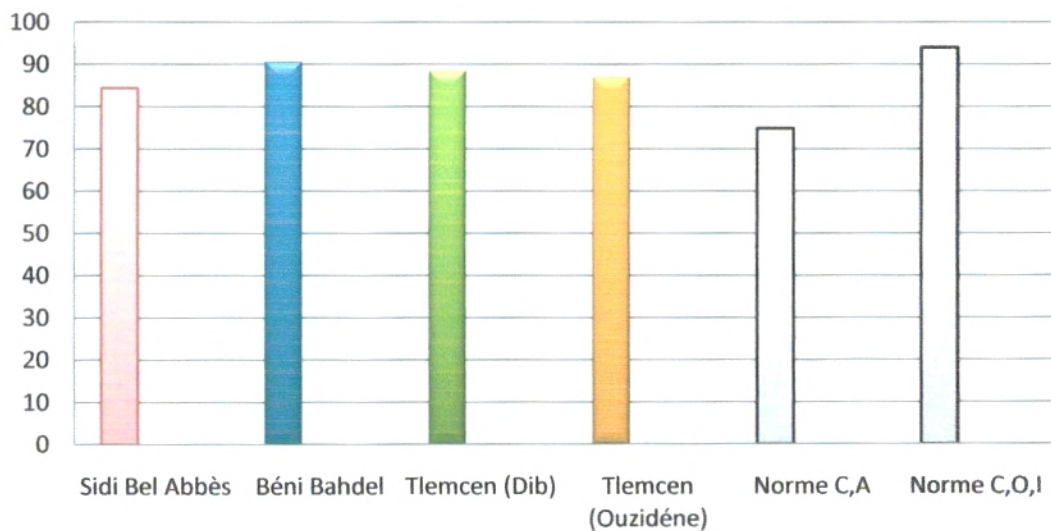


Figure 21 : Représentation graphique des valeurs d'indice d'iode.

I.6. Test d'insaponifiable

L'un des caractéristiques de l'insaponifiable dans une huile d'olive est son contenu en squalène qui est plus élevé que celui des autres huiles végétales (C.A. 1989).

Les valeurs obtenues sont représentées dans le tableau 15 (figure 22).

Tableau 15 : Test de l'insaponifiable des échantillons étudiés.

Origine Caractère	Sidi Bel Abbès	Béni Bahdel	Tlemcen (Dib)	Tlemcen (Ouzidène)
Insaponifiable (%)	0,8	0,5	1,2	0,7
Norme C.A	Max 15g/Kg (ou 1,5%)			

Le test d'insaponifiable a relevé des valeurs variables d'un échantillon à un autre mais répondant à la norme établis par C.A.

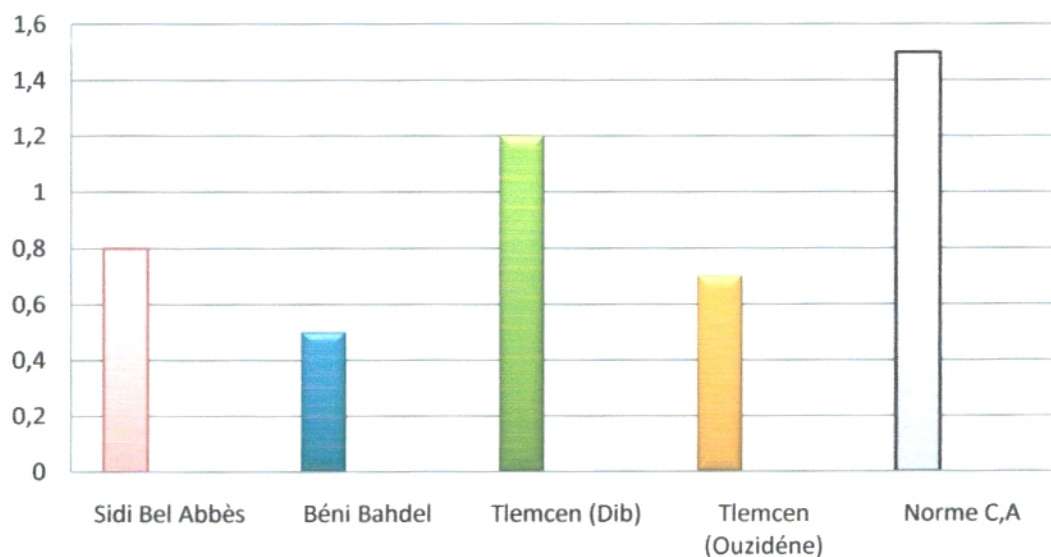


Figure 22 : Représentation graphique des valeurs du test d'insaponifiable.

I.7. Test des huiles semi siccatives

Ce test représente un contrôle de pureté. Il permet de déceler si l'huile d'olive a été mélangée avec un autre type d'huile.

Tableau 16 : Test des huiles semi-siccatives des échantillons étudiés.

Origine Caractère	Sidi Bel Abbès	Béni Bahdel	Tlemcen (Dib)	Tlemcen (Ouzidène)
Réaction des huiles semi-siccatives	Négatif	Négatif	Négatif	Négatif

Les résultats montrent que toutes les huiles d'olives ne sont pas mélangées avec d'autres types d'huiles.

II. Caractère physiques

II.1 Densité relative

Afin de vérifier la pureté de nos échantillons d'huile d'olive, nous avons à déterminer leurs densités respectives, ce caractère est un critère de pureté.

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau 17 (figure 23).

Tableau 17 : Densité relative des échantillons étudiés.

Origine Caractère	Sidi Bel Abbès	Béni Bahdel	Tlemcen (Dib)	Tlemcen (Ouzidène)
Densité relative	0,930	0,999	0,971	1,002
Norme C.A	0,910-0,916			
Norme C.O.I	0,910-0,916			

Les valeurs obtenues montrent que les quatre échantillons sont supérieurs aux normes établies par C.A et C.O.I, ce qui permet de dire que ces huiles ne sont pas très pures du point de vue physique. Elles sont plus lourdes, ceci est probablement dû à une mauvaise filtration.

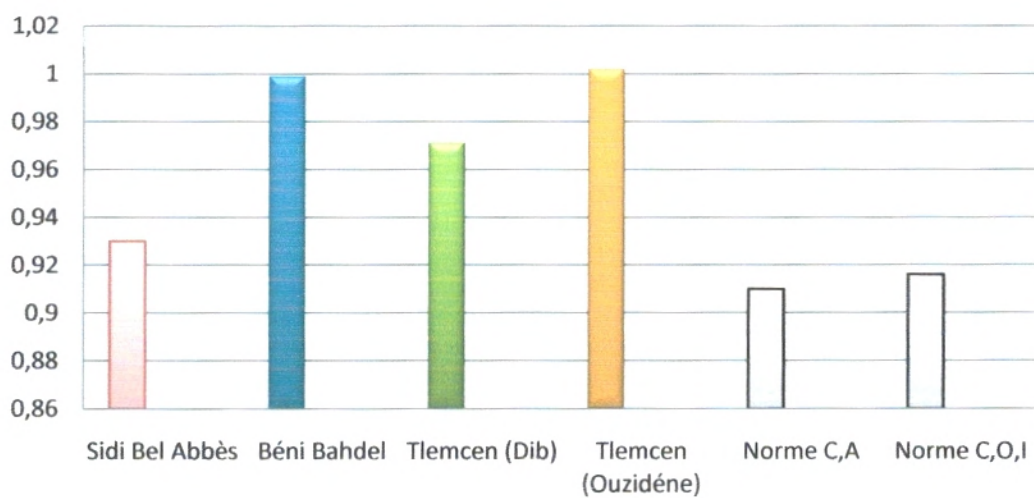


Figure 23 : Représentation graphique des valeurs de la densité relative.

II.2. Indice de réfraction

L'indice de réfraction, comme la densité, est considérée comme un critère de pureté d'une huile, il varie avec la longueur d'onde de la lumière incidente ainsi qu'avec la température. L'indice de réfraction est proportionnel au poids moléculaire des acides gras, ainsi que leur degré d'insaturation, ce qui donne une bonne appréciation sur la possibilité d'oxydation.

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau 18 (figure 24).

Tableau 18 : Indice de réfraction des échantillons étudiés.

Origine Caractère	Sidi Bel Abbès	Béni Bahdel	Tlemcen (Dib)	Tlemcen (Ouzidène)
Indice de réfraction	1,4681	1,4690	1,4680	1,4699
Norme C.A	1,4677-1,4705			
Norme C.O.I	1,4669-1,4679			

L'indice de réfraction des quatre échantillons d'huiles d'olives est compris dans l'intervalle donné par C.A, alors qu'il se trouve supérieur à la norme établie par le C.O.I, ce qui nous permet de déduire que ces huiles ne sont pas pures totalement.

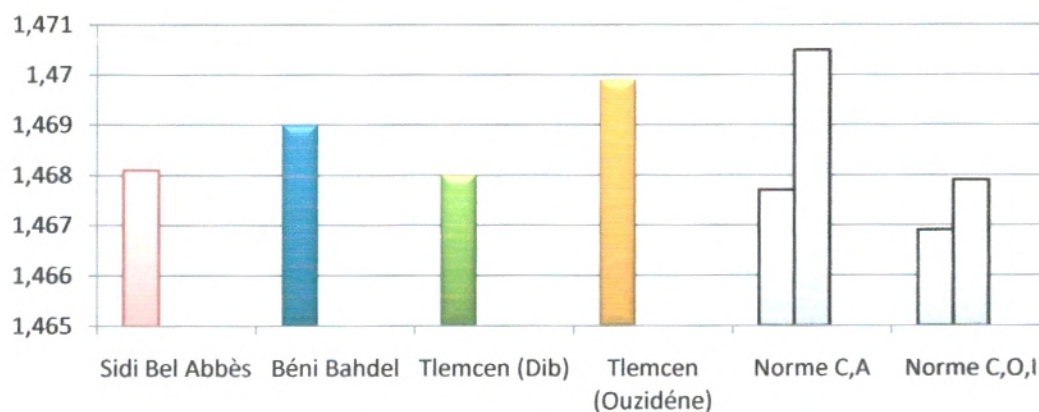


Figure 24 : Représentation graphique des valeurs d'indice de réfraction.

II.3. Teneur en eau et en substances volatiles

L'eau et les substances volatiles sont déterminées par les pertes de poids de l'échantillon chauffé à $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$ pendant un temps suffisant pour permettre l'élimination totale de l'eau et des produits volatils. Les teneurs en eau des échantillons étudiés sont représentées dans le tableau 19 (figure 25).

Tableau 19 : Teneur en eau des échantillons étudiés.

Origine Caractère	Sidi Bel Abbès	Béni Bahdel	Tlemcen (Dib)	Tlemcen (Ouzidéne)
Teneur en eau (%)	0,18	0,12	0,15	0,19
Norme C.A	Max0,2%			
Norme C.O.I	Max0,2%			

Les valeurs obtenues sont inférieures aux normes établies par le codex alimentarius et le conseil oléicole internationale donc considéré comme conforme.

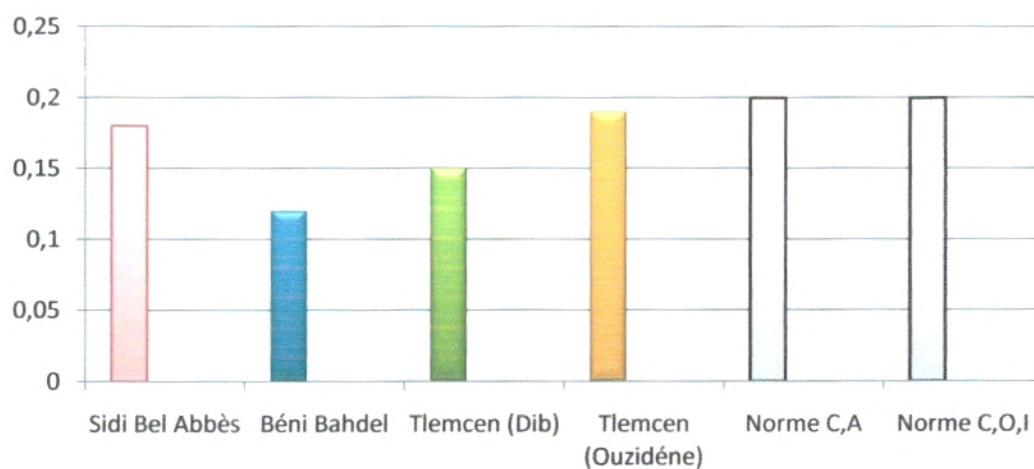


Figure 25 : Représentation graphique des valeurs de la teneur en eau.

II.4. Absorbance dans l'ultra-violet

La mesure de l'absorbance dans l'ultra-violet est une autre méthode de mesure de l'oxydation (Kiritsakis, 1998).

La méthode spectrophotométrique dans l'ultra-violet peut fournir des indications sur la qualité d'une matière grasse, sur son état de conservation et sur la modification due aux processus technologiques (Commission des Communautés Européennes, 1991).

Les valeurs d'extinction retenues sont celles à 232 nm et 170 nm.

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau 20 (figure 26).

Tableau 20 : Absorbance dans l'ultra-violet des échantillons étudiés.

Origine Caractère	Sidi Bel Abbès	Béni Bahdel	Tlemcen (Dib)	Tlemcen (Ouzidène)
U.V. à 232 nm	1,7273	1,821	2,054	1,995
U.V. à 270 nm	0,181	0,201	0,264	0,221
Norme .CO.I	Max2,24 à 232nm Max0,30 à 270nm			

Toutes les valeurs sont inférieures au maximum établie par la norme C.O.I. ce qui nous amène à dire que les huiles ne contiennent pas des produits secondaires tel que l'hydroxyperoxyde linoléique les dicétones et les cétones insaturés.

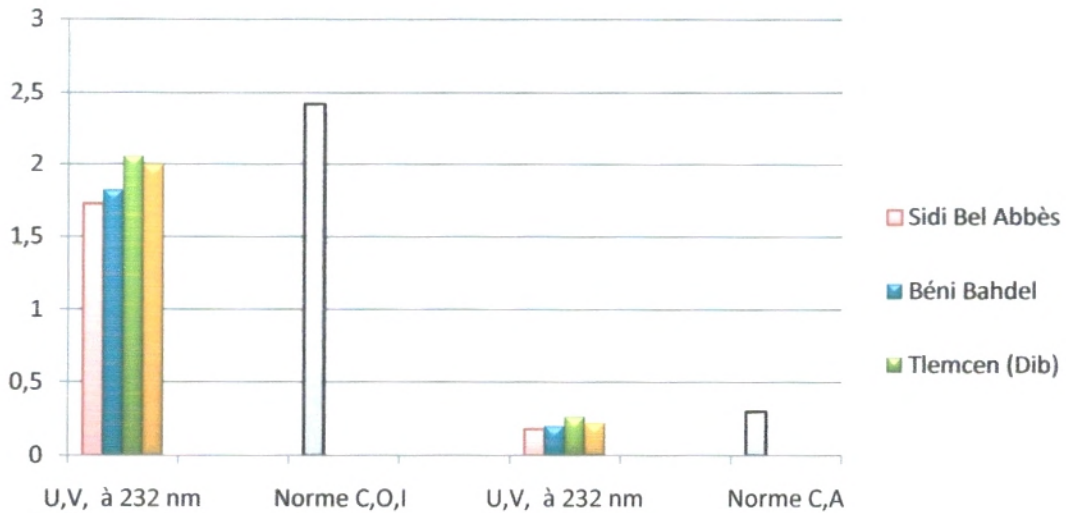


Figure 26 : Représentation graphique des valeurs d'absorbance dans l'ultra-violet.

III. Dosage des polyphénols

La méthode de Folin-Ciocalteu a été choisie pour doser les phénols totaux pour les raisons suivantes : c'est une méthode qui satisfait aux critères de faisabilité et de reproductibilité, la disponibilité du réactif de Folin et la méthode est standardisée, c'est un test largement pratiqué dans les laboratoires de recherche d'antioxydants alimentaires à travers le monde. L'acide gallique a été utilisé comme standard pour produire la courbe d'étalonnage. Le contenu phénolique total a été exprimé en mg d'équivalents acide gallique /Kg d'huile d'olive (figure 27).

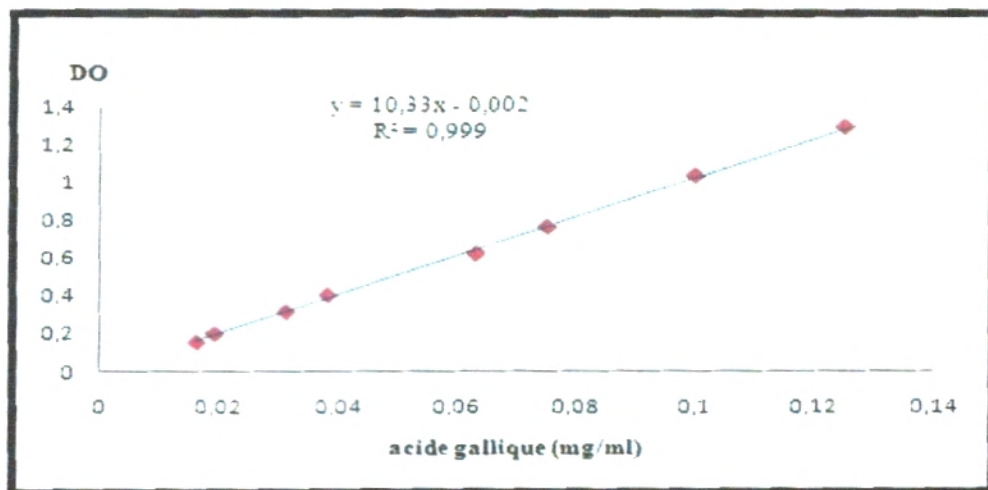


Figure 27 : Courbe d'étalonnage pour le dosage des phénols totaux.

Les valeurs obtenues en phénols totaux sont représentés dans le tableau 21.

Tableau 21 : Phénols totaux en mg équivalent d'acide gallique par kg des échantillons étudiés.

Origine Caractère	Sidi Bel Abbès	Béni Bahdel	Tlemcen (Dib)	Tlemcen (Ouzidène)
Phénols totaux mg EAG/Kg d'huile d'olive	225	178	124	94

Le dosage des phénols totaux montre que les échantillons présentent des teneurs variables (figure 28). La teneur la plus élevée en phénols totaux correspond à l'échantillon de l'huile de Sidi Bel Abbès qui est de 225 mg équivalent d'acide gallique par kg d'huile d'olive ce qui confère à cette huile une résistance à l'oxydation par stockage à long terme et un potentiel en matière de la santé humaine, par contre la teneur la plus basse est celle de l'huile de Tlemcen (Ouzidène) qui est de 94 mg/Kg. Deux valeurs qui diffèrent des autres mais qui sont relativement proche ont été enregistrées pour l'échantillon de l'huile de Tlemcen (Dib) qui est de 124 mg/kg et celle de Béni Bahdel qui est de 178 mg/kg.

On peut conclure que la variation entre nos huiles d'olives analysées dans leurs contenus en phénols totaux est due à la variété de l'olive, le degré de maturité, la qualité du sol, le procédé d'extraction et la condition de conservation. Cette méthode d'analyse est facile à mettre en œuvre mais n'est pas spécifique, et ne permet pas une analyse fine des différents composés phénoliques présents dans l'huile.

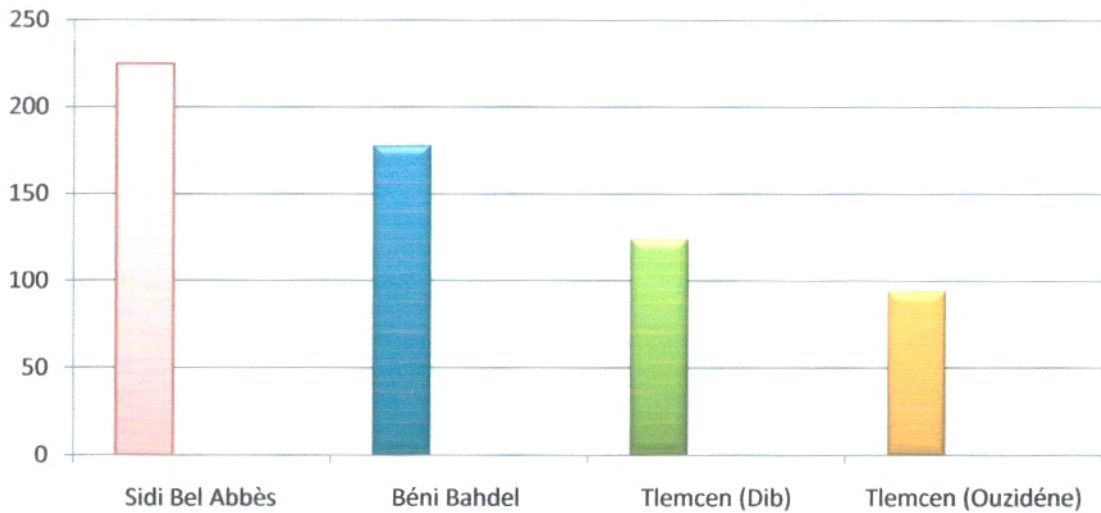


Figure 28 : Représentation graphique des valeurs des teneurs en phénols totaux.

Comparés aux travaux antérieurs (tableau 22) nos valeurs sont comprises dans l'intervalle donné par (Montedoro *et al.*, 1992 ; Pellegrini *et al.*, 2001).

Tableau 22 : Résultats des travaux antérieurs portant sur le dosage des phénols totaux dans l'huile d'olive.

Références bibliographique	Nos travaux	Montedoro <i>et al.</i> , 1992	Poiana <i>et al.</i> , 1996	Cioni <i>et al.</i> , 1998	Caponio <i>et al.</i> , 1999	Pellegrini <i>et al.</i> , 2001
Phénols totaux mg EAG/kg d'huile d'olive	94-225	50-1000	85-195 110-180	119-139	175-490	73-265

VI. Analyse sensorielle

Le résultat de l'analyse sensorielle donne une note sur 9 :

- ✓ Supérieure ou égale à 6,5 se sera une huile vierge extra.
- ✓ Supérieure ou égale à 5,5 se sera une huile vierge.
- ✓ Supérieure ou égale à 3,5 se sera une huile vierge.
- ✓ inférieure à 3,5 se sera une huile vierge lampante.

La non-conformité d'un seul critère entraîne le déclassement de l'huile.

Les résultats des tests sensoriels obtenus sont représentés dans le tableau 23.

Tableau 23 : résultats des tests sensoriels.

Codes	Echantillons	Notes
400	Sidi Bel Abbès	7,8
401	Béni Bahdel	6,4
402	Tlemcen(Dib)	5,9
403	Tlemcen (Ouzidène)	4,5

D'après les résultats obtenus des notations et selon la classification des huiles d'olives définie par le conseil oléicole international en classe nos échantillons comme suit :

- ❖ L'échantillon de Sidi Bel Abbès est une huile d'olive vierge extra.
- ❖ L'échantillon de Béni Bahdel est une huile d'olive vierge.
- ❖ L'échantillon de Tlemcen (Dib) est une huile d'olive vierge.
- ❖ L'échantillon de Tlemcen (Ouzidène) est une huile d'olive vierge.

Les résultats des caractéristiques organoleptiques sont représentés dans le tableau 24.

Tableau 24 : Résultats des caractéristiques organoleptiques

Caractère \ Origine		Sidi Bel Abbès	Béni Bahdel	Tlemcen (Dib)	Tlemcen (Ouzidène)
		Apparence	Claire sans sédiments	Claire sans sédiments	Claire sans sédiments
	Aspect général				
	couleur	Vert	Vert	Jaune à vert	Jaune
Flaveur	Odeur	Forte	Forte	Moyenne	Faible
	Saveur	Non piquante	Non piquante	Piquante	Piquante
Gout		Amèr	Amèr	Moyennement amèr	Moyennement amèr

Le tableau 25 regroupe tous les caractéristiques des huiles d'olives étudiées.

Tableau 25 : tableau récapitulatif des résultats de différentes caractéristiques chimiques et physiques, dosage des phénols totaux et analyse sensorielle des quatre échantillons étudiés.

Origine Caractère	Sidi Bel Abbès	Béni Bahdel	Tlemcen (Dib)	Tlemcen (Ouzidène)
Indice d'acide	1,12	2,4	2,8	3,9
Acidité libre ou pourcentage en acide oléique	0,53%	1,12%	1,41%	1,97%
Indice de saponification	220,583	206,414	251,475	240,126
Indice de peroxyde	18	16,5	15	16
Indice d'iode	84,445	90,564	88,438	86,957
Test de l'insaponifiable	0,8	0,5	1,2	0,7
Test des huiles semi siccatives	Négatif	Négatif	Négatif	Négatif
Densité relative	0,930	0,999	0,971	1,002
Indice de réfraction	1,4681	1,4690	1,4680	1,4699
Teneur en eau	0,18	0,12	0,15	0,19
Absorbance dans l'ultra violet :				
A 232 nm	1,727	1,821	2,054	1,995
A270 nm	0,181	0,201	0,264	0,221
Extraction et dosage des polyphénols	225	178	124	94
Analyse sensorielle	Vierge extra	Vierge	Vierge	Vierge

Conclusion générale

Notre travail a été consacré à une étude qualitative de différents échantillons d'huile d'olive de différentes régions : Sidi Bel Abbès, Béni Bahdel, Tlemcen (Dib et Ouzidène), dans le but de s'assurer de leur pureté, de l'incidence de certains paramètres et de leur conformité aux normes internationales pour pouvoir ainsi aller vers la commercialisation et par conséquent atteindre l'exportation.

Cette étude nous a permis, de déterminer les principales caractéristiques chimiques et physiques ainsi qu'une analyse sensorielle et d'en faire une comparaison afin d'en déterminer la qualité de chacune des huiles étudiées.

Les résultats obtenus nous permettent de dire que :

- ✓ Les huiles d'olive étudiées ne sont pas très acides, donc restent consommables.
- ✓ Les indices de saponification pour nos huiles d'olives, nous informent qu'elles ne sont pas conformes aux normes sauf celle de Tlemcen (Dib) qui est riche en acide gras C₁₈.
- ✓ Les huiles d'olives ont un indice de peroxyde qui ne dépasse pas les normes. Elles sont classées dans les catégories des huiles d'olive « bonnes ».
- ✓ Les indices d'iode de l'ensemble des échantillons d'huiles sont compris dans l'intervalle donné par les normes, donc on peut dire que ces huiles sont plus stables ce qui empêche leur altération.
- ✓ Toutes les huiles d'olives étudiées ont une fraction insaponifiable répondant à la norme, ne dépassent pas les 1.5%.
- ✓ Le test des huiles semi-siccatives nous a confirmé la non adultération de nos huiles d'olives par d'autres huiles végétales.
- ✓ Les densités relatives de nos échantillons sont tous supérieures aux normes, donc on peut conclure que ces huiles d'olives sont impures.
- ✓ L'indice de réfraction des quatre échantillons d'huiles d'olives est compris dans l'intervalle donné par C.A, alors qu'il se trouve supérieur à la norme établie par le C.O.I, ce qui nous permet de déduire que ces huiles ne sont pas totalement pures.
- ✓ La teneur en eau et en substances volatiles de tous nos échantillons est comprise dans les normes.

- ✓ Les absorbances dans l'ultra violet de nos échantillons répondent aux normes.
- ✓ Les résultats obtenus du dosage biochimique des phénols totaux à révélé la richesse des huiles d'olive des quatre échantillons en ces métabolites.
- ✓ Les analyses sensorielles ont montré que tous les échantillons sont des huiles d'olive vierge sauf celle de Sidi Bel Abbès qui est une huile d'olive vierge extra.

Les résultats obtenus montrent clairement qu'une bonne qualité de l'huile d'olive dépend de plusieurs facteurs, tout d'abord, la bonne qualité de l'olive, la quelle dépend en amont de la variété, de la collecte, de son acheminement vers les huileries, le procédé de fabrication utilisé ainsi que la conservation et le conditionnement.

Afin d'atteindre les exigences organoleptiques et gustatives demandées, les perspectives d'avenir sont :

- ✓ Le respect des techniques adéquates de cueillette.
- ✓ Une meilleure modernisation des maasras traditionnelles par l'octroi de petites unités modernes de trituration des olives.
- ✓ Le conditionnement des huiles d'olives dans des bouteilles opaques et hermétiques pour pouvoir être commercialisées.
- ✓ Le renforcement des services de contrôle, d'analyse et d'évaluation qualitative des productions oléicoles.
- ✓ Pour une évaluation qualitative et organoleptique d'huile d'olive, un développement d'un laboratoire d'analyse sensorielle ainsi que la formation d'un panel de dégustateurs guidé par un chef panel est plus que nécessaire.

La qualité de l'huile d'olive, sa valeur biologique, ses vertus sanitaires et nutritionnelles font d'elle une denrée très appréciée par le consommateur en particulier celui du bassin méditerranéen ou elle restera toujours la reine de son alimentation.

Pour cela, le service qualité devrait obligé le vendeur des huiles d'olives de garantir leur puretés et d'améliorer le conditionnement de son produit, et ce n'est certainement pas à l'exigence du luxe mais à une consommation propre.

Références bibliographiques

AFECG., (1999).

L'huile d'olive ; acte des journées chevreul .Aix provence

Actes publiés oléagineux corps gras lipides, janvier- février 1999(1), 40-99.

Amanda L, Clark, Kathryn Mansfield Matera (2010).

Effect of unsaturation in fatty acids on the binding and oxidation by myeloperoxidase: Ramifications for the initiation of atherosclerosis. *Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters*. 20: 5643–5648.

Amiot M. J., Fleuriet A., Machereix J. J., (1989).

Accumulation of oleuropein derivatives during olive maturation.

Phytochemistry, 28, 67-69.

Andrews P., Busch J., De Joode T., Groenewgen A., Alexandre H., (2003).

Sensory properties of virgin olive oil polyphenols : identification of deacetoxy-ligstroside aglycone as a key contributor to pungency.

Journal of Agricultural and Food Chemistry, 51, 1415-1420.

Angerosa F., Mostallino R., Basti C., Vito R., (2000).

Virgin olive oil odour notes : their relationship with volatile compounds from the lipoxygenase pathway and secoiridoid compounds.

Food Chemistry, 68(3), 283-287.

Angerosa F., Mostallino R., Basti C., Vito R., (2000).

Virgin olive oil odour notes : their relationships volatile compounds from the lipoxygenase pathway and secoiridoid compounds.

Food Chem, 68, 283-287.

Angerosa F., (2002).

Influence of volatile compounds on virgin olive oil quality evaluated by analytical approaches and sensor panels.

European Journal of Lipid Science and Technology, 104(9-10), 639-660.

Anna Laura Capriotti, Chiara Cavaliere, Carlo Crescenzi, Patrizia Foglia, Riccardo Nescatelli Roberto Samperi, Aldo Laganà (2014).

Comparison of extraction methods for the identification and quantification of polyphenols in virgin olive oil by ultra-HPLC-QToF mass spectrometry

Aparicio R., Morales M. T., Alonso V., (1997).

Authentification of european virgin oils by their chemical compounds, sensory attributes, and consumers' attitude.

Journal of Agricultural and Food Chemistry, **45(4)**, 1076-1083.

Atawodi S. E., (2005).

Antioxydant potentiel of African medicinal plants.

African Journal of Biotechnology, **4 (2)**, 128-133.

Afidol , (2002).

Association Française Interprofessionnelle de l'Olive.

Baccouri O, Guerfel M, Baccouri B, Cerretani L, Bendini A, Lercker G, Zarrouk M, Daoud Ben Miled D (2008).

Chemical composition and oxidative stability of Tunisian monovarietal virgin olive oils with regard to fruit ripening. *Food Chemistry*. 109: 743–754.

Baladwin A., (1986)

Conférence on emerging technologies in the fats and oils industry. American Oil Chemist's Society USA.

Basu Tapan K., Temple Norman J. et Garg Manohar L., (1999).

Antioxydant in human health and disease. CAB International.

Bec N et Robert C. (1999).

Techniques et Système de culture. Arboriculture fruitière, monographies sur l'olivier.

Bcherrawi N. (2002).

Extraction des polyphénols des margines.

Mémoire de fin d'Etudes d'Ingénieur Agronome. Université Libanaise. 111 pages.

Belarbi M., Bendimred S., Sour., Soualem Z., Baghdad C., Hmimed S., Chemat F., Visioli F., (2011).

Oleaster oil positively modulates plasma lipids in humans.

Journal of Agricultural and Food Chemistry, **59 (16)**, 8667-8669.

Belaid C., Kallel, M. et Elleuch, B. (2002).

Identification de nouveaux composés phénoliques présents dans les rejets liquides d'huileries d'olive (margines).

Déchets Sciences & Technique, **27**, 30-34.

Benaissa M, 1987

L'oléiculture et les perspectives de son développement à travers la wilaya de Tlemcen, P94.

Benbrook C. M., (2005).

Accroître la teneur en antioxydants des aliments grâce à l'agriculture et à la transformation alimentaires biologiques. Rapport sur l'état des connaissances scientifiques.

The Organic Center for Education and Promotion, 45.

Bendini A, Cerretani L, Carrasco-Pancorbo A, Maria Gómez-Caravaca A, Segura-Carretero A, Fernández-Gutiérrez A and G Lercker (2007).

Phenolic Molecules in Virgin Olive Oils: a Survey of Their Sensory Properties, Health Effects, Antioxidant Activity and Analytical Methods. An Overview of the Last Decade. *Molecules*. 12: 1679-1719.

BENLEMLIH M., GHANAM J., (2013).

Polyphenols d'HUILE d'OLIVE, trésors santé.

Bensemmane A. (2009).

Le trait d'union des opérateurs économiques pour le Renouveau du Monde Agricole et Rural. 1er forum méditerranéen de l'oléiculture, 1111- 4762.

Benyahia N. et Zein, K. (2003).

Analyse des problèmes de l'industrie de l'huile d'olive et solutions récemment développées. Contribution spéciale de Sustainable Business Associates (Suisse) à SESEC II. (10 / 4 / 2004).

<http://www.planet.ch/sba/pdf%20files/Oliveoil.pdf>

Bernard B. (1997)

Plantes et champignons. Ed Maison, Paris. 93-132.

Bonnier G, (1990).

La grande flore de France en couleur, Ed.Belin, Tome, Paris

Bianchi G., (1999).

Extraction systems and olive oil. In oléagineux corps gras lipides

Instituto sperimentale per la elaiotecnica, Janvier- février 1999 6(1),49-55

Bianco A. et Uccella, N.,(2000).

Biophenolic components of olives.

Food Research International, **33**, 475-485.

Boskou D., Blekas G., Tsimidou M., (2006).

Olive oil composition. Dans D.Boskou(Ed.), olive oil, Chemistry and technology (2nd edition).

Champaign Illinois : American Oil Chemists Society. USA, 41-72.

Boyd B., Ford C., Koepke Michael C., Gary K., Horn E., McAnalley S. et McAnalley B., (2003).

Etude pilote ouverte de l'effet antioxydant d'ambrotose AOTM sur des personnes en bonne santé.

GlycoScience & Nutrition. 4 (6), 7.

Bouhireb A., 2005.

Oléiculture : rusticité, fraude et désordre du marché. El Watan Economie du Lundi 7 au Dimanche 13 Mars 2005, Rub.Norme et conformité de l'huile d'olive.Dossier9.

Boyer J.C., (2000).

L'olivier, arbre des dieux.

Journée méditerranéenne de l'olivier, 7-9 avril , Nîmes-France

Brenes M., Hidalgo F.J., Garcia A., Rios J. J., Garcia P., Zamora R., Garrido A., (2000).

Pinoresinol and 1-acetoxypinoresinol, two new phenolic compounds identified in olive oil.

Journal of American oil Chemist's Society, 77(7), 715-720.

Brenes M., Garcia A., Dobarganes C., Velasco J., Romero C., (2002).

Influence of thermal treatments simulating cooking processes on the polyphénol content in virgin olive oil.

Journal of Agricultural and Food Chemistry, 50, 5962-5967.

Bressan M., Liberatore, L., D'Alessandro, N., Tonucci, L., Belli, C. et Ranalli, G. (2004).

Improved combined chemical and biological treatments of olive oil mill waste waters.

Journal of Agricultural and Food Chemistry, 52, 1228-1233.

Brikci N, 1993

Efficacité d'un traitement insecticide optimise sur le ravageur de l'olive *Dacus oleae* dans la wilaya de Tlemcen, P93.

Bruneton J., (1999).

Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales, (3^{ème} éd). Paris : Editions Tec & Doc Lavoisier. Paris 1120 p.

Burton G. W., Traber M. G., Acuff R. v. et al, (1998).

Human plasma and tissue alphotocopherol concentration in response supplementaton with deuterated natural and synthetic vitamin E.

Am. J. Clin. Nutr., **67**, 669-684.

C.A., 1989.

Codex alimentaires. Norme Codex pour les huiles d'olive vierges et raffinées et pour l'huile de grignons d'olive raffinées.

Codex Stan, Rév. 1_1989.33-1981,1-6.

Cavusoglu A., Octar A., (1994).

Les effets des facteurs agronomiques et des conditions de stockage sur la qualité de l'huile d'olive.

Science et technique, n° **52**, 18-24.

Charbonnier A., (1985).

Recenti acquisizioni sul valor biologies dell'olio di oliva in Francia.

1st Congr. National diteropia, Roma (Italie) **8**, 1 dic.

Charlet M. (1975).

Observation sur le comportement au froid de certaines variétés de porte greffe d'olivier en France.

Inf.Oléic.Inst.N31.13.

Chambers R., Pacey A, Trupp L, (1994).

Les paysans d'abord : les innovations des agricultures et la recherche agronomiques. Karthala-C.T.A : Paris, Wageningen

Charbonnier A., 1996.

L'huile d'olive aliment-santé. Ed. Frison Roche, Paris.

Chimi H. (2001).

virgin olive oil. Prediction of storage time beyond which the oil is no longer of "extra" quality. technologie en agriculture–bulletin mensuel d'information et de liaison du PNTTA. Vol.79, p: 1-4.

Centre d'activités régionales pour la production propre (CAR/PP), (2000).

Plan d'action pour la méditerranée.

Prévention de la pollution dans la production d'huile d'olive. Document fini en janvier 2000.

Publié en novembre 2000. 1-141. Ministère de l'environnement Espagne

Cimato A., (1990).

La qualité de l'huile d'olive vierge et les facteurs agronomiques.

Olivae, 31, 20-31.

C.O.I., (1980).

Conseil Oléicole International. Amélioration de la qualité de l'huile d'olive. Septembre n°2, 8-12.

C.O.I., 1992.

Conseil Oléicole International. Normes commerciales internationales applicables aux huiles d'olives et aux huiles de grignons d'olives. Novembre n°1,8.

C.O.I., (2003).

Conseil Oléicole International

L'olivier-l'huile-l'olive, Edition et diffusion dépôt légal : M.

D.S.A, 2013.

Direction des services agricole de Tlemcen. Bilan de production oléicole.

Dabbou S., Rjiba I., Nakbi A., Gazzah N., Issaoui M., Hammami M., (2010).

Compositional quality of virgin olive oils from cultivars introduced in tunisian arid zones in comparison to chemlali cultivars.

Scientia Horticulturae, 124, 122-127.

Dajoz P. (1971).

Précis d'écologie. Editions. Paris, 358p.

DellaGreca, M., Monaco, P., Pinto, G., Pollio, A., Previtiera, L. et Temussi, F. (2001).

Phytotoxicity of low-molecular-weight phenols from olive mill waste waters.

Bulletin of Environmental Contamination and Toxicology, 67,352-359.

Di Giovacchino L, Sestili S, Di Vincenzo D (2002).

Influence of olive processing on virgin olive oil quality. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* 104: 587-601

Diallo A., (2005).

Etude de la phytochimie et des activités biologiques *syzygium guineense* WILLD. (MYRTACEA). Thèse de Doctorat en pharmacie. Faculté de Médecine, de pharmacie et d'Odonto-Stomatologie de Bamako, Mali.

Dupont F., Guignaud, 2009

Botanique : systématique moléculaire. 14 ed. Masson, Paris. France.

. Duranton J. F., Lounois M et LECOQ M. (1982).

Manuel de prospection acridienne en zone tropicale sèche. Ed. G. E. R. D. A. T. 1 et 2, 1470p.

FAO, (1983)

Valorisation des produits de l'olivier, réunion du comité technique de Madrid

FAO STAT. (2006).

Food and Agriculture Organization of the United Nations. World olive.

Farag, R., El-Baroty, G. et Basuny, A. (2003).

The influence of phenolic extracts obtained from the olive plant (cvs. Picual and Kronakii), on the stability of sunflower oil.

International Journal of Food Science and Technology, 38, 81-87.

Favier A., (2003).

Le stress antioxydant. Intérêt conceptuel et expérimental dans la compréhension des mécanismes des maladies et potentiel thérapeutique.

L'actualité chimique. 108-115.

Filidei, S, Masciandro, G and Ceccanti, b, (2003).

Anaerobic digestion of oil mill effluents : evaluation of wastewater the organic load and phytotoxicity reduction water, air and soil pollution, 145, 79-94.

Fiorentino A., Gentili A., Isidori M., Monaco P., Nardelli A., Parrella, A. et Temussi F. (2003).

Environmental effects caused by olive mill wastewaters: toxicity comparison of low-molecular-weight phenol components.

Journal of Agricultural Food and Chemistry, 51, 1005-1009.

Food Authenticity – Issues and Methodologies, F.A.I.M. Concerted Action, n°AIR3-CT94-2452, Eurofins Scientific (1998), 214-257.

Gamel T.H. et Kiritsakis A. (1999).

Effect of methanol extracts of rosemary and olive vegetable water on the stability of olive oil and sunflower oil.

Grasas y Aceites, **50**, pp. 345-350.

Garcia- Villalba R., Carrasco-Poncorbo A., Oliveras-Ferraros C., Vasquez-Martin A., Menéndez J.A., Segura-Carreti A., Fernandez-Gutiérrez A., (2010).

Characterisation and quantification of phenolic compounds of extra-virgin olive oils with anticancer properties by rapid LC-ESI-TOF MS method.

Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis, **51(2)**, 416-429.

Georgetti S. R., Casagrande R., Di Mambro V. M., Azzolini Ana ECS et Fonesca Maria. JV., (2003).

Evaluation of the antioxidant activity of different flavonoids by the chemiluminescence method.

AAPS PharmSci, **5(2)**, 5p.

Gomez-Rico A., Desemparados M. S., Fregapane G., (2009).

Virgin olive oil and olive fruit minor constituents as affected by irrigation management based on SWP and TDF as compared to Etc in medium-density young olive orchards (*Olea europea* L.cv. *Cornicabra* and *Morisca*).

Food Research International, **42(8)**, 1067-1076.

Gutierrez F., Jiménez B., Ruiz A., Albi M. A., (1999).

Effects of olive ripeness on the oxidative stability of virgin olive oil extracted from the varieties pictual and hojiblanca and on the different components involved.

Journal of Agriculture and Food Chemistry, **47(1)**, 121-127.

Gutiérrez-Rosales F., Rios, J.J. et Gomez-Rey Ma. L., (2003).

Main polyphenols in the bitter taste of virgin olive oil. Structural confirmation by on-line high-performance liquid chromatography electrospray ionization mass spectrometry.

Journal of Agricultural and Food Chemistry, **51**, pp. 6021-6025.

Haddada F. M., Manai H., Daoud D., Fernandez X., Lizzani- Cuvelier L., Zarrouk M., (2007).

Profiles of volatile compounds from some monovarietal Tunisian virgin olive oil. Comparison with French PDO.

Food Chemistry, **103**, 467-476.

Hadi M., (2004).

La quercétine et ses dérivés : molécules à caractères pro-oxydant ou capteur de radicaux libres ; études et application thérapeutiques. Thèse présentée en vue de l'obtention du grade de Docteur en Science de l'université Louis Pasteur. Domaine : Pharmacochimie. 155p.

Hammadi C, 2006

Technologies d'extraction de l'huile d'olive et gestion de sa qualité.

Hale A. L. (2003).

Screening potato genotypes for antioxidant activity, identification of the responsible compounds, and differentiating russet norkotah strains using aflp and microsatellite marker analysis. Office of graduate studies of Texas A&M University. 260p.

Hosein S. R., et Lyle M., (2001).

Les Antioxydants. Traducteur : Alain Boutilier. Catié Feuillet d'information. 5p.

Huang CL, Sumpio BE (2008).

Olive oil, the Mediterranean diet, and cardiovascular health. *J Am Coll Surg.* 207:407-16.

Judde A. (2004).

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

Kahler W. et al., (1993).

« Diabetes Mellitus— A free Radical-Associated Disease. Results of Adjuvant Antioxydant supplementation »

Z. Gesamte Inn. Med. **48(5)**, 223-232.

Kandyli P., Vekiari A. S., Kanellaki M., Grati Kamoun N., Msallem M., Kourkoutas Y., (2011).

Comparative study of extra virgin oil flavor profile of koroneiki variety (*Olea europaea* var. *Microcarpa alba*) cultivated in Greece and Tunisia during one period of harvesting.

LWT- Food Science and Technology, **44**, 1333-1341.

Kallithraka S., Bakker J., Clifford M.N., (1997).

Effect of pH astringency in model solutions of wines.

Journal of Agricultural Food and Chemistry, **415**, 2211-2216.

Kiritsakis A., (1998) a.

Olive oil : from the tree to the table. 2eme Ed. Trumbull (connecticut ; USA).Food and Nutrition press INC .

Kiritsakis A., (1998) b.

Flavor of olive oil – a review.

Journal of the American oil Chemists Society., **75(6)**, 673-681.

Krippel-Drews P., Lang F., Haussinger D et Drews G., (1994).

H₂O₂ induced hyperpolarization of pancreatic B-cells.

Pflugers Arch, **426**, 552-554.

Lacomelli, A., (2000).

Olive mill waste water & SAR adopted by BACRON contracting parties. Workshop on Agro-industry development in the coastal areas, with special focus on the olive oil industry. Beirut-Lebanon 4-6 December.

Lahfas M, 2008

Etude technique des cultures olivier-datier

Lahouel M., Amedah S., Zellagui A., Touil A., Rhouati S., Benayach F., Leghouchi E., et Bousseboua H., (2006).

The interaction of new plants flavonoids with rat liver mitochondria : relation between the anti and prooxydant effect and flavonoids concentration.

Thérapie, **61(4)**, 347-355.

Léger, C., (1999).

Co-produits de l'huilerie d'olive: les composés phénoliques et leurs propriétés biologiques.

OCL.

Oléagineux, Corps gras, Lipides, **6**, 60-63.

Lesage-Meessen. L., Navarro, D., Maunier, S., Sigoillot, J-C., Lorquin, J.,

Delattre, M., Simon, J-L. et Labat, M., (2001).

Simple phenolic content in olive oil residues as a function of extraction systems.

Food Chemistry, **75**, 501-507.

Lion Ph., 1955

Travaux pratiques de chimie organique. Ed. Dunod, Paris.

Loussert R et Brousse G., (1978).

L'olivier. Ed. Maisonneuve et Larousse, Paris, 464p.

Maillard R., (1975).

L'olivier. Comité technique de l'olivier. Aix-en Provence et Institut Nationale de Vulgarisation pour les fruits, légumes et champignons, Avril, Paris, 21.

Maydani M., (2000) a.

Effect of functional food ingredients : vitamin E modulation of cardiovascular diseases and immune status in the elderly.

Am. J. Clin. Nutr. **71**(suppl), 1665-1668.

Maydani M., (2000) b.

Vitamin E and prevention of heart diseases in high-risk patients.

Nutr. Rev. **58**, 278-281.

Mebirouk M., (2002).

Rejets des huileries, développement d'un procédé intégré pour la biodégradation des polyphénols dans la margine, CMPP News, n° 11.

Mekki H., Anderson M., Ben Zina M., Ammar E., (2008).

Valorization of olive mill wastewater by its incorporation in building bricks. *Journal of Hazardous Materials* **158**, 308-315.

Mendil M et Sebai A., (2007).

Aperçu sur le patrimoine génétique autochtone.

Institut de l'arboriculture fruitière et de la vigne, Algérie, 11-100.

Morales M.T., Tsimidou M., (2000).

In : J.Harwood and R.A parcio , Editors Hand Book of olive oil.

Analyse and propeties , aspen publication , gaithersburg.M.A, USA.

Morales M. T., Tsimidou M., (2000).

In : J. Harwood and R.A. Paricio., Editors ,Hand book of olive oil.

Analysis and properties, aspen publication, Gaithersburg. M.A., USA.

Meyer A. S., Yi O. S., Person D. A., et al., (1994).

Inhibition of humain low-density lipoprotein oxidation in relation to composition of phénolic antioxidants in grapes.

Journal of Agricultural and Food Chemistry, **45**, 1638-1643

Ministère de l'Agriculture et de la Pêche Maritime - Direction de la Stratégie et des Statistiques, Note stratégique n°95 Septembre 2013..

.Montedoro G. F., Servili M., Baldioli M., Miniati E., 1992.

Simple and hydrolysable phenolic compounds in virgin olive oil.1. Their extraction, separation, and quantitative and semiquantitative evaluation by HPLC

J. Agric. Food. Chem., 40, 1571-1576.

Mompon, B., Lemaire, B., Mengal, P. et Surbed, M., (1998).

Extraction des polyphénols : du laboratoire à la production industrielle.

Les colloques, n°87, Bordeaux (France), Edition INRA, Paris.

Moran P & Silvestre J., (1960).

Contribution à l'étude d'une huile végétale à base d'acides gras polyinsaturés : huile de pépins de raisin.

Caractéristiques analytiques, qualités alimentaire et diététique.

Morel Y. et Barouki R., (1999).

Repression of gene expression by oxidative stress.

Biochem J. 342(3), 481-496.

Morillo J. A., Antizar-Ladislao B., Monteoliva-Sánchez M., Ramos-Cormenzana A., Russell N. J. (2009).

Bioremediation and biovalorisation of olive-mill wastes.

Applied Microbiology Biotechnology, 82, 25–39.

Mouhammedi H, 2004

Diagnostic phytoécologique des espèces productives et naturelles en Algérie.

Mulinacci, N., Romani, A., Galardi, C., Pinelli, P., Giaccherini, C. et Vincieri, F., (2001).

Polyphenolic content in olive oil waste waters and related olive samples.

Journal of Agricultural and Food Chemistry, 49, pp. 3509-3514.

Murkovic M., Shatensiostein B., Maisonneuve P., Ghadirian P., (2003).

Assessment of risk associated with specific fatty acids and colorectal cancer among French-Canadians in Montreal : a case-control study.

International Journal of Epidemiology, 32(2), 200-209.

Nassif D., 2004.

Valorisation des polyphénols extraits des margines en tant qu'antioxydants naturels dans les huiles végétale. Mémoire de DEA en Contrôle et Gestion de la qualité « *Application à l'agroalimentaire* ».

Univ. Libanaise, Univ. Saint-Joseph de Kaslik et Institut National Agronomique.Paris-Grignon en partenariat avec l'INRA France.Agence Universitaire de la Francophonie-Bureau Moyen-Orient.

Ninni V (1999).

A Statistical Approach to the Biosynthetic Route of the Fatty Acids in Olive Oil: Crosssectional and Time Series Analyses. *J.Sci.Food Agric.* 79: 2113-2121,

Novelli G. P., (1997).

Role of free radicals in septic shock.

J. Physiol. Pharmacol. 48, 517-527.

Ocakoglu D., Tokatli F., Ozen B., Korel F., (2009).

Distribution of simple phenols, phenolic acids and flavonoids in Turkish monovarietal extra virgin olive oils for two harvest years.

Food Chemistry, 15(2), 401-410.

Ollivier D., Boubault E., Pinatel C., Souillot S., Guérère M., Artaud J., (2004).

Analyse de la fraction phénoliques des huiles d'olives vierges.

Annales des falsifications, de l'expertise chimique et toxicologique, 2^{ème} Semestre, n°965, 169-196.

Osawa C. C., Guaraldo A.L., Ragazzi S. (2007).

Correlation between free fatty acids of vegetable oils evaluated by rapid tests and by the official method. *J. of Food Composition and Analysis*, Vol.20, p: 523–528.

Packer L. et al., (1995).

« Alpha-Lipoic Acid as a Biological Antioxydant ».

Free Radical Biology and Medicine, 19,227-250.

Pagnol J., (1975).

L'olivier. Ed Aubanel (Italy) Rome, 95p.

Paraskeva P., Diamadopoulos E., (2006).

Technologies for olive mill wastewater (OMW) treatment: a review. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology* 81, 1475–1485.

Parfundo S., Busconi M., Agrimonti C., Fogher C., Marmiroli N., 2010.

Storage-time effects on olive oil DNA assessed by Amplified Fragments Length Polymorphisme.

Food Chemistry, **123**, 787-793.

Pellegrini, N., Visioli, F., Buratti, S. et Brighenti, F. (2001).

Direct analysis of total antioxidant activity of olive oil and studies on the influence of heating.

Journal of Agricultural and Food Chemistry, **49**, 2532-2538.

Pereira J. A., Casal S., Bento A., (2002).

M.B.P.P. Olivieira., Influence of olive storage period on oil quality of three portuguese cultivars of *Olea europea*, Cabrançosa, Madural, and Verdeal Transmontana.

Food Chemistry, **50**, 6335-6340.

Pieroni A., Janiak V., Dürr C. M., Lüdeke S., Trachsel E. et Heinrich M., (2002).

In vitro Antioxydants Activity of Non-cultivated Vegetable of Ethnic Albanians in Southern Italy. *Phytother. Res.* **16**, 467-473.

Pincemail J., Meurisse M., Limet R. et Defraigne J. O., (1999).

L'évaluation du stress oxydatif d'un individu : une réalité pour le médecin. *Vaisseaux, cœur, poumon.* 4 (5).

Pourrut B., (2008).

Implication du stress oxydatif dans la toxicité du plomb sur une plante modèle, *Vicia faba*.

Thèse pour l'obtention du Diplôme de Doctorat à l'Institut National Polytechnique de l'université de Toulouse spécialité : écotoxicologie. France.

Psomiadou E., Tsimidou M., Boskou D., (2000).

α - tocopherol content of greek virgin olive oils.

Journal of Agricultural and Food Chemistry, **48(5)**, 1770-1775.

Quezel P et Santa S., (1963).

Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales. Tome I. Edition du Centre National de la Recherche Scientifique. Paris. 367-740.

Ramadan, M. F., Moersel, J. T. (2006).

Screening of the antiradical action of vegetable oils.

Journal of Food Composition and Analysis, **19**, 838-842.

Ramos A. F., Santos F.L., (2010).

Yield and olive characteristics of a low-density orchard (cv. Cordovil) subjected to different irrigation regimes.

Agricultural Water Management, **97**, 363-373.

Ranalli, A., Lucera, L. et Contento, S., (2003).

Antioxidizing potency of phenol compounds in olive oil mill wastewater.

Journal of Agricultural and Food Chemistry, **51**,7636-7641.

Raederstorff D, Wang-schmidt Y, Wertz K (2010).

Use of hydroxytyrosol as anti-aging agent. Pub. No. : US 2010/0130621 A1.

Richard F., (1992).

Antioxygène dans « manuel des corps gras » Ed .Tec & Doc. Lavoisier, volume **2**, 1228-1240.

Richard H. et Multon J. L., (1992).

Les arômes alimentaires. Eds. Tec & Doc, Lavoisier, Paris. 438p.

112. Rivas, J., Beltran, F., Acedo, B. and Gimeno, O., (2000).

Two step waste water treatment: Sequential ozonation –Aerobic biodegradation.

Ozone Science and Engineering, **22**, 617- 636.

Ryan D., prenzler P. D., Lavee S., Antolovich M., Robards K., (2003).

Quantitative changes in phenolic content during physiological development of the olive (*Olea europaea*) cultivar Hardy's mammoth.

Journal of Agriculture and Food Chemistry, **51 (9)**, 2532-2538.

Sacchi R (2007).

Extraction technology In L'Extravergine, a guide to the best certified quality olive oil in the world. *Oreggia*, M. Ed Cucina Vini. 82-103.

Sans-Cortés f., Martines Calvo j ., Badens M. L., Bleiholder H., Hack H., Meier U., (2002).

Phénological growth stages of olive trees (*Olea europea* L.). *Ann. Appl. Biol*, 151-157.

Saitta M., Salvo F., Di bella G., Dugo G., La torre G. L., (2009).

Minor compounds in the phenolic fraction of virgin olive oils.

Food Chemistry, **112**, 525-532.

Selka S, Tchouar A., (2013)

Etude comparée des propriétés physico-chimique et organoleptiques de deux huiles d'olive vierges d'extraction industrielle et artisanale de la wilaya de Tlemcen.

Servilli M., Selvaggini R., Esposito S., Taticchi A., Montedoro G.F., Morozzi G., (2004).

Health and sensory properties of virgine olive oil hydrophilic phenols : agronomic and technological aspects of production that affect their occurrence in the oil.

J.Chromatogr, **1054**,113-127

Sherwin E. R., (1976).

Antioxidants for vegetable oils.

Journal of the American Chemical Society, **53**, 430-436.

Shasha B., Leibowitz J., (1961).

On the oleuropein, the bitter principle of olives.

Journal of Organic Chemistry, **26(6)**, 1948-1954.

Soler-Rivas C. Espin J.C., Wichers H.J., (2000).

Oleuropein and related compounds.

Journal of the Science Food and Agriculture, **80(7)**, 1013-1023.

Stark AH., Madar Z., (2002).

Olive oil as functional food: epidemiology and nutritional approaches

Nutr.Rev., June , **60(6)**, 170-6.

Sung B, Jin Jung K, Seok Song H, Jin Son M, Pal Yu B, Young Chung H (2005).
cDNA representational difference analysis used in the identification of genes related to the aging process in rat kidney. *Mechanisms of Ageing and Development*. 126: 882-891.

Svoboda K. P. et Hampson J. B., (1999).

Bioactivity of essential oils of selected temperate aromatic plants : antibacterial, antioxidant, anti-inflammatory and other related pharmacological activities. Plants biology department, SAC Auchincruive, Ayr, Scotland, UK., KA6 HW.

Talbi, M (2009).

Oléiculture en Algérie, Une mine d'or mal exploitée Publié dans Info Soir le **11 - 01 - 2009**

Tsagariki E., Harris N., Lazarides., Konstantinos B. P. (2007).

Olive mill waste water treatment. Ed. Springer Link, 133-157.

Van Aardt M., Duncan S., Long T., O'Keefe S., Marcy J., Sims S., (2004).

Effect of antioxidants on oxidative stability of edible fats and oils: thermogravimetric analysis.

Journal of Agricultural and Food Chemistry, **52**, 587-591.

Vansant G., (2004).

Radicaux libres et antioxidant: principes de base.

Symposium "Antioxydants et alimentation" Institut Danone.

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 (6)**, 1635-1641.

Vichi S., Guadayol J. M., Caixach J., Lopez-Tamames E., Buxaderas S., (2007).

Comparative study of different extraction techniques for the analysis of virgin olive oil aroma.

Food Chemistry, **105**, 1171-1178.

Vierhuis E., Servili M., Baldioli M., Schols H. A., Voragen A. G. J., Montedoro G. F., (2001).

Effect of enzyme treatment during mechanical extraction of olive oil on phenolic compounds and polysaccharides.

Journal of Agriculture and Food Chemistry, **49(3)**, 1218-1223.

Visioli F., Galli C., (1998).

The effect of minor constituents of olive oil on cardiovascular disease : new findings.
Nutrition Reviews, **56(5)**, 142-147.

Visioli, F., Romani, A., Mulinacci, N., Zarini, S., Conte, D., Vincieri, F. et Galli, C (1999).

Antioxydants and other biological activities of olive mill waste waters.

Journal of Agricultural and Food Chemistry, **47**, 3397-3401.

Wolff J. P., 1968.

Manuel d'analyses des corps gras. Ed. Azoulay, Paris

Yaakoubi, A., Chahlaoui, A., Elyachioui, M., Chaouch, A., (2010).

Traitement des margines à pH neutre et en conditions d'aérobies par la microflore du sol avant épandage. *Bull. Soc. Pharm. Bordeaux*, **149**, 43-56.

Yong D. P., Kong D. x., Zhang H. Y., (2007).

Multiple pharmacological effects of olive oil phenols. *Food Chemistry*, **104(3)** ,1269-1271.

Zhu L, Liu Z, Feng Z, Hao J, Shen W, Li X, Sun L, Sharman E, Wang Y, Wertz K, Weber P, Shi X, Liu J (2010).

Hydroxytyrosol protects against oxidative damage by simultaneous activation of mitochondrial biogenesis and phase II detoxifying enzyme systems in retinal pigment epithelial cells. *Journal of Nutritional Biochemistry*. 21: 1089–1098.

Annexe

Feuille de pointage

N° : 01

Age : 26

Sexe : Masculin

Fonction : Etudiant

Produit	Code des échantillons				Notation
	400	401	402	403	
Extrêmement bon					9
Très bon	X				8
Moyennement bon					7
Assez bon			X		6
Ni bon ni mauvais					5
Assez mauvais		X			4
Moyennement mauvais					3
Très mauvais				X	2
Extrêmement mauvais					1

Feuille de pointage

N° : 02

Age : 24

Sexe : Masculin

Fonction : Etudiant

Produit	Code des échantillons				Notation
	400	401	402	403	
Extrêmement bon	X				9
Très bon					8
Moyennement bon					7
Assez bon					6
Ni bon ni mauvais					5
Assez mauvais		X	X		4
Moyennement mauvais					3
Très mauvais					2
Extrêmement mauvais				X	1

Feuille de pointage

N° : 03

Age : 24

Sexe : Feminin

Fonction : Etudiante

Produit	Code des échantillons				Notation
	400	401	402	403	
Extrêmement bon					9
Très bon	X	X			8
Moyennement bon					7
Assez bon					6
Ni bon ni mauvais					5
Assez mauvais				X	4
Moyennement mauvais					3
Très mauvais			X		2
Extrêmement mauvais					1

Feuille de pointage

N° : 04

Age : 35

Sexe : Masculin

Fonction : Agent de sécurité

Produit	Code des échantillons				Notation
	400	401	402	403	
Extrêmement bon					9
Très bon	X				8
Moyennement bon					7
Assez bon			X		6
Ni bon ni mauvais					5
Assez mauvais		X			4
Moyennement mauvais					3
Très mauvais					2
Extrêmement mauvais				X	1

Feuille de pointage

N° : 05

Age : 48

Sexe : Féminin

Fonction : Femme de ménage

Produit	Code des échantillons				Notation
	400	401	402	403	
Extrêmement bon					9
Très bon					8
Moyennement bon					7
Assez bon		X			6
Ni bon ni mauvais					5
Assez mauvais	X				4
Moyennement mauvais					3
Très mauvais			X	X	2
Extrêmement mauvais					1

Feuille de pointage

N° : 06

Age : 40

Sexe : Féminin

Fonction : femme de ménage

Produit	Code des échantillons				Notation
	400	401	402	403	
Extrêmement bon					9
Très bon	X				8
Moyennement bon					7
Assez bon					6
Ni bon ni mauvais					5
Assez mauvais			X		4
Moyennement mauvais					3
Très mauvais				X	2
Extrêmement mauvais		X			1

Feuille de pointage

N° : 07

Age : 25

Sexe : Masculin

Fonction : Etudiant

Produit	Code des échantillons				Notation
	400	401	402	403	
Extrêmement bon					9
Très bon					8
Moyennement bon					7
Assez bon	X		X		6
Ni bon ni mauvais					5
Assez mauvais		X			4
Moyennement mauvais					3
Très mauvais				X	2
Extrêmement mauvais					1

Feuille de pointage

N° : 08

Age : 30

Sexe : Masculin

Fonction : Néant

Produit	Code des échantillons				Notation
	400	401	402	403	
	X				
Extrêmement bon					9
Très bon					8
Moyennement bon					7
Assez bon			X	X	6
Ni bon ni mauvais					5
Assez mauvais		X			4
Moyennement mauvais					3
Très mauvais					2
Extrêmement mauvais					1

Feuille de pointage

N° :09

Age : 26

Sexe :Masculin

Fonction : Etudiant

Produit	Code des échantillons				Notation
	400	401	402	403	
Extrêmement bon					9
Très bon	X	X			8
Moyennement bon					7
Assez bon					6
Ni bon ni mauvais					5
Assez mauvais			X	X	4
Moyennement mauvais					3
Très mauvais					2
Extrêmement mauvais					1

Feuille de pointage

N° : 10

Age : 34

Sexe : Masculin

Fonction : Agent de sécurité

Produit	Code des échantillons				Notation
	400	401	402	403	
Extrêmement bon					9
Très bon					8
Moyennement bon					7
Assez bon	X	X			6
Ni bon ni mauvais					5
Assez mauvais					4
Moyennement mauvais					3
Très mauvais					2
Extrêmement mauvais			X	X	1

Tbaleau : Comparaison de deux systèmes d'extraction d'huile d'olive en continue

	Extraction à deux phases	Extraction à trois phases
Capacité d'extraction de l'huile	86%	85%
Grignons		
Quantité (kg/100kg d'olives)	72,5	50,7
Humidité (%)	57,5	52,7
Huile (%)	3,16	3,18
Huile (% matière sèche)	7,44	6,68
Huile (kg/100kg d'olives)	2,28	1,60
Grignons sec (kg/100kg d'olives)	30,7	23,9
Margines		
Quantité (litres/100kg d'olives)	8,30	97,2
Huile (g/litre)	13,4	12,6
Huile (kg/100kg d'olives)	0,14	1,20
Résidus sec (kg/100kg d'olives)	1,20	8,3
Huile dans les sous-produits (kg/100kg d'olives)	2,42	2,80
Proportion des margines sèches pour 1kg des grignons d'olives	55%	89,24%
Proportion des margines sèches pour la totalité des grignons d'olives sèches	3,76%	25,77%
Etude réalisée par Amirante P., Di Renzo G.C., Di Giovacchino L., Bianchi B., Catalano P., 1993, <i>Olivae</i> n°48, 43.		

Figure : Vue d'ensemble des produits, sous produits et résidus dans l'industrie de l'huile d'olive (CAR/PP, 2000)

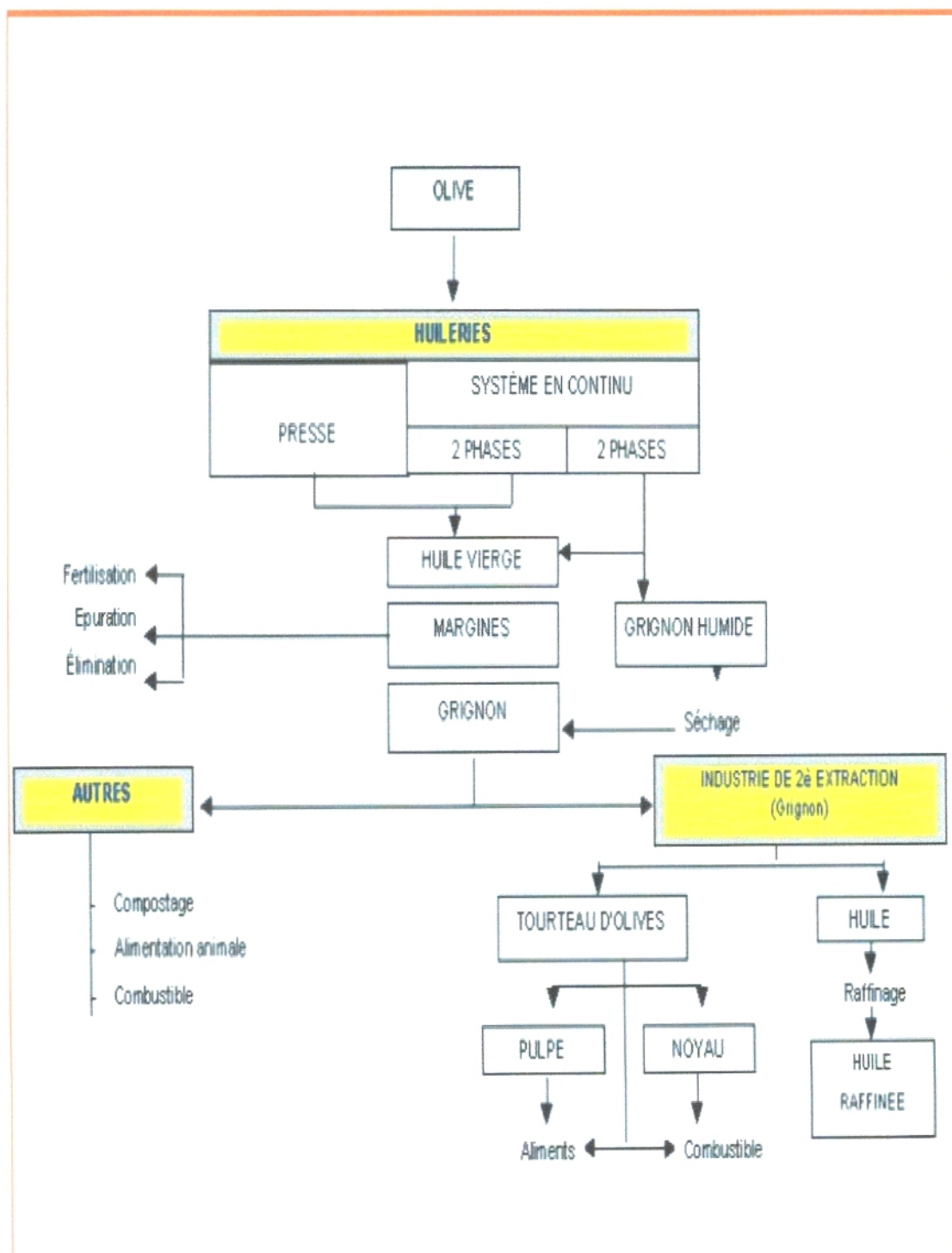
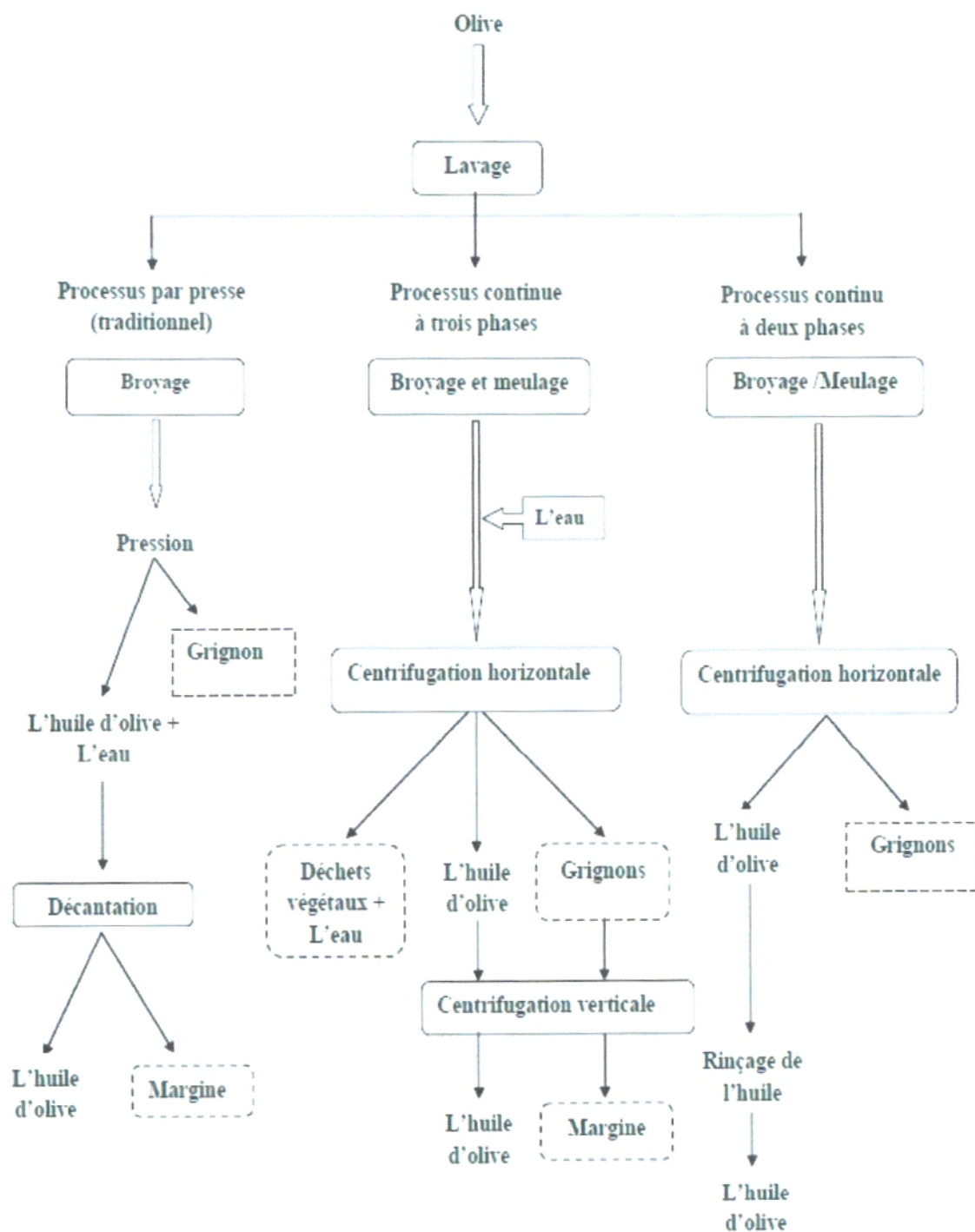


Figure : Schéma général du processus d'extraction de l'huile d'olive (Morillo et al., 2009).



Résumé

L'huile d'olive avec, avec ces particularités, fait l'objet d'un contrôle de qualité assez élaboré qui est basé, entre autres, sur la mise en œuvre d'analyses physico-chimiques destinées à préciser plusieurs indices. Des exemples d'analyse et de résultats sont donnés.

Cette étude porte sur quatre échantillons d'huile d'olive celui de Sidi Bel Abbès, Tlemcen (DIB), Béni Bahdel et Tlemcen (Ouzidène). L'évaluation de la qualité et la conformité de l'huile à la norme établie par le COI et le C.A est basée sur la mise en œuvre d'analyses physico-chimiques destinées à préciser l'état de fraîcheur de l'huile et son degré de pureté tel que la teneur en eau, la densité relative, l'indice de réfraction, l'absorbance dans l'ultra violet, l'indice d'acide, l'indice de saponification, l'indice de peroxyde, l'indice d'iode ainsi que le test de l'insaponifiable et des huiles semi-siccatives.

Les analyses des caractéristiques physiques et chimiques de divers échantillons d'huiles d'olive, ont été effectuées selon les normes commerciales établies par le C.O.I et C.A applicables à l'huile d'olive.

Les résultats ont permis de déduire que la majorité des indices chimiques des quatre huiles répondent aux normes à l'exception de l'indice de saponification pour l'ensemble des échantillons qui est exclu de l'intervalle établi par les normes C.A et C.O.I, ce qui nous amène que certaines huiles sont riches en C16 et d'autre en C18.

La détermination des paramètres physique tel que la densité relative et l'indice de réfraction montre que ses huiles ne sont pas pures de point de vue physique.

L'absorbance dans l'ultraviolet montre que les quatre échantillons ne contiennent pas des produits secondaires.

L'analyse sensorielle montre que les huiles sont des huiles vierges, à l'exception de celle de Sidi Bel Abbès qui est une huile vierge extra.

Le dosage des phénols totaux après leur extraction a permis de déduire que l'huile d'olive de Sidi Bel Abbès présente la valeur la plus élevée mg équivalents en acide gallique/Kg d'huile d'olive, ce qui confère à l'huile une résistance à l'oxydation par stockage à long terme.

Ce résultat peut être lié à une exposition excessive des olives et des huiles extraites à l'air et à la lumière. Le réchauffement de la pâte d'olive et une longue durée de malaxage ne sont pas à écarter non-plus.

Mots clés : huile d'olive, contrôle de qualité physico-chimique, extraction et dosage des phénols totaux, analyse sensorielle, réglementation.

Abstract

Olive oil, with its peculiarities, is the subject of a rather elaborate quality control which is based, inter alia, the implementation of physicochemical analyzes to specify multiple indices. Examples of analytical results are given,

This study focuses on four olive oil samples that of Sidi Bel Abbès, Tlemcen (DIB), Béni Bahdel and Tlemcen (Ouzidène). The evaluation of the quality and compliance of oil to the standard established by the IOC and the CA is based on the implementation of physicochemical analyzes to specify the freshness of the oil and degrees of purity such that the water content, the relative density, the refractive index, the absorbance in the ultraviolet, the acid value, saponification value, peroxide value, the iodine and the test of the unsaponifiables and semi-drying oils index.

Analysis of physical and chemical characteristics of various samples of olive oil were carried out according to commercial standards established by the IOC and CA apply olive oil.

The results were used to deduce that most chemical indices four oils meet the standards except for the saponification to all samples which is excluded from the range established by the CA and IOC standards, which leads some oils are rich in C16 and C18 in another.

The determination of physical parameters such as the relative density and the refractive index shows that its oils are not pure of physical standpoint.

The ultraviolet absorbance shows that the four samples contain no by-products.

Sensory analysis showed that the oils are virgin oils, except that of Sidi Bel Abbès is an extra virgin oil.

The determination of total phenols after extraction were deduced as olive oil Sidi Bel Abbès has the highest value mg gallic acid equivalents / kg of olive oil, which gives the oil a resistance to oxidation by long-term storage.

This result may be related to excessive exposure olives and extracted air and light oils. The warming of the olive paste and a long mixing time is not to dismiss non-plus.

Keywords: olive oil, control of physico-chemical quality, extraction and determination of total phenols, sensory analysis, regulation.

المخلص

زيت الزيتون، مع خصوصياته، هو موضوع علم اقية الجودة متقنة والتيقوم في جملة أمور بتنفيذ التحاليل الفيزيائية وتحليلات لتحديد مؤشر امتددة و يتم اعطاء أمثلة من النتائج التحليلية. تركز دراستنا على أربع عينات من زيت الزيتون وهي سيدي بلعباس بني بهدل تلمسان معصرة ديب تلمسان معصرة أوزيدان. يعتمد تقييم الجودة و مطابقة الزيت للمعايير المتفق عليها من طرف C.O.I/CA على تحديد التحاليل الفيزيائية والكيميائية الموجهة لتحديد حالة الزيت على أنها طازجة و درجتها من النقاء من محتوى الماء، الكثافة النسبية، معامل الانكسار، والامتصاص في الأشعة فوق البنفسجية، معامل الحموضة، معامل التصبين، معامل البيروكسيد، و معامل البيروكسيد و اختبار شبه التحفيز بوت

النتائج سمحت لنا بالاستنتاج أن أغلبية المؤشرات الكميائية للزيوت الأربعة تلي المعايير باستثناء معامل التصبين الذي هو خارج عن مجال المعايير المتفق عليها من طرف وهو ما يقودنا إلى القول بأن بعض الزيوت غنية ب C₁₆ أخرى ب C₁₈

تحديد العواامل الفيزيائية مثل الكثافة النسبية و معامل الانكسار يدل على أنالزيت ليس متفقاً معوجهة النظر الفيزيائية. الامتصاص في الأشعة فوق البنفسجية يبين أن كلالعينات لا تحتوي على مواد ثانوية.

وأظهر التحليل الحسي أن جميعالزيتون يوت هيز يوت صافية، باستثناءزيت سيدي بلعباس التي هيز يتجد صافية معايرة مجموع الفينولات بعد استخلاصها سمح لنا باستنتاج أن زيت زيتون سيدي بلعباس لديها أعلى قيمة 1225 ملغ/كغ الشيء الذي يعطيه مقاومة للأكسدة عند تخزينها على المدى الطويل.

هذاالنتيجة قد تكون بسبب تعرضالزيتون المفرط للهواء واستخراجالزيتون الخفيفة. ارتفاع درجة حرارتهمعجونالزيتون و خلطه لوقطويل.

الكلمات الرئيسية: زيت الزيتون، معايير الجودة الفيزيائية والكيميائية، استخراج وتحديد مجموع الفينولات، التحليل الحسي، التنظيم.