

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Abderrahmane MIRA de Bejaia

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie

Département des Sciences Alimentaires

## *Mémoire de Fin de Cycle*

En vue de l'obtention du Diplôme d'Ingénieur d'Etat en Contrôle de  
Qualité et Analyse

### *Thème*

**Amélioration de la qualité physico-chimique  
d'huile de soja par l'huile d'olive au niveau  
du Complexe Cevital spa de Béjaia**

Proposé par :

M<sup>me</sup> BOUCHEBBAH née DEROUICHE Nabila

M<sup>elle</sup> HADDAD Lila

Membres du jury

Présidente : M<sup>me</sup> LEHOUCHE R.

Promotrice : M<sup>me</sup> MAMOU F.

Co-promoteur : M<sup>r</sup> HAMITRI M.

Examinatrice 1 : M<sup>elle</sup> BENMEDDOUR Z.

Examinatrice 2 : M<sup>elle</sup> Touati N.

2012/2013



## REMERCIEMENTS

*Tout D'abord nous devons dire : DIEU merci pour tout.*

*De nous avoir donné le courage et la volonté pour accomplir ce travail*

*Au terme de ce travail effectué au sein du complexe CEVITAL, il nous est agréable d'adresser nos remerciements à tous ceux qui nous ont prêté mains fortes pour sa réalisation, Louiza, Samia, Khelaf.*

*Nous exprimons nos profondes et respectueuses gratitudees à notre promotrice M<sup>me</sup> MAMOU d'avoir accepté de nous encadré, pour ses orientations et ses conseils qu'elle nous a accordé afin de réaliser ce travail.*

*Nous remercions également les membres de jury: la Présidente M<sup>me</sup> LEHOUCHE et les deux Examinatrices M<sup>lle</sup> BENMEDDOUR et M<sup>lle</sup> TOUATI d'avoir accepté de juger et d'examiner notre travail.*

*Nos remerciements les plus respectueux sont adressés à Mr Hadjel, ainsi que notre Co-promoteur Mr Hamitri M pour sa disponibilité et sa bonne humeur pour leurs collaboration; et tout le personnel du complexe CEVITAL.*

*Nous remercions vont plus particulièrement à nos familles et à nos amies (s) qui ont su nous soutenir et nous encourager tout au long de nos études*

*Merci*

*Lila & Nabila*








## Dédicaces


*Tout au début, je tiens à remercier le bon dieu de m'avoir donné du courage et de patience afin de réaliser ce modeste travail que je dédie à :*


 *A mes très cher enfants Cerine et Yani*


 *A mon marie que j'aime et qui m'a encouragé, aidé pendant toutes mes études de ma 1<sup>er</sup> année jusqu'à aujourd'hui et surtout cette période.*


 *A ma chère mère qui a souffert avec moi et qui ma soutenue encouragé et qui est toujours là pour moi et pour mes enfants, tout au long de mes études.*

 *A toute ma famille mon père et mes frères Hakim, Adel, Noureddine, mouloud.*

 *Ma sœur Chanez à qui je souhaite tout le bonheur du monde.*

 *A toute ma belle-famille : ma belle-mère, mon beau-père, mes belles sœurs, leurs enfants, mes beaux frères, leurs femmes et leurs enfants*

 *Mes copines : surtout Kahina, Hanane, Sonia, Razika, Sonia, Sadjia, Baia, Lila, Nabila*

 *A tous ceux qui m'ont soutenu et aidé pour la réalisation de ce modeste travail et tous ceux qui me sont chers.*

 *A toute la promotion 5<sup>ème</sup> année CQA 2012/2013*

## NABILA







# Dédicaces

- \* *Avant toute chose je tiens à remercier Dieu le plus puissant pour m'avoir donné la force et la patience afin de réaliser ce modeste travail que je dédie ce travail à:*
- \* *A mon père, que dieu l'accueille en son vaste paradis et lui accorde sa miséricord, qui m'a laissé un immense vide, que rien ne pourrait le remplacer, qui a été toujours un exemple pour moi, et qui a veillé à ma réussite en déployant tous les efforts nécessaires. Mon père même si t'es pas là mais ton existence est éternel dans mon cœur.*
- \* *A mon très chère frère, que dieu l'accueille en son vaste paradis et lui accorde sa miséricord, qui à été toujours près de moi et qui est ma donné toute les conseils, et qui à m'aidé beaucoup, et mon encouragés*
- \* *A celle qui ma donné par sa présence un sens à mon existence, qui m'a appris d'être femme et que dans la vie l'amour est sans compter, A celle qui ma soutenu nuits et jours et durant tous mon parcours Pour toi maman.*
- \* *A mes très chères sœurs Wahiba et Zineb pour leur soutient et encouragement et qui je les retrouverai toujours près de moi.*
  - \* *A ma tante Fatma et ma petite tante Rbiha*
  - \* *A mon oncle Bachir qui été Toujours près de nous*
- \* *A la mémoire de mes grands parents et ma grand-mère maternelle que dieu les protèges*
  - \* *A mes oncles, ainsi qu'à leurs femmes*
  - \* *A tous mes cousins et cousines particulièrement ma petit chère Youcef*
  - \* *A mes tantes, Saida et Djamila et leurs mariés ainsi que leurs adorables enfants.*
    - \* *Ma binôme et sa famille*
  - \* *A mes amies Djahida, Sadjia, Sonia, Razika, Yasmina et leurs familles.*
    - \* *A tous mes ami (e) s sans exception.*
    - \* *Toute la promotion CQA.*
    - \* *Je leurs souhaite un avenir plein de joie, de bonheur et de succès.*
- \* *Enfin à tous ceux qui ont contribué de pré ou de loin à l'élaboration de ce travail.*

Lila



# Sommaire

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

---

Introduction ..... 1

---

## Synthèse bibliographique

---

### Huile de Soja et huile de Tournesol

<b>I. L'huile de Soja</b> .....	3
<b>I.1. Origine et définition de soja</b> .....	3
<b>I.2. Composition chimique de la graine de soja</b> .....	3
<b>I.3. Caractéristiques et compositions physico-chimique de l'huile de soja</b> .....	3
<b>I.3.1. Acides gras</b> .....	4
<b>I.3.2. Triglycérides</b> .....	4
<b>I.3.3. Insaponifiable</b> .....	4
<b>I.4. Altération d'huile d'soja</b> .....	5
<b>I.5. Valeurs nutritionnelles de l'huile de soja</b> .....	5
<b>II. huile de Tournesol</b> .....	5
<b>II.1. Origine et Définition</b> .....	5
<b>II.2. Composition de la graine et d'huile de Tournesol</b> .....	6
<b>II.2.1. Acides gras</b> .....	6
<b>II.2.2. Insaponifiables</b> .....	6
<b>II.3. Caractéristiques physico-chimiques d'huile de Tournesol</b> .....	7
<b>II.4. Valeur nutritionnelle d'huile de Tournesol</b> .....	7
<b>III. Raffinage des huiles</b> .....	7
<b>III.1. Définition et but de raffinage</b> .....	7
<b>III.2. Les différentes étapes de raffinage</b> .....	8

## Olive et huile d'olive

<b>IV.1. Olive</b> .....	9
<b>IV.1.2. Structure</b> .....	9
<b>IV.1.3. Composition chimique</b> .....	9
<b>IV.2. Huile d'olive</b> .....	10
<b>IV.2.1. Définition</b> .....	10
<b>IV.2.2. Classification</b> .....	10
<b>IV.2.2.1. Les huiles d'olive vierges</b> .....	10
<b>IV.2.2.2. L'huile d'olive raffinée</b> .....	11
<b>IV.2.2.3. L'huile d'olive</b> .....	11
<b>IV.2.2.4. L'huile de grignons d'olive</b> .....	11
<b>IV.2.3. Composition chimique</b> .....	11
<b>IV.2.3.1. La fraction saponifiable</b> .....	11
<b>2.3.1.1. Les triglycérides</b> .....	12
<b>2.3.1.2 Les acides gras</b> .....	12
<b>IV.2.3.2. La fraction insaponifiable</b> .....	13
<b>2.3.2.1. Les stérols</b> .....	13
<b>2.3.2.2. Les composés phénoliques</b> .....	13
<b>2.3.2.3. Tocophérols</b> .....	14
<b>2.3.2.4. Les pigments</b> .....	14
<b>2.3.2.5. Les composés aromatiques</b> .....	14
<b>2.3.2.6. Autres composés</b> .....	14
<b>IV.2.4. Effets thérapeutiques de l'huile d'olive</b> .....	15
<b>IV.3. Technologies d'extraction de l'huile d'olive</b> .....	15
<b>IV.3.1. Cueillette, Stockage, Effeillage et lavage des olives</b> .....	15
<b>IV.3.2. Broyage des olives et malaxage de la pate</b> .....	16
<b>IV.3.3. Extraction de l'huile d'olive</b> .....	16
<b>IV.3.3.1. Séparation solide - liquide des phases</b> .....	16
<b>IV.3.3.2. Séparation liquide –liquide (huile et phase aqueuse)</b> .....	17
<b>IV.3.4. Filtration</b> .....	17

<b>IV.4. Les critères de qualité</b> .....	17
IV.4.1. L'acidité .....	17
IV.4.2. L'indice de peroxyde .....	18
IV.4.3. Extinction spécifique dans l'UV .....	18
IV.4.4. Evaluation sensorielle .....	18
<b>IV.5. Facteurs influençant sur la qualité d'huile d'olive</b> .....	18
IV.5.1. Les facteurs pédoclimatiques .....	18
IV.5.1.1. Le climat et l'altitude.....	18
IV.5.1.2. Le sol .....	19
IV.5.1.3. L'irrigation .....	19
IV.5.2. L'attaque par les insectes ravageurs .....	19
IV.5.2. La maturité .....	19
IV.5.2. La récolte .....	20
IV.5.2. Le stockage des olives .....	20
IV.5.2. L'influence du système d'extraction .....	20

---

## **Partie expérimentale**

---

### **Matériel et méthodes**

<b>I. Matériel végétal</b> .....	21
<b>II. Méthodes d'analyse</b> .....	21
<b>II.1. Analyse effectuée sur les olives</b> .....	21
- <b>Indice de maturité</b> .....	21
<b>II.2. Analyses effectuées sur les huiles</b> .....	22
II.2.1. <b>Humidité</b> .....	22
II.2.2. <b>Indice de réfraction</b> .....	22
II.2.3. <b>Extinction spécifique dans l'ultra violet</b> .....	22
II.2.4. <b>Acidité</b> .....	23
II.2.5. <b>Indice de peroxyde</b> .....	23



<b>II.2.6. Analyse de pigments</b> .....	24
<b>II.2.7. Détermination de la teneur en composés phénoliques</b> .....	25
a) <b>Extraction des composés phénolique</b> .....	25
b) <b>Dosage des composés phénolique</b> .....	25
c) <b>Dosage des ortho-diphénols</b> .....	25
<b>II.2.8. Composition en acides gras par la CPG</b> .....	26
<b>II.2.9. Stabilité oxydative utilisant le Rancimat</b> .....	27
<b>III. Etude statistique</b> .....	27

### **Résultats et discussion**

<b>II.1 Analyse physique effectué sur les olives</b> .....	28
<b>II.2. Analyse effectué sur les huiles</b> .....	29
<b>II.2.1.Humidité</b> .....	29
<b>II.2.2. Indice de réfraction</b> .....	30
<b>II.2.3. Les absorbances dans l'UV</b> .....	31
<b>II.2.4. Acidité</b> .....	33
<b>II.2.5. Indice de peroxyde</b> .....	34
<b>II.2.6. Les pigments</b> .....	36
<b>II.2.7. Les composés phénoliques</b> .....	39
<b>II.2.8. La composition en acides gras</b> .....	42
<b>II. 2.9. Stabilité oxydative des huiles</b> .....	44

---

<b>Conclusion</b> .....	47
-------------------------	----

---

**Références bibliographiques**

**Annexes**

## *Liste des figures*

<b>Figure 1 :</b> Différentes coupes schématiques de l'olive .....	9
<b>Figure 2 :</b> Indice de maturité des d'olives .....	28
<b>Figure 3:</b> Teneur en eau des différents échantillons d'huiles .....	29
<b>Figure 4 :</b> L'indice de réfraction des différents échantillons d'huiles.....	30
<b>Figure 5 :</b> Absorbance spécifique à 232 nm des différents échantillons.....	31
<b>Figure 6 :</b> Absorbance spécifique à 270 nm des différents échantillons.....	31
<b>Figure 7 :</b> Variation de l'acidité des différents échantillons d'huiles .....	33
<b>Figure 8 :</b> Indice de peroxyde des différents échantillons d'huiles.....	34
<b>Figure 9 :</b> Teneurs en chlorophylles des différents échantillons d'huiles.....	36
<b>Figure 10 :</b> Teneurs en caroténoïdes des différents échantillons d'huiles.....	38
<b>Figure 11:</b> Teneurs en polypphénols totaux des différents échantillons d'huile .....	39
<b>Figure 12:</b> Teneurs en ortho-diphénols des différents échantillons d'huiles .....	41
<b>Figure 13:</b> Temps d'induction (h) des échantillons d'huiles.....	44

## *Lise des Tableaux*

<b>Tableau I :</b> Spécifications de l'huile de soja dégommée brute .....	3
<b>Tableau II :</b> Composition chimique en acide gras de l'huile de soja.....	4
<b>Tableau III :</b> Composition en insaponifiables de l'huile de soja .....	5
<b>Tableau IV:</b> composition de l'huile de tournesol en acides gras .....	6
<b>Tableau V :</b> Composition en insaponifiables de l'huile de tournesol .....	7
<b>Tableau VI :</b> Caractéristiques physiques et chimique de tournesol.....	7
<b>Tableau VII :</b> composition chimique de l'olive.....	9
<b>Tableau VIII :</b> Les différentes catégories d'huile d'olive vierge .....	10
<b>Tableau IX :</b> Les principaux triglycérides de l'huile d'olive .....	12
<b>Tableau X:</b> Composition de l'huile d'olive en acides gras .....	12
<b>Tableau XI :</b> Composition de l'huile d'olive en stérols .....	13
<b>Tableau XII :</b> Composition en acides gras des échantillons d'huiles .....	42



## *Liste des abréviations*

**Abs:** Absorbance

**AG :** Acide gras.

**AGI :** Acides Gras Insaturés

**AGL :** Acides Gras Libres

**AGMI:** Acides Gras MonoInsaturés

**AGPI :** Acides Gras PolyInsaturés

**AGS :** Acides Gras Saturés

**ANOVA:** Analyse de la Variance

**Az :** Huile d'olive Azeradj

**C.E. :** Commission Européenne

**COI :** Conseil Oléicole International

**CPG:** Chromatographie en Phase Gazeuse.

**HDL :** Lipoprotéine à Haute Densité

**IP :** Indice de Peroxyd

**ISO :** International Standard Organisation

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

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

**LDL :** Lipoprotéine à Basse Densité

**Meq :** Milliequivalent

**N.E :** Norme Entreprise

**PAL :** L-phénylalanine ammonia lyase

**ppm :** Partie par million

**So :** huile de Soja

**To :** huile de Tournesol

**UV :** UltraViolet

# *Introduction*

Les huiles d'origine végétales, représentent pratiquement la moitié des corps gras utilisés dans le monde. Elles peuvent être extraites des graines, des noyaux ou des fruits des plantes oléagineuses (**Garcia et al., 2006**). Elles constituent, en effet, l'une des sources énergétiques en alimentation humaine, riches en acides gras essentiels, particulièrement en polyinsaturés mais aussi la meilleure source en vitamine E connue pour ses propriétés antioxydants (**Alais et Linden, 1997**).

Quatre vingt quinze pourcent (95 %) des huiles brutes sont importées en Algérie pour la satisfaction des besoins en huiles qui doivent être traitées. Ces traitements ont pour but d'éliminer une grande partie des composés indésirables, en vue de garantir aux consommateurs, un produit de qualité (**Coutin, 2003**).

L'olivier occupe la 24<sup>ème</sup> place des 35 espèces les plus cultivées dans le monde dont la quasi-totalité de la production d'huile d'olive est concentrée dans le bassin méditerranéen qui représente 99% (**Catherine et al., 2006**). L'Algérie fait partie de ces pays dont le climat est plus propice à la culture de l'olivier qui revêt une importance non négligeable. L'huile d'olive constitue une source de revenu significative pour la population rurale. La wilaya de Bejaia compte actuellement près de 5 millions d'oliviers. Elle est considérée la première wilaya productrice de l'huile d'olive en Algérie (**Anonyme 1, 2010**).

L'huile d'olive a été identifiée comme un modèle nutritionnel, organoleptique et thérapeutique protecteur *vis-à-vis* des risques d'accidents cardiovasculaires et de certains cancers. Ces propriétés sont dues à son profil lipidique (riche en acide oléique) et à la présence de nombreux antioxydants (caroténoïdes, tocophérols et composés phénoliques) jouant le rôle de capteurs des radicaux libres (**Huang et al., 2005; Ghedira et Kyrtopoulos; 2008**).

Néanmoins pour un bon équilibre alimentaire, il est recommandé de consommer un mélange issu de plusieurs huiles végétales faites d'un mélange de plusieurs huiles, à savoir : olive, soja, tournesol...etc. Ces huiles sont riches en acide linoléique, en acide linoléique et en acide oléique qui sont des acides gras très intéressants pour la santé (**Anonyme 2, 2011**). La stabilité thermique des huiles végétales dépend de leur composition, les huiles qui contiennent plus de 2% d'acide linoléique ne peuvent être employées pour la friture car cet acide s'oxyde facilement en donnant des produits irritants et mutagènes (**Alain, 2003**).



C'est dans ce but, que nous nous sommes intéressés à réaliser cette présente étude, qui porte sur des analyses physico-chimique de quatre variétés différentes : deux huiles de table raffinées issues de Cevital (*Soja* et *Tournesol*), et deux variétés d'huiles d'olive issues de la région d'Akbou (*Azeradj* et *Iswel*), et sur des mélanges d'huiles préparés à différentes proportions à partir de trois huiles.

*Synthèse*  
*Synthèse*  
*bibliographique*  
*bibliographique*

*Huile de Soja et*

*Huile de Tournesol*



## I. L'huile de soja

### I.1. Origine et définition de soja

Le soja [*Glycine max*] appartient à la famille des fabacées, sous –famille des *faboidées*, tribu des *phaseoleae*, sous tribu des *Glycininae*, genre glycine .La plante est annuelle, herbacée, dressée, buissonnante, jusqu'à 2 m de haut, parfois volubile (**Rasolohery, 2007**). La forme des graines de soja varie de quasiment sphérique à allongée et plate. Sa structure consiste en une enveloppe externe (pellicule) et deux cotylédons, ainsi que deux structures : l'hypocotyle et la plumule. Les cotylédons représentent 90 % de la masse de la graine, ils contiennent la quasi-totalité de l'huile et des protéines (**Berk, 1993**). Elle est cultivée dans 47 pays mais la majorité des cultures reste localisée aux Etats-Unis, au Brésil, en Argentine et en Chine (**Hubert, 2006**).

### I.2. Composition chimique de la graine de soja

Des études faites sur la matière sèche de soja montrent qu'elle a une teneur élevée en protéines (environ 40%), d'huile (20%), glucide (35%), d'autres composants (4.5) tels que : les phospholipides, les vitamines, et les minéraux. Ces graines doivent avoir une teneur en eau comprise entre 12 à 13% suivant les conditions de stockage, (car au-delà de ces valeurs un risque sérieux d'attaque par les moisissures peut avoir lieu) (**Berk, 1993**).

### I.3. Caractéristiques et compositions physico-chimique de l'huile de soja

L'huile de soja est fluide à température ambiante et d'une couleur jaune plus au moins foncée suivant la nature des graines et les procédées d'extraction. Fraiche, elle a une saveur assez prononcée d'haricot qui s'atténue peu à peu (**Cossut, 2002**). Le tableau VI présente les caractéristiques physico-chimiques de l'huile de soja

**Tableau I: Spécifications de l'huile de soja dégommée brute (Platon, 1988 ; Richard, 2005)**

Densité	0,921 maximum
Humidité et impuretés volatiles	0,3 % maximum
Indice de réfraction	1,476 maximum
Point de fusion	-20 à -23°C
Acides gras libres	0,75 % maximum
Phosphatides (exprimés en phosphores)	0,02 % maximum
Matières insaponifiables	1,5 % maximum
Point d'éclair	121°C minimum

### I.3.1. Acides gras

La principale différence de l'huile de soja par rapport aux autres huiles végétales, elle offre, une combinaison unique de deux acides gras, l'acide linoléique (C18 :2) et l'acide linoléique (C18 :3) (**Debruynne, 2012**). Elle se situe au niveau de la forme d'insaturation et de la présence d'acide linoléique (C 18 : 3) en quantité appréciable. Cet acide étant très sensible à l'oxydation, il conviendrait d'éviter au maximum le contact de huile avec l'oxygène de l'air (**Platon, 1988**). La composition de l'huile de soja en acide gras est indiquée dans le tableau VII.

**Tableau II: Composition chimique en acide gras de l'huile de soja (Pouzet et Uzzan, 1992).**

Acide gras	Nature	Pourcentage en acide gras (mg / 100 g de corps gras)
-Myristique	C <sub>14</sub> :0	< 0,2
-Palmitique	C <sub>16</sub> :0	8 – 13
-Stéarique	C <sub>18</sub> :0	1 – 2
-Oléique	C <sub>18</sub> :1	17 – 26
-Linoléique	C <sub>18</sub> :2	50 – 62
-Linoléique	C <sub>18</sub> :3	4 – 10
-Arachidique	C <sub>20</sub> :0	< 1,2
-Gadoleique	C <sub>20</sub> :1	< 0,4
-Arachidonique	C <sub>20</sub> :3	< 1.2
-Beleique	C <sub>22</sub> :0	< 0,5

### I.3.2 Triglycérides

La teneur en acides gras insaturés de l'huile de soja étant très élevée, les molécules de triglycérides contiennent au moins deux acides gras insaturés et les glycérides di et tri saturés sont pratiquement absents ou en très faibles quantités (**Platon, 1988**).

### I.3.3. Insaponifiables

Ces substances sont de nature très diverses : cires, stérols et antioxydants. Elles sont caractérisées par la présence de nombreux stérols, le  $\beta$  sétostérol est nettement prédominant (60%) (**Runetou, 1999**). Les taux des insaponifiables dans l'huile de soja sont représentés dans le tableau VIII.

Tableau III: Composition en insaponifiables de l'huile de soja (Pouzet *et* Uzzan, 1992).

Type d'insaponifiable	Teneur en mg / 100g de corps gras
- Tocophérols	90 – 220
-Stérols	150 – 380
-Compéstérol	19
-Stigmastérol	250
-B - Silosterol	57

#### I.4. Altération de l'huile de soja

Plusieurs facteurs peuvent déclencher ou activer les phénomènes d'oxydation, dont la lumière(UV), la température, métaux (Fe, Cu), les Pigments, l'activité d'eau ; la teneur en humidité des huiles, enzymes (Lipases endogène), et le degré d'instauration (**Berk, 1993 ; Dilmi-Bouras, 2004**). De plus la résistance des corps gras à la chaleur est variable : il existe pour chacun d'eux une température critique (points de fumée) à ne pas dépasser, au-delà de laquelle, les corps gras produisent des composés toxiques, irritants pour les muqueuses digestives et qui oxydent les caroténoïdes et les vitamines A et B (**Cossut, 2002**).

#### I.5. Valeurs nutritionnelles de l'huile de soja

L'huile de soja est, riche en acides gras essentiels et pauvres en cholestérol. C'est une huile de table excellente par sa teneur en acide linoléique qui la rend fragile à la chaleur. C'est une bonne source de vitamines, elle est naturellement protégée à l'oxydation par la vitamine E qu'elle contient. La richesse de l'huile de soja en acides gras essentiels, la met en premier rang après le tournesol, et la rend très intéressante dans le cas d'hypercholestérolémie et d'athérosclérose (**Paule, 2001**). Le soja a des effets bénéfiques sur la santé. En effet, il a un rôle protecteur contre les maladies cardio-vasculaire, comme elle peut diminuer les risques de certains cancers... (**Jacques, 2010**).

## II. Huile de Tournesol

### II.1.Origine et définition

*Helianthus Annus*, connue sous le nom de tournesol, appartient à la famille des composés Astéracées et au genre *Helianthus*, originaire d'Amérique du nord, où il fut traditionnellement cultivé par les indiens. Le tournesol, fait son apparition au 16<sup>ème</sup> siècle (**Merrien, 1992**). Il doit son nom à la propriété de sa fleur qui est jaune et qui se tourne vers le soleil, et dont les graines fournissent une huile comestible (**Corine, 1989**). On distingue

deux classes de tournesol ; standard et oléique : Tournesol standard les huiles obtenues à partir du tournesol standard ont comme caractéristique essentielle la richesse en acide linoléique (60 à 70 %) et d'acide oléique (15 à 20%) (**Del-Planque, 2000**). Le tournesol oléique l'apparition de ce type du tournesol fut mentionné pour la première fois en Russie dans les années 70. Il Est riche en acide oléique (83 %) (**Karleskind, 1992**).

## II.2.Composition de la graine et de l'huile de tournesol

La graine de tournesol est sous forme d'akène allongée et légèrement aplatie, elle est constituée d'eau (9%), de protéines (18%), de lipides (44%), de cellulose (15%) et d'autres matières (14%) (**Rogis, 2002**).

L'huile de tournesol est extraite des graines dont la teneur varie de 44% à 50% .Elle est composée essentiellement de triglycérides (98% à 99%) et d'une faible fraction de substances diverses d'insaponifiables (**Merrien et Pouzet, 1992**).

### II.2.1 Acides gras

La composition en acides gras de l'huile de tournesol est présentée dans le tableau IX

**Tableau IV : Composition de l'huile de tournesol en acides gras (Merrien et Pouzet, 1992)**

Acides gras	Nature	% acide gras total
Acide palmitique	C16 :0	5 – 7
Acide palmitoléique	C16 :1	≤0.4
Acide stéarique	C18 :0	4 - 6
Acide oléique	C18 :1	15 - 25
Acide linoléique	C18 :2	62 - 70
Acide linoléique	C18 :3	≤0.2
Acide arachidonique	C20 :0	<1
Acide gadoleique	C20 :1	<0.5
Acide behénique	C22 :0	<1

### II.2.2. Insaponifiables

La teneur en insaponifiable est variable selon la nature de l'huile, celle du tournesol est comprise entre 0,5 et 1,5 %, le tableau X résume tous les constituants principaux d'insaponifiables (**Merrien, 1992**).

**Tableau V: Composition en insaponifiables de l'huile de tournesol (Merrien, 1992)**

Insaponifiables	Quantité en (mg /100 g de corps gras)
Teneur en stérols	325 – 515
Teneur en hydrocarbure	15 – 57
Teneur en tocophérols	44 – 120
Teneur en alcool	100

### II.3. Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de tournesol

Toutes les caractéristiques physico-chimiques de l'huile de tournesol sont représentées dans le tableau XI (Merrien, 1992).

**Tableau VI: Caractéristiques physico- chimiques de tournesol (Merrien, 1992).**

- Densité à 20° C	0.920 à 0.925
- Viscosité à 20 ° C	51 à 57
- L'indice de réfraction	1,474 à 1,476
-L'indice d'iode	120 à 134
- L'indice de saponification	188 à 193

### II.4. Valeur nutritionnelle de l'huile de tournesol

C'est une huile utilisée comme huile de table, grâce à sa richesse en acides gras essentiels. Elle a une très bonne action sur la peau, les muqueuses, le système nerveux et endocrinien, elle est importante à l'activité en cas d'hypercholestérolémie, d'athérosclérose, et d'une manière générale dans toutes les maladies cardio-vasculaires (Cossut, 2002).

## III. Raffinage des huiles

### III-1. Définition et but du raffinage

Le raffinage est l'ensemble des opérations qui servent à transformer l'huile brute en un produit comestible en éliminant les impuretés qui le rendent impropres à la consommation en l'état (Aboutayeb, 2011). Il a pour but de maintenir les substances nobles tels que les antioxydants (les tocophérols), d'améliorer les caractéristiques organoleptiques et nutritionnels ainsi que la stabilité des corps gras. Pour ce, le raffinage met en œuvre plusieurs étapes pour éliminer des composés indésirables (gommes, cires, acides gras libres, pigments,



traces métalliques, composés odorants volatils) et les contaminants potentiellement présents dans les matières premières (**Xavier et al., 2010**).

### **III.2. Les différentes étapes du raffinage**

#### **III.2.1. Démucilagination**

C'est l'opération qui consiste à éliminer les phosphatides par action d'acide phosphorique en formant des mucilages qui sont éliminés par centrifugation (**Denise, 1982; Cossut, 2002**).

#### **III.2.2. Neutralisation**

Elle se fait par la soude caustique, en éliminant les acides gras indésirables sous forme de savons appelés pâtes de neutralisation ou soapstocks (**Karleskind, 1992**).

#### **III.2.3. Décirage :**

Le but de cette opération est d'éliminer les cires présentes qui deviennent solides à des températures ambiantes, provoquant la formation d'un trouble (**Denise, 1992**).

#### **III.2.4. Lavage et séchage :**

Le lavage permet d'éliminer les substances alcalines (savons et soude en excès) présentes dans l'huile à la sortie de la neutralisation, ainsi que les dernières traces de métaux, des phospholipides et autres impuretés. Puis l'huile est séchée par pulvérisation sous vide à 90°C (**Denise, 1992**).

#### **III.2.5. Décoloration et désodorisation**

La décoloration consiste à éliminer les pigments colorés par adsorption sur la terre décolorante, suivi d'une filtration qui permet d'obtenir une huile limpide débarrassée de toutes impuretés. La désodorisation c'est la dernière étape du raffinage, elle est effectuée à haute température; l'huile désodorisée doit présenter des caractéristiques physiques et chimiques qui lui garantissent une stabilité suffisante dans le temps (**Denise, 1992**).

Les différentes étapes de raffinage sont présentées dans l'annexe 2.

*Olive et*

*Huile d'olive*

## IV. Olive et huile d'olive

### IV.1. Olive

#### IV.1.1. Définition

L'olive est une drupe charnue, de forme ovoïde. Sa couleur varie du vert au noir en passant par la couleur rose violacée, selon le degré de la maturation du fruit. Son poids varie de 2 à 12 g (COI, 2003).

#### IV.1.2. Structure

Elle est constituée de l'épicarpe (cuticule), qui représente 2 à 3% du poids du fruit, du mésocarpe (pulpe) et de l'endocarpe. Ces deux derniers compartiments couvrent respectivement 84 à 90 % et 2 à 3 % du poids du fruit (Rohelly, 2000). La figure 1 représente une structure schématique de l'olive :

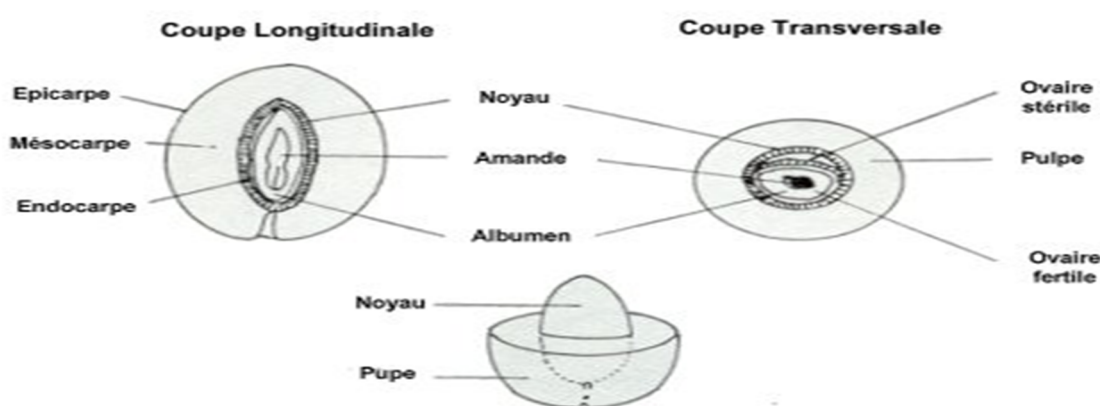


Figure 1 : Différentes coupes schématiques de l'olive (Anonyme 3, 2007)

#### IV.1.3. Composition chimique

Les principaux constituants de l'olive sont l'eau, les polysaccharides et les triglycérides. En plus, on trouve aussi une très grande variété de composés qui sont présents en petites quantités qui confèrent à l'huile d'une part, une partie de ses qualités gustatives et nutritionnelles et d'autre part sa stabilité (Gomez-Rico *et al.*, 2008). Le tableau VII montre la composition chimique de l'olive.

Tableau VII : Composition chimique de l'olive (Roehly, 2000).

Composants	Taux (%/ poids total du fruit)
Polysaccharides (hémicellulose, cellulose, pectines)	27%
Lipides	21%
Mono et disaccharides	03%
Cires, triterpenes, phénols	01%
Eau	48%
Autres composés : alcanes, alkyls, esters...etc.	traces

## IV.2. huile d'olive

### IV.2.1. Définition

L'huile d'olive est un jus huileux extrait à partir du fruit des olives (*Olea europea*). Elle possède naturellement des caractéristiques exceptionnelles de parfum et de saveur (Argenson *et al.*, 1999).

C'est une huile claire, limpide, sans sédiments, de couleur jaune à jaune brune. Elle est parfaitement fluide et onctueuse, son odeur est faible et agréable, sa saveur est douce et laisse après, une légère accruté. Ses qualités varient en fonction de la variété, du degré de maturation des olives et surtout des conditions climatiques (Perrin, 1992).

### IV.2.2. Classification

Selon leur procédé de fabrication et de manipulation, les huiles reçoivent différentes dénominations correspondant à des critères fixés par la réglementation (Vican, 2006).

#### IV.2.2.1. Les huiles d'olive vierges

Sont les huiles obtenues du fruit de l'olivier uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions, thermiques notamment, qui n'entraînent pas son altération, et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration (COI, 2011). Cette huile renferme les catégories qui sont regroupées dans le tableau VIII.

**Tableau VIII : Les différentes catégories d'huile d'olive vierge (Vican, 2006)**

Qualité	Teneur en acide oléique pour 100g d'olive	Qualité gustative
Huile d'olive vierge extra	Jusqu'à 0,8g	Supérieure ou égale à 6,5
Huile d'olive vierge (ou « fine »)	Jusqu'à 2g	Supérieure ou égale à 5,5
Huile d'olive vierge courante	Jusqu'à 3,3g	Minimum de 3,5
Huile d'olive vierge lampante	Supérieure à 3,3g	Inférieure à 3,5

Seule l'huile d'olive vierge lampante, qui n'est pas propre à la consommation en l'état, est que destinée aux industries de raffinage ou à des usages techniques (COI, 2011).

**IV.2.2.2. L'huile d'olive raffinée**

Huile d'olive obtenue des huiles d'olive vierges par des techniques de raffinage qui n'entraînent pas de modifications de la structure glycéridique initiale. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,3 gramme pour 100 grammes (COI, 2011).

**IV.2.2.3. L'huile d'olive**

Huile constituée par le coupage d'huile d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges propres à la consommation en l'état. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 1 gramme pour 100 grammes (COI, 2011).

**IV.2.2.4. L'huile de grignons d'olive**

Huile obtenue par traitement aux solvants ou d'autres procédés physiques, des grignons d'olive, à l'exclusion des huiles obtenues par des procédés de réestérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature. Elle est commercialisée selon les dénominations et définitions ci-après (COI, 2011).

- **Huile de grignons d'olive brute** : Elle est destinée au raffinage en vue de son utilisation pour la consommation humaine ou destinée à des usages techniques.

- **Huile de grignons d'olive raffinée** : obtenue à partir de l'huile de grignons d'olive brute par des techniques de raffinage. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,3 gramme pour 100 grammes.

- **Huile de grignons d'olive** : constituée par le coupage d'huile de grignons d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 1 gramme pour 100 grammes.

**IV.2.3. Composition chimique**

L'huile d'olive est composée principalement de triglycérides et d'une quantité mineure d'acides gras libres, glycérols, pigments, composés aromatiques, stérols, tocophérols, phénols et substances résineuses non identifiées (Kiristakis, 1998). De manière générale, Les constituants de l'huile d'olive peuvent être divisés en fractions saponifiable et insaponifiable (Alarcon de Lastra *et al.*, 2001).

**IV.2.3.1. La fraction saponifiable**

La quasi-totalité de la composition de l'huile d'olive est représentée par la fraction saponifiable, environ 99%. Elle se compose essentiellement de triglycérides, et d'acides gras, (Bianchi, 1999).

### 2.3.1.1. Les triglycérides

Ce sont des esters d'acides gras et du glycérol. Ils constituent le principal composant de l'huile d'olive, environ 98%, dont le triglycéride majoritaire est la trioléine (ooo) (Alonso-Salces *et al.*, 2010). Les principaux triglycérides de l'huile d'olive sont représentés dans le tableau IX.

**Tableau IX : Les principaux triglycérides de l'huile d'olive (Boskou *et al.*, 2006)**

Nature	%des triglycérides
Trioléine (OOO)	40-59
Palmitoyldioléine (POO)	12-20
Linoléyldioléine (LOO)	12,5-20
Palmityl-2oléo-3-linoéine (POL)	5,5-7
Stéaryldioléine (SOO)	3-7

### 2.3.1.2 Les acides gras

En tant que principaux constituants de la matière grasse, les acides gras constituent un paramètre important pour la caractérisation des huiles d'olives. Or, c'est du point de vue quantitatif que les acides gras permettent de faire la distinction entre différents échantillons car les huiles d'olives sont constituées qualitativement par les mêmes acides gras (Al-Ismail *et al.*, 2010).

L'huile d'olive a un profil d'acides gras caractéristique, dominé par l'acide oléique (C18 :1), l'acide linoléique (C18:2), l'acide palmitique (C16 :1) et l'acide stéarique(C18 :0) (Diraman et Dibeklioglu, 2009). Les principaux acides gras de l'huile d'olive sont représentés dans le tableau X.

**Tableau X: Composition de l'huile d'olive en acides gras (COI, 2003).**

Acides gras	Longueur de la chaîne et nombre d'insaturation	Teneur en %
-Acide oléique	C 18: 1	55-83
-Acide linoléique	C 18: 2	3,5-21
-Acide palmitique	C 16: 0	7,5-20
-Acide stéarique	C 18: 0	0,5-5
-Acide palmitoléique	C 16: 1	0,3-3,5
-Acide linoléinique	C 18: 3	≤1,0
-Acide arachidique	C 20: 0	≤0,6
-Acide gadoleique	C 20: 1	≤0,4
-Acide héptadécanoique	C 17: 0	≤0,3
-Acide héptadécénoique	C 17: 1	≤0,3
-Acide béhenique	C 22: 0	≤0,2
-Acide lignocérique	C 24: 0	≤0,2
-Acide myristique	C 14: 0	≤0,05

La norme européenne (CE, 2002) stipule que des teneurs en trans oléique, trans (linoléique + linoléniq) doivent être respectivement inférieures à 0, 05%.

#### IV.2.3.2. La fraction insaponifiable

Elle est appelée également fraction non glycéridique et souvent accompagnée des termes « composants mineurs » elle est constituée de : hydrocarbures, squalène, beta-carotène, tocophérols, phénols et substances dérivées, esters, aldéhydes, cétones, alcools aliphatiques, alcools terpéniques et stérols (Bianchi, 1999).

##### 2.3.2.1. Les stérols

Les stérols représentent les constituants majeurs de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive, sous forme libre ou estérifiée avec les acides gras (Philips *et al.*, 2002). En général, le contenu en stérols totaux est d'environ 100 à 300 mg pour 100g d'huile (Ryan *et al.*, 1998). Les principaux stérols dans l'huile d'olive sont présentés dans le tableau XI.

Tableau XI : Composition de l'huile d'olive en stérols (Uzzan, 1992).

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

##### 2.3.2.2. Les composés phénoliques

Les composés phénoliques font partie de la fraction polaire de l'huile d'olive (Garcia *et al.*, 2003). Elle est quasiment la seule huile à contenir des quantités notables de substances phénoliques naturelles (Tura *et al.*, 2007).

La teneur en composés phénoliques est un facteur important pour évaluer la qualité de l'huile d'olive (Carrasco *et al.*, 2006). Leurs teneurs dépendent non seulement de la variété, mais aussi de la maturation des fruits, du climat et du procédé d'extraction (Saitta *et al.*, 2009), ces composés confèrent à l'huile son goût si particulier à la fois amère et fruité (Tura *et al.*, 2007; Ocakoglu *et al.*, 2009), et interviennent dans la stabilité oxydative par leur fonction de piégeage de radicaux libres dans l'auto oxydation, augmentant ainsi la durée de conservation de l'huile (Manna *et al.*, 2002).



### 2.3.2.3. Tocophérols

Les tocophérols sont des composés importants de l'huile d'olive en raison de leur contribution à la stabilité oxydative et à la qualité nutritionnelle de produit (**Ibanez et al., 2000; Gimeno et al., 2002**). Parmi les tocophérols présents dans l'huile d'olive, on dénombre quatre formes ; ( $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ,  $\delta$ ), dont l' $\alpha$ - tocophérol est le plus dominant (90 et 95 %) et qui présente une forte activité antioxydante (**Ryan et al., 1998; Matos et al., 2007**). Il présente également un effet synergique avec le  $\beta$ -carotène en le protégeant contre l'oxydation (**Kalogeropoulos et al., 2007**). La concentration en tocophérols dans l'huile d'olive varie entre 150 et 250 mg/kg (**Mauro, 2003**).

### 2.3.2.4. Les pigments

La chlorophylle a et b et la phéophytine a et b ainsi que les caroténoïdes sont les pigments responsables de la couleur de l'huile d'olive. Leur présence dépend de la variété, du degré de maturité, des conditions environnementales, des procédés d'extraction et des conditions de stockage (**Rahmani et Csallany, 1991**).

En présence de lumière, les chlorophylles et les phéophytine réagissent directement sur les acides gras insaturés de l'huile en donnant des hydroperoxydes très instables qui peuvent se décomposer pour donner des composés volatils qui sont à l'origine du rancissement de l'huile. En revanche, le  $\beta$ -carotène aurait pour rôle de filtrer les longueurs d'onde actives des radiations lumineuses en protégeant ainsi l'huile contre l'activation de l'oxygène par la lumière (**Ben Tekaya et Hassouna, 2007**).

### 2.3.2.5. Les composés aromatiques

On estime que plus de 70 de ces composés participent à l'amélioration du parfum et de goût caractéristique de l'huile d'olive (**Dhifi et al., 2006; Baccouri et al., 2007**).

Ces composés se développent après extraction de l'huile (**Kiritsakis, 1998**). Parmi eux figurent les produits de dégradation d'acides gras insaturés ; (les aldéhydes, les hydrocarbures aliphatiques et aromatiques, les alcools,...) (**Assman et Warburg, 2000**).

### 2.3.2.6. Autres composés

Le principal hydrocarbure de l'huile d'olive est le squalène ( $C_{30}H_{50}$ ), un triterpène qui apparaît dans la voie de la biosynthèse du cholestérol. Il représente 30 à 50 % des constituants mineurs de l'huile d'olive avec une teneur de 3 à 7 mg/g (**Assman, 2008 warburg**).

C'est un régénérateur probable de l' $\alpha$ -tocopherol ce qui implique ainsi une activité antioxydante de ce hydrocarbure polyinsaturé (**Manzi et al., 1998**). Outre le squalène, l'huile d'olive contient aussi d'autres hydrocarbures, mais en moindres quantités tels que le phénanthrène, le pyrène, le fluoranthrène, le 1,2 benzanthracène, le chrysène le périlène les alcools aliphatiques et des phospholipides (**Angerosa et al., 2004; Garcia-Gonzalez et Aparicio, 2008; Baldioli et al., 1996**).

#### **IV.2.4. Effets thérapeutiques de l'huile d'olive**

L'huile d'olive est la seule qui contient une quantité particulièrement élevée de  $\beta$ -sitostérol, substance que s'oppose à l'absorption intestinale du cholestérol (**ONH, 2012**). L'huile d'olive est reconnue pour les bienfaits qu'elle procure dans un très large éventail de maux et de symptômes. L'huile d'olive est largement plébiscitée par le corps médical, qui a démontré son action bénéfique dans la prévention de certaines maladies, dont ses bienfaits sanitaires proviennent de la composition riche en antioxydants (**ONH, 2012**). Elle diminue les risques des maladies cardiovasculaires, tout en abaissant le taux de cholestérol LDL et en augmentant celui des cholestérols HDL (**Jones et al., 2007**). Comme elle intervient dans préventions du diabète (**Rosa et al., 2007**).

L'huile d'olive est un puissant régénérateur pour la fois et préserve certains cancers. Elle soigne les coliques, les hémorroïdes, est étant favorable à la croissance osseuse. Cette huile est un transporteurs de vitamines A, D, E et K (**ONH, 2012**). La vitamine E, les caroténoïdes et les composés phénoliques sont des antioxydants qui ont démontré des effets considérables dans la prévention des certaines maladies et de vieillissement (**Huaug et al., 2008**).

### **IV.3. Technologies d'extraction de l'huile d'olive :**

#### **IV.3.1. Cueillette, Stockage, Effeillage et lavage des olives**

Les méthodes les plus anciennes de cueillette sont la cueillette à la main et le gaulage à l'aide de longues perches. Cependant, dans les grandes exploitations, on peut utiliser la méthode mécanique qui consiste à secouer l'arbre à l'aide d'une machine à vibrer pour faire tomber les fruits (**Ranalli et al., 2002**). Pour atténuer l'altération des olives, on peut opérer des stockages en silos ventilés ou greniers à olives, en bacs superposés en matière plastique, avec utilisation de fongicides, en saumures, en atmosphère contrôlée, sous froid. La seule manière

de limiter l'altération des olives est de réduire la durée de stockage au minimum possible (2 à 5 jours) (**Chimi et Ouaouich, 2007**).

L'effeuillage effectuées par des appareils munis d'un système d'aspiration pour l'élimination des feuilles, et d'un bassin de circulation forcée d'eau, pour le lavage des olives, afin de débarrasser les fruits de toutes leurs impuretés qui risquent d'altérer l'huile (**Di Giovacchino, 1991 ; Uzzan, 1992**).

#### **IV.3.2. Broyage des olives et malaxage de la pâte**

Les olives sont broyées entièrement avec leurs noyaux jusqu'à l'obtention d'une pâte homogène. Cette opération a pour but la rupture des cellules de la pulpe, le concassage du noyau et l'écrasement de l'amande, donc la libération de l'huile des vacuoles (**Di Giovacchino, 1991**). Le malaxage est une étape qui permet de concentrer les gouttelettes d'huiles dispersées dans la pâte broyée en gouttes de dimensions plus grandes et de les séparer des autres phases solide et liquide aqueuse (**Bianchi, 1999; Benyahia et Zein, 2003**).

#### **IV.3.3. Extraction de l'huile d'olive**

##### **IV.3.3.1. Séparation solide - liquide des phases**

###### **- Extraction par pression**

La pression est le procédé le plus ancien. La pâte est répartie en couches sur des scourtins, disque en fibre naturel ou synthétique faisant office d'armature et permettant la filtration lors de la pression. Ces disques sont empilés pour être pressés ensuite obtenir deux phases, une phase liquide, huile et eau de végétation (margine), et une phase solide (grignons) qui reste entre les scourtins (**Benyahia et Zein, 2003**).

###### **- Extraction par centrifugation**

Par l'effet de la force centrifuge que génère le décanteur centrifuge horizontal : décanteur qui permet de séparer les composants de la pâte d'olive malaxée en fonction de sa densité. Il existe deux types de décanteurs en fonction des produits issus de la centrifugation ; dans le cas de la séparation intermittente donnant lieu à la production des trois composants - huile, grignon et margine- il est appelé à trois phases. Dans le cas de la séparation interne des trois composants produisant la sortie indépendante de l'huile et de l'ensemble grignon plus eau de végétation, il est appelé à deux phases (**COI, 2006**).

**- Extraction par percolation**

Cette extraction est réalisée grâce à la différence des tensions interfaciales de l'huile et des margines par rapport à une surface métallique constituée de lames d'acier. Ces dernières est immergée dans la pâte et se couvre préférentiellement d'huile qu'elle laisse s'égoutter quand elle est retirée de la masse pâteuse (**Gunstone, 2002**).

**IV.3.3.2. Séparation liquide-liquide (huile et phase aqueuse)**

Les deux constituants de la phase liquide sont séparés par voie mécanique, soit par simple décantation, soit par centrifugation. La décantation naturelle, due à la différence de densité et de miscibilité des composants du jus de l'olive: huile, eau, fragments de matières solides dans les bacs à décantation. La centrifugation, au moyen d'un processus utilisant la force centrifuge pour séparer l'huile de la fraction aqueuse, en utilisant un équipement appelé séparateur centrifuge vertical (**COI, 2006**).

**IV.3.4. Filtration**

L'huile d'olive est simplement filtrée sur papier ou sur terre inerte pour éliminer les dernières traces d'impuretés et d'eau et lui donner sa brillance caractéristique. Ce traitement ne modifie en rien les propriétés et les caractéristiques (**Uzzan, 1994**)

**IV.4. Les critères de qualité**

Du point de vue réglementaire, le Conseil Oléicole International (**COI, 2001**) et la Commission Européenne (**CE, 1991**) ont défini la qualité d'huile d'olive en se basant sur certains paramètres et indicateurs avec principalement le degré d'acidité (exprimé en pourcentage d'acide oléique), l'indice de peroxyde, les valeurs d'extinctions spécifiques des absorbances dans l'UV à 232 nm et 270 nm et la note organoleptique (**Tanouti et al., 2010**).

**IV.4.1. L'acidité**

L'acidité, est le premier critère de qualité déterminée objectivement, elle prend compte de l'altération hydrolytique et concerne principalement la matière première et se développe avec les fruits, à la suite de mauvaises conditions de stockage, éventuellement avec des huiles mal préparées (décantation, filtration). Les valeurs les plus faibles en acidité étant de l'ordre de 0,2% (**Mordret et al., 1997**).

#### **IV.4.2. L'indice de peroxyde**

L'indice de peroxyde quant à lui est exprimé généralement en milliéquivalent d'oxygène par kg d'huile, cet indice sert à évaluer l'état de conservation d'une matière grasse au cours du stockage, et ne doit pas dépasser 20 meq O<sub>2</sub>/Kg pour toutes les catégories d'huile d'olive. Il indique l'état de rancissement de l'huile d'olive qui pourrait être lié à l'état avancé de maturation des olives, à l'exposition des olives et/ou l'huile d'olive à l'oxydation lors des différentes étapes de trituration et lors du stockage. Cette indice sert à évaluer la quantité de peroxydes présents dans l'huile (quantité d'acide gras à l'état rance) (**Tanouti et al., 2010**).

#### **IV.4.3. Extinction spécifique dans l'UV**

L'examen spectrophotométrique dans l'ultraviolet peut fournir des indications sur la qualité d'une matière grasse sur son état de conservation et sur les modifications dues aux processus technologiques (**COI, 2001**). Les méthodes reposent sur la détermination des coefficients d'extinction à 232 et à 270 nm approximativement, qui correspond à l'absorption des diènes et triènes conjugués qui résultent de la décomposition de l'huile (**Ryan et al., 1998**).

#### **IV.4.4. Evaluation sensorielle**

La classification dans les catégories vierge extra, vierge, vierge courante et vierge lampante. Tient compte des critères physico-chimiques mais aussi des caractéristiques organoleptiques des huiles ; elles permettent d'assurer aux consommateurs un produit de qualité, en particulier sur le plan sensoriel (**Raoux, 1998**).

Selon **COI (2003)**, les différentes classes de l'huile d'olive et leurs critères de qualité sont rassemblés dans le tableau I en (Annexe I).

### **IV.5. Facteurs influençant sur la qualité de l'huile d'olive**

#### **IV.5.1. Les facteurs pédoclimatiques**

Ce sont les conditions du milieu, qui permettent à l'olivier d'exprimer toute sa capacité de production. Ces facteurs jouent un rôle important sur la composition chimique de l'huile d'olive (**D'Imperio et al., 2007**). Parmi ces facteurs on distingue :

##### **IV.5.1.1. Le climat et l'altitude**

Le climat exerce une grande influence sur la maturation du fruit et donc sur la composition chimique et sur la qualité de l'huile. Les composants les plus affectés sont les

alcools aliphatiques, et les composés phénoliques. (Ryan *et al.*, 1998). Alors que la teneur en composés volatils mineurs est sensible à l'altitude des oliviers (D'Imperio *et al.*, 2007).

#### **IV.5.1.2. Le sol**

L'influence du sol sur la qualité de l'huile d'olive est un phénomène assez complexe. En général, les terres grasses produisent comparativement des huiles moins aromatiques que les terres maigres avec des arbres moins productifs. De plus, les huiles provenant des sols calcaires ont une acidité plus basse que celles des sols argileux (Ryan *et al.*, 1998).

#### **IV.5.1.3. L'irrigation**

L'irrigation semble avoir une influence profonde sur le rendement de l'huile d'olive. Celui ci diminue linéairement avec l'augmentation de l'eau d'irrigation. La teneur en composés phénoliques diminue de manière significative, en conséquence, les caractéristiques organoleptiques et la capacité antioxydante de l'huile diminuent (Gomez-Rico *et al.*, 2007).

#### **IV.5.2. L'attaque par les insectes ravageurs**

L'olivier est attaqué par une faune assez diversifiée avec notamment des espèces phytophage qui peuvent causer des dégâts importants, tant sur le plan quantitatif que qualitatif. La mouche de l'olive (*Bactrocera Oleae*) entraîne une chute précoce des fruits et la perte d'une partie de la drupe du fruit, ce qui diminue le rendement en huile. Cependant, les dégâts causés par cette mouche vont encore plus loin et semblent être essentiellement d'ordre qualitatif en causant des détériorations ultérieures de la qualité de l'huile d'olive se traduisant par une augmentation remarquable de l'acidité de cette dernière (Rahmani, 1999).

#### **IV.5.3. La maturation**

La maturation exerce une influence sur la composition de l'huile d'olive (Matos *et al.*, 2007). Le premier stade de maturation est caractérisé par une couleur verte, due à une concentration maximale en chlorophylles et caroténoïdes. La teneur en ces pigments diminue graduellement et tends à disparaître avec l'évolution de la maturation et sont graduellement remplacés par les anthocyanes, ce qui donne aux olives et par la suite à l'huile d'olive des caractéristiques organoleptiques différentes (Al-Maaith *et al.*, 2009). Au début de la maturité des olives, l'huile présente des teneurs faibles en acides oléique, stéarique et linoléique. Ces teneurs augmentent au fur et à mesure de la maturité des olives alors que les acides : palmitique, palmitoléique et linoléique diminuent (Ait Yacine *et al.*, 2002).

La composition et la teneur en polyphénols totaux se trouve également affectée par la maturation (**Gomez- Rico *et al.*, 2008**). Ainsi, une chute considérable dans la concentration en oleuropéine au cours de la maturation a été constatée (**Gimeno *et al.*, 2002**).

#### **IV.5.4. La récolte**

La récolte est une opération primaire, qui doit être contrôlée de près. Etant donné qu'elle contribue à la production d'une huile de qualité élevée. Cette dernière est affectée aussi bien par les modalités de récolte que par la période à laquelle intervient celle-ci (**Dugo *et al.*, 2004**).

#### **IV.5.5. Le stockage des olives**

Le stockage et le transport des olives dans des sacs en plastique étant le moyen le plus communément utilisé, celui-ci a des conséquences négatives sur la qualité des huiles extraites (**Koprivnjak *et al.*, 2005**). En effet, les caractéristiques organoleptiques de l'huile s'avèrent affectées négativement par le développement de composés volatils indésirables tels que le méthanol, l'éthanol et le 2-méthyle butanol et la diminution du contenu en hexanal et cis -3-hexanol responsables d'une flaveur agréable de l'huile d'olive. Aussi des changements rapides sur les caractéristiques physico-chimiques évoluent de manière significative pendant une durée de stockage de 15 jours (**Koprivnjak *et al.*, 2005**).

#### **IV.5.6. L'influence du système d'extraction**

Les différents systèmes d'extraction influent sur les caractéristiques qualitatives de l'huile (**Gimeno *et al.*, 2002**).

Les huiles produites par les systèmes traditionnels de pression ont une acidité plus élevée que celles du système de centrifugation. Ce résultat est dû à un contact de l'huile en formation avec les margines, ce qui favorise le processus d'hydrolyse des triglycérides et de libération des acides gras (**Sifi *et al.*, 2001**).

Le taux des phénols totaux est plus faible dans le cas de l'huile obtenue par le système continu cela est tout à fait concevable dans la mesure où l'utilisation de l'eau lors de la trituration en système continu entraîne une perte des polyphénols solubles qui se trouvent éliminés dans les margines (**Sifi *et al.*, 2001; Cevdet *et Kemal-Unal*, 2006**).



*Partie*  
*Partie*  
*Expérimentale*

*Matériel et*

*Méthodes*

## I. Matériel végétal

Notre étude porte sur quatre huiles végétales; ainsi que sur des mélanges réalisés à différents taux issus de trois échantillons d'huiles. Deux variétés d'huile d'olive, *Azeradj* et *Iswel*, provenant de la région d'Akbou, et deux huiles de table produites après le raffinage ou le stockage, par Cevital qui sont le *Soja* et le *Tournesol* après avoir subi différentes étapes de raffinage.

La récolte des olives est réalisée au cours du mois de février de la campagne 2013, à la main, la cueillette est faite au hasard autour de l'arbre. Après la récolte, les olives sont effeuillées puis lavées afin de subir les différents traitements.

Les pourcentages des mélanges d'huiles sont choisis comme suit:

- 20% de l'huile d'olive Azeradj (Az) et 80% de l'huile de soja (So)
- 15% de l'huile d'olive Azeradj (Az) et 85% de l'huile de soja (So)
- 20% de l'huile d'olive Azeradj (Az), 40% de l'huile de soja (So) et 40% de l'huile de tournesol (To)

## II. Méthodes d'analyses

### II.1. Analyse effectuée sur les olives

#### ❖ Indice de maturité

L'indice de maturité est un paramètre qui nous renseigne, d'une façon global, sur le degré de maturité des fruits en se basant sur la couleur des fruits allant du vert intense jusqu'au noir en suivant une échelle de coloration de 0 à 7 (**Ait Yacine et al., 2001**). Cet indice est calculé par la formule suivante :

$$IM = [(0 \cdot n_0) + (1 \cdot n_1) + (2 \cdot n_2) + (3 \cdot n_3) + (4 \cdot n_4) + (5 \cdot n_5) + (6 \cdot n_6) + (7 \cdot n_7)] / 100$$

Où  $n$  est la fréquence sur cent olive pris au hasard et les chiffres 0 à 7 représentent :

- 0 : olive à l'épiderme vert intense ou vert foncé ;
- 1 : olive à l'épiderme jaune ou vert jaunâtre ;
- 2 : olive à l'épiderme jaunâtre présentant des taches ou zones rougeâtres ;
- 3 : olive à l'épiderme rougeâtre ou violet claire ;
- 4 : olive à l'épiderme noir et la pulpe encore entièrement verte ;
- 5 : olive à l'épiderme noir et la pulpe violette jusqu'à la moitié de son épaisseur ;
- 6 : olive à l'épiderme noir et la pulpe violette pratiquement jusque au noyau ;

7 : olive à l'épiderme noir et la pulpe entièrement foncée.

## II.2. Analyses effectuées sur les huiles

### II.2.1. Humidité (N.E., 2013)

Principe de la méthode est basé sur la détermination du poids de l'huile avant et après séchage à l'étuve. Toute diminution du poids après séchage indique la présence d'humidité.

On pèse environ 5g d'huile, puis on le met dans l'étuve pendant 2 heures à une température de  $103 \pm 2^\circ\text{C}$  et laisser refroidir dans le dessiccateur pendant 15 minutes et peser à nouveau, répéter cette opération se répète jusqu'à la perte maximale de l'eau. Les résultats sont exprimés en pourcentage comme suit:

Où,

$$H \% = \frac{P_1 - P_2}{P} \cdot 100$$

**H%** : Humidité (%).

**P<sub>0</sub>** : La masse du bécher vide (g).

**P** : La masse du bécher et de l'échantillon (g).

**P<sub>1</sub>** : la somme des masses P+P<sub>0</sub> (g)

**P<sub>2</sub>** : La masse du bécher et de la prise d'essai après chauffage (g).

### II.2.2. Indice de réfraction (N. E., 2013) :

La détermination de cet indice consiste à mesurer à  $40^\circ\text{C}$  à l'aide d'un réfractomètre approprié l'indice de réfraction de la matière grasse. Pour cela, déposer quelques gouttes d'huile sur le porte échantillon du réfractomètre. L'appareil permet de déterminer automatiquement la valeur de l'indice de réfraction.

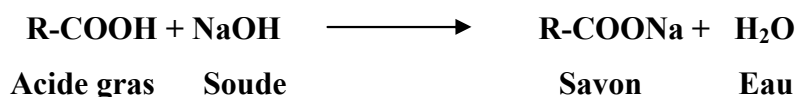
### II.2.3. Extinction spécifique dans l'ultra violet (COI, 1996)

La matière grasse est dissoute dans le solvant requis (hexane, cyclohexane ou triméthylpentane) puis l'extinction de la solution est déterminée au rayonnement UV dans un domaine spécifique de longueur d'onde (à 232 et 270 nm).

Peser exactement 0,1 grammes d'huile dans une fiole jaugée de 10ml, ajouter l'hexane jusqu'au trait de jauge et agiter. Remplir la cuve avec la solution obtenue et mesurer les extinctions, en utilisant comme référence le solvant employé aux deux longueurs d'ondes 232 nm et 270 nm.

### II.2.4. Acidité (ISO 660, 1996)

Son principe est basé sur la mise en solution d'une quantité de matière grasse dans l'éthanol chaud, puis titrage des acides gras libres avec une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium ou de potassium en présence d'un indicateur coloré la phénolphtaléine et cela, selon la réaction suivante:



Préparer une solution de 75 ml d'alcool neutralisé (éthanol et quelques gouttes de phénolphtaléine neutralisé par une solution d'hydroxyde de sodium jusqu'à apparition d'une coloration rose). Ajouter 10g de l'huile à analyser et chauffer sur une plaque chauffante jusqu'à dissolution de l'huile. Titrer en agitant avec une solution d'hydroxyde de sodium à 0,1N jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante quelques secondes. L'acidité est donnée par la relation suivante:

$$\text{A c i d é / t} = \frac{V \cdot N \cdot M}{m \cdot 10}$$

Où

**V** : Volume d'hydroxyde de sodium utilisé pour le titrage (ml);

**N** : Normalité d'hydroxyde de sodium à 0,1N;

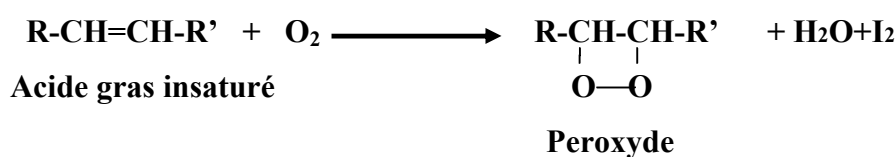
**M**: Masse équivalente de l'acide oléique (masse molaire de l'acide oléique M=282g/mol).

**m** : Masse en gramme de la prise d'essai (10g).

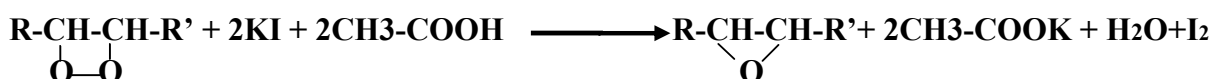
### II.2.5. Indice de peroxyde

La prise d'essai en solution dans un mélange acide acétique et chloroforme est traitée par une solution d'iodure de potassium. L'iode libéré est titré avec une solution de thiosulfate de sodium (Pardo *et al.*, 2007).

La réaction d'oxydation est donnée comme suit (Frais Ruiz *et al.*, 1999)



Réaction d'iodure de potassium en milieu acide :



Peroxyde                      Acide acétique                      Epoxyde    Sels de Potassium

L'iode libéré va agir avec le thiosulfate de sodium :



Peser 5g d'huile dans un ballon à fond plat. Ajouter 12 ml de chloroforme pur et 18 ml d'acide acétique puis 1 ml de solution d'iodure de potassium (1 ml d'eau distillée avec 0,5 g d'iodure de potassium). Boucher aussitôt le ballon, agiter durant 1mn et le laisser encore 1mn à l'abri de la lumière, puis ajouter 75ml d'eau distillée. En agitant vigoureusement et en présence de quelques gouttes d'empois d'amidon comme indicateur. Titrer l'iode libéré avec la solution de thiosulfate de sodium (0,01N). Un essai à blanc (sans matière grasse) est également réalisé. La détermination de l'indice de peroxyde est faite selon la formule suivante:

$$I_p = \frac{(V_1 - V_0)N}{m} \times 100 = 2 \times (V_1 - V_0)$$

Où

**I<sub>p</sub>**: Indice de peroxyde exprimé en milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme d'échantillon (meq d'O<sub>2</sub> / kg d'huile);

**V<sub>0</sub>** : Volume en ml de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc (ml) ;

**V<sub>1</sub>**: Volume en ml de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour la détermination (ml) ;

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

**m**: Masse en gramme de la prise d'essai (5g).

## II.2.6. Analyse des pigments

Les chlorophylles et les caroténoïdes sont dosés par spectrophotométrie à des longueurs d'ondes de 670 nm et 470 nm correspondant respectivement au maximum d'absorption dans le visible des chlorophylles et des caroténoïdes (Allaout *et al.*, 2009).

Mettre 3g d'huile dans 10 ml de cyclohexane puis faire la lecture spectrale à une longueur d'onde de 670 nm pour les chlorophylles et à 470 nm pour les caroténoïdes.

Les teneurs en pigments sont déterminées à partir des formules suivantes :

$$\text{Chlorophylles (mg/kg)} = (A_{670} \cdot 10^6) / (613 \cdot 100 \cdot d)$$

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

**D'où**

d : épaisseur de la cuve (1 cm)

A $\lambda$ : absorbance à la longueur d'onde  $\lambda$ .

Les valeurs des coefficients spécifiques d'extinction appliquées (613) et (2000) pour déterminer la teneur en chlorophylles et en caroténoïde a correspondent respectivement à celle de la pheophytine, (composé majeur des chlorophylles) et de la lutéine (composé majeur des caroténoïdes).

**II.2.7. Détermination de la teneur en composés phénoliques (Favati *et al.*, 1994)****a) Extraction des composés phénolique**

Cette méthode se repose sur l'utilisation d'une colonne d'octadecyle C<sub>18</sub> selon le protocole de Favati *et al.*, (1994). Après activation de la colonne C<sub>18</sub> avec 6 ml de méthanol et 10 ml d'hexane. Pour cela 1g de l'échantillon de l'huile d'olive est dissout dans 10 ml d'hexane, puis élué à travers la colonne d'octadecyle dont les composés phénoliques sont retenus, après lavage de la colonne avec deux fois par 5 ml d'hexane et enfin, élution avec deux fois par 4 ml du méthanol, par la suite on récupère l'extrait phénolique.

**b) Dosage des composés phénolique**

Après extraction, on prélève 2 ml d'extrait phénolique récupéré aux quels sont additionnés 5 ml d'eau distillée dans une fiole de 20 ml et 0,5 ml du réactif de Folin-Ciocalteu. Après 3 mn à l'obscurité, on ajoute 4 ml de carbonate du sodium (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) à 10% et compléter par la suite, jusqu'à 20 ml avec de l'eau distillée et on met la fiole à l'obscurité pendant 90 mn.

On procède ensuite, à une filtration avant la lecture, des absorbances à 765 nm contre un tube témoin préparé dans les mêmes conditions. Les concentrations des composés phénoliques de différents échantillons sont déterminées en utilisant un courbe étalon établie dans les mêmes conditions à l'aide de l'acide gallique et les résultats sont exprimés en mg d'équivalents d'acide gallique par Kg d'huile (Figure 2) (annexe 4).

**c) Dosage des *ortho*-diphénols**

Les *ortho*-diphénols réagissent avec le molybdate pour former un complexe jaune. La concentration en *ortho*-diphénols des extraits méthanoliques a été déterminée selon la méthode décrite par **Bendini *et al.* (2007)** par dosage spectrophotométrique à 370 nm.

0,5 ml de l'extrait méthanolique a été ajouté à 5 ml du mélange méthanol /eau (V/V). Après agitation vigoureuse, 4 ml de molybdate de sodium déshydraté à 5% dans l'éthanol/eau ont été ajoutés. Après 15 min d'incubation à l'obscurité, la préparation est filtrée. L'absorbance est mesurée à 370 nm contre un témoin, dont l'échantillon a été remplacé par le même volume de méthanol. La concentration en ortho-diphénols est calculée grâce à une courbe d'étalonnage réalisée avec une gamme étalon avec de l'acide caféique et les résultats sont exprimés en mg équivalents d'acide caféique par Kg d'huile d'olive (Figure 3) (Annexe 4).

### **II.2.8. Composition en acides gras par la CPG (ISO 5508, 2000)**

La Chromatographie en Phase Gazeuse (CPG) est une méthode séparative qui permet d'analyser qualitativement et quantitativement des mélanges complexes de gaz ou de composés qui peuvent être vaporisés sans décomposés. Cette analyse s'effectue en deux étapes :

#### **- Première étape : Préparation des esters méthyliques d'acide gras**

Les acides gras sont analysés après transformation en esters méthyliques obtenus par transestérification des triglycérides par la potasse méthanolique. Les triglycérides sont attaqués par la potasse et les acides gras libérés sont estérifiés par le méthanol.

Les esters méthyliques sont préparés selon la norme internationale **E.C. (2002)**. Un échantillon de 0,5 g d'huile est dissout dans 5 ml d'hexane, 0,5 ml d'une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium (2N) préalablement préparée (1,3g KOH dans 10 ml de méthanol) sont ajoutés, le tout est agité pendant 30 secondes, puis centrifugé à 3000 tours/min pendant 5 minutes. 2 gouttes du surnageant sont prélevées et mélangées avec 1 ml d'hexane.

#### **- Deuxième étape : analyse des esters méthyliques obtenus**

1µl de ces esters méthyliques sont injectés dans un chromatographe en phase gazeuse de marque Agilent Technologies 6890 Network GC System dont les conditions d'analyse sont décrites dans l'annexe 3.

#### **❖ Analyse qualitative et quantitative**

Les acides gras sont identifiés en fonction de leur temps de rétention au niveau de la colonne comparativement à des acides gras de référence (étalons).

La quantification du taux de chaque acide gras est faite par le calcul des aires des pics correspondant.



L'obtention d'un graphe, sous forme d'une série de pique, nous permet de vérifier la composition de l'huile et ceci par comparaison à des Normes Françaises adoptées par l'entreprise.

### **II.2.9. Stabilité oxydative utilisant le Rancimat (ISO 6886, 1996)**

Pour évaluer la qualité des huiles, il convient d'estimer de façon rapide et simple, leur stabilité et durabilité par un test d'oxydation accéléré. Le principe du Rancimat consiste à vieillir prématurément les huiles et graisses par décomposition thermique. Les composés volatils dégagés au cours du processus d'oxydation sont entraînés par l'air dans une fiole contenant de l'eau distillée dans laquelle est immergée une électrode de mesure de la conductivité électrique. L'électrode est connectée à un dispositif de mesure et d'enregistrement. La fin de la période d'induction est indiquée lorsque la conductivité se met à augmenter rapidement. Cette augmentation accélérée est provoquée par l'accumulation d'acides carboxyliques volatils produits au cours de l'oxydation (Läubli et Bruttel, 1989; Farhoosh, 2007).

La stabilité de nos huiles est déterminée selon ISO/6886/96, à l'aide d'un appareil Rancimat Metrohm n°743. Un flux d'air fixé à 10 l/h traverse un échantillon d'huile de 3 g chauffé à 98°C. La période d'induction exprimée en heures correspond au temps écoulé entre le début de la mesure et le moment où la formation de produits d'oxydation commence à augmenter rapidement (point d'inflexion de la courbe de conductivité), entre autre le temps pendant lequel la matière grasse a résisté à un stress oxydatif.

### **III. Etude statistique**

Une étude statistique a été réalisée pour la comparaison des résultats et la mise en évidence des différences significatives entre les échantillons, et ce, pour chaque paramètre en appliquant une analyse de la variance (ANOVA) suivie du test de Newman-keuls à l'aide d'un logiciel STATISTICA 5.5. Le degré de signification des résultats est pris à la probabilité  $p < 0,05$ .

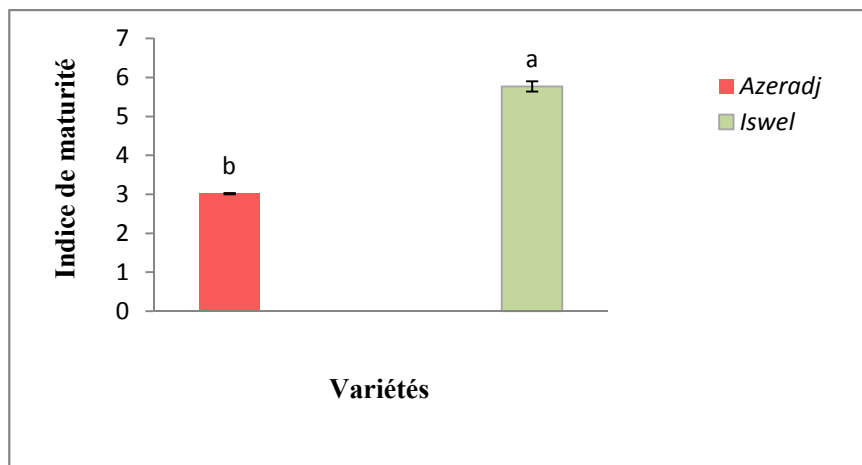
*Résultats et*  
*Résultats et*  
*Discussions*  
*Discussions*

## II. Résultats et discussion

### II.1 Analyse physique effectuée sur les olives

#### ❖ Indice de maturité

Les résultats obtenus pour l'indice de maturité pour les deux variétés d'olive sont représentés dans les figures 2.



\*Les barres verticales représentent les écarts types avec  $a > b$

**Figure 2 : Indice de maturité des d'olives**

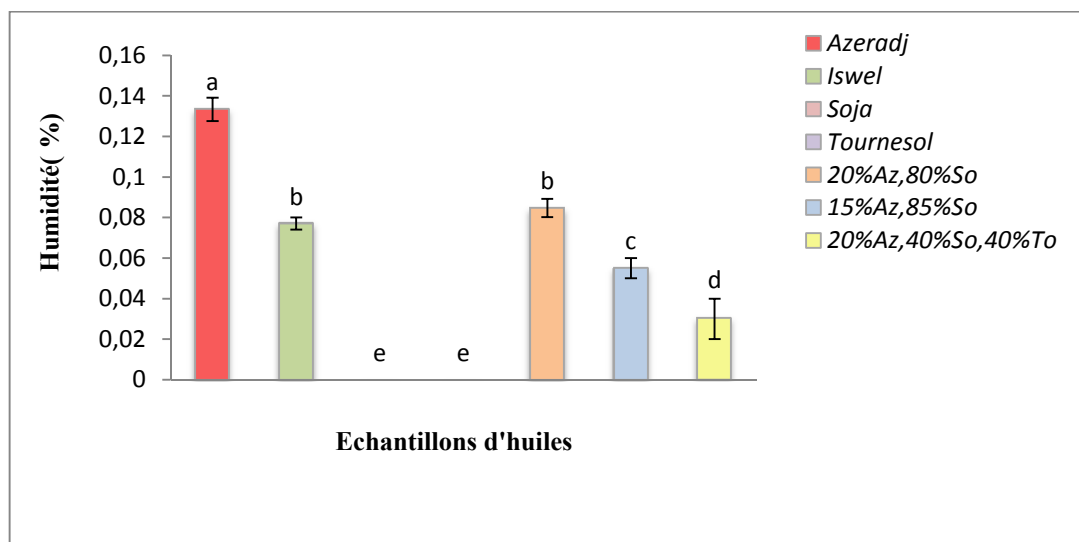
Les résultats obtenus (figure 2) montrent que la variété *Azeradj* a un indice de maturité de 3,01 relativement faible par rapport à celui donné par la variété *Iswel* qui est de 5,77, dont la différence est significative ( $p < 0,05$ ).

Bien que les échantillons de fruits soient récoltés à la même époque, ils montrent toutefois, des valeurs d'indice de maturité distinctes qui peuvent être liées aux caractéristiques génétiques propres à chaque variété, d'après **Idrissi et Ouazzani (2009)**, la valeur la plus élevée pour cet indice montre une maturité précoce par rapport à l'autre échantillon. En effet, cet indice augmente au cours du temps (**Boukachabine et al., 2011**). En outre, d'après **Barone et al. (1994)** et **El Antari et al., (2000)**, la charge des arbres en fruits peut influencer le processus de maturation suite à une compétition entre les olives, ce qui engendre des différences dans les valeurs de l'indice de maturation toutefois. D'après (**Çavusoglu et Oktar, 1994**) l'effet de la région notamment l'altitude, peut être aussi considéré comme un facteur qui peut affecter le processus de maturation.

## II.2. Analyse effectuée sur les huiles

### II.2.1. Humidité

Les résultats de la mesure de taux d'humidité des différents échantillons d'huiles sont représentés dans la figure 3.



\*Les barres verticales représentent les écarts-type avec  $a > b$

**Figure 3: Teneur en eau des différents échantillons d'huiles**

D'après la figure 3, les résultats montrent des différences significatives entre tous les échantillons ( $p < 0,05$ ), à sauf des échantillons de *Soja* et de *Tournesol* et entre *Iswel* et le mélange *20% Az-80%So*.

Les résultats obtenus montrent une variation de la teneur en eau des échantillons analysés allant de 0,005 % pour les échantillons d'huiles raffinées (*Soja* et *Tournesol*) à 0,13% pour les variétés d'huiles d'olive. Les mélanges révèlent des teneurs allant de 0,03 à 0,084%.

Les taux d'humidité pour les variétés, *Azeradj* et *Iswel*, sont conformes à la norme fixée par le **COI (2003)** qui sont  $\leq 0,2\%$ . Par ailleurs les huiles de *Cevital*, sont conformes à la norme d'entreprise qui est de 0,005%.

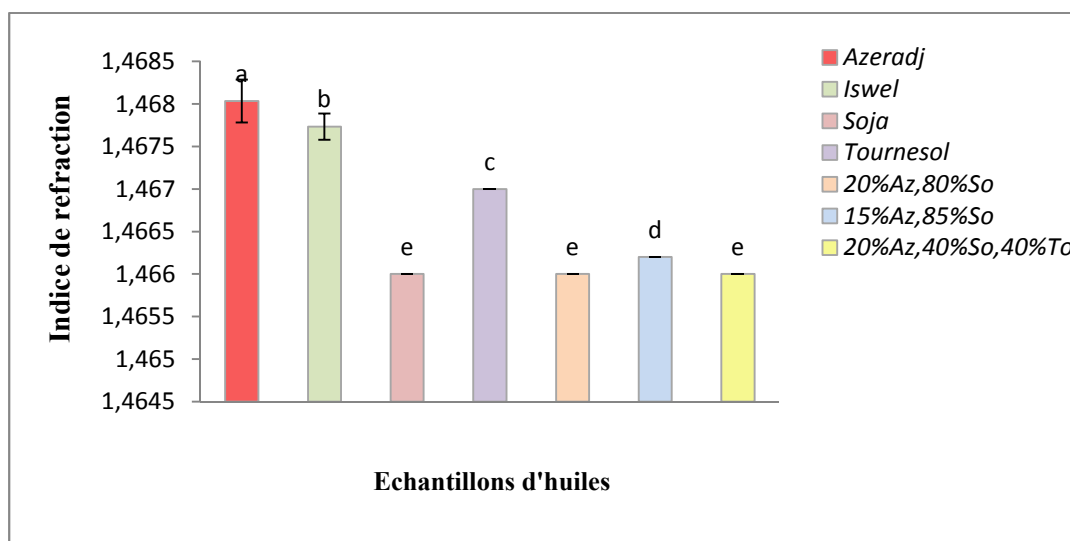
Ces résultats sont dus probablement aux bonnes conditions de stockage des deux huiles (*soja* et *tournesol*) aux niveaux des bacs, et à leur séchage avant de subir l'opération de décoloration.

Ces résultats sont différents de ceux trouvés dans la bibliographié. Cela peut être expliqué par le stade de maturité et le lieu de récolte des fruits. En effet, selon **Tovar et al., (2002)**, la teneur en eau dans le fruit d'olive diminue progressivement avec la maturation, ce

qui mène à faire la récolte à un degré de maturité incomplet pour les échantillons qui présentent des teneurs élevées en eau. Etant donné que le taux d'humidité est très lié au processus d'extraction de l'huile. Notamment, au cours du malaxage de la pâte d'olive, d'où un volume d'eau ajouté ce qui justifie ainsi la présence d'eau dans les échantillons analysés (Méndez et Flaqué, 2007).

### II.2.2. Indice de réfraction

Les résultats de l'indice de réfraction mesuré pour nos huiles sont représentés dans la figure 4.



\*Les barres verticales représentent les écarts-types avec  $a > b$

**Figure 4 : Indice de réfraction des différents échantillons d'huiles**

D'après la figure 4, les résultats montrent des différences significatives entre tous les échantillons ( $p < 0,05$ ), à l'exception des échantillons de Soja, des mélanges (20%Az-80%So) et (20%Az-40%So-40%T).

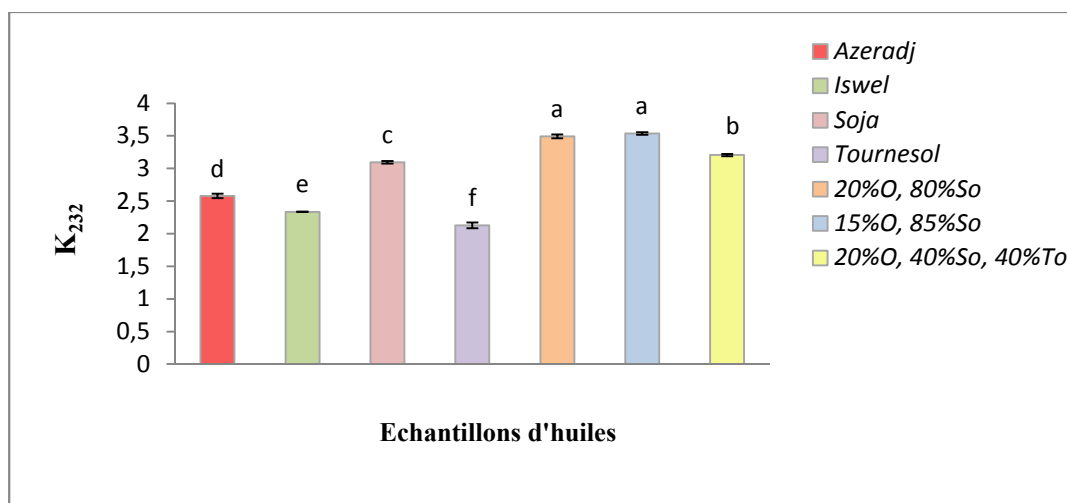
Les résultats obtenus, varient légèrement d'un échantillon à l'autre, (allant de 1,4660 à 1,4680). Pour ceux révélés par les échantillons d'huiles d'olive sont dans l'ensemble conformes aux normes fixées par le **COI (2003)** (1,4677 à 1,4705). De même pour ceux obtenus pour les huiles raffinées, qui répondent aux normes de l'entreprise, qui varient de 1,466 à 1,470 pour l'huile de Soja et (1,467-1,469) pour l'huile de Tournesol. Pour les mélanges, l'indice de réfraction est presque le même que celui du Soja.

Etant donné que l'indice de réfraction dépend de la composition chimique et de l'acidité libre de l'huile. En effet, cet indice augmente avec le degré d'insaturation, et la

longueur de la chaîne hydrocarbonée. De plus cet indice peut être influencé par d'autres facteurs à savoir la température, la disponibilité en oxygène... (Mordret, 1992).

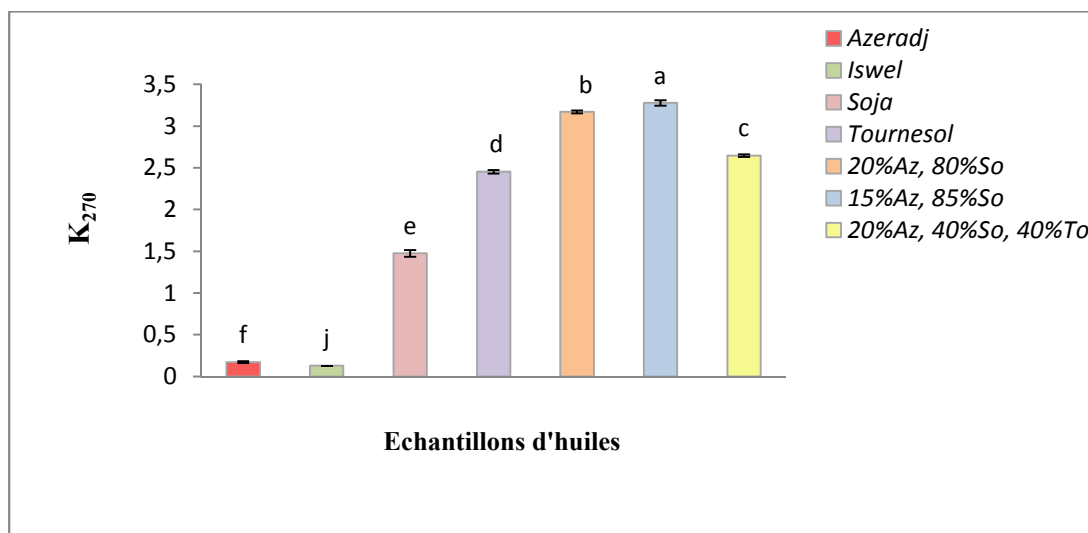
### II.2.3. Absorbance dans l'ultraviolet

Les résultats obtenus pour la mesure des absorbances dans l'UV pour les différents échantillons sont représentés dans les figures 5 et 6.



\*Les barres verticales représentent les écarts-types avec  $a > b$

**Figure 5: Absorbance spécifique à 232nm des différents échantillons**



\*Les barres verticales représentent les écarts-types avec  $a > b$

**Figure 6 : Absorbance spécifique à 270 nm des différents échantillons**

L'analyse statistique montre des différences significatives entre tous les échantillons ( $p < 0,05$ ), figure (5 et 6) sauf entre les deux mélanges issus de 20%Az-80%So et de 15%Az-85%So concernant les absorbances spécifiques K<sub>232</sub> (figure 5).

D'après les résultats obtenus (figures 5 et 6), les absorbances obtenues à 270 nm et à 232 nm pour les deux variétés d'huiles d'olive sont conformes aux normes fixées par le **COI(2003)**. Ce qui peut être expliqué par la présence d'une faible teneur en hydroperoxydes et en composés diéniques conjugués issus de la dégradation des hydroperoxydes, et qui répondent aux spécificités de l'huile d'olive de catégorie extra vierge ( $K_{232} \leq 2,5$   $K_{270} \leq 0,22$ ).

Contrairement aux huiles de table, on observe qu'à 270 nm les absorbances sont très élevées, tandis qu'à 232 nm, l'absorbance est importante pour l'huile de Soja, et très proche de celle des huiles d'olive pour l'huile de Tournesol.

Pour les mélanges, les valeurs d'absorbances spécifiques à 232 nm et à 270 nm sont supérieures aux valeurs des échantillons d'huiles qui les constituent, qui diminuent dans le mélange 20%Az-40%S-40%T par la diminution de la quantité d'huile de Soja ajoutée.

Les valeurs élevées du coefficient d'extinction  $K_{232}$  des huiles commerciales sont dues probablement à l'oxydation de celle-ci conduisant ainsi à la formation d'hydroperoxydes conjugués. Comme c'est le cas pour les absorbances lues à 270 nm, cela peut être expliqué également par la décomposition des hydroperoxydes et de la formation des diènes conjugués (**Tanouti et al., 2010**).

Ces phénomènes peuvent être reliés aux conditions de raffinage des huiles et au type d'emballage utilisé. En effet, selon **Del Nobile et al. (2005)** et **Méndez et Falqué (2007)**, l'emballage en plastique favorise l'oxydation primaire des hydroperoxydes, en raison de sa perméabilité à l'oxygène de l'air.

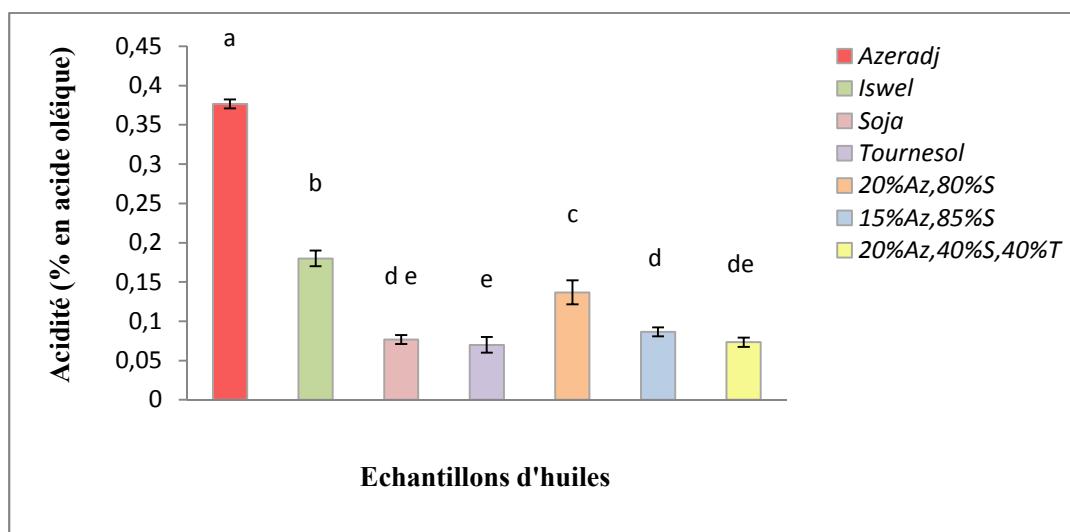
D'après **Boskou (1996)**, la valeur élevée de l'extinction spécifique est le résultat d'une oxydation de l'huile due à un stockage prolongé ou un laps de temps trop long entre la récolte et l'extraction. De plus, le procédé d'extraction de l'huile utilisée peut être en cause. En effet, d'après les études effectuées par **Torres et Maestri (2006)**, sur les systèmes de trituration, l'extinction spécifique à 232 nm reste stable, tandis qu'à 270 nm pour les huiles du système classique, les absorbances sont toujours inférieures à celles des huiles obtenues par le système de centrifugation.

Cependant, selon **Sifi et al. (2001)**, l'extinction spécifique à 232 nm augmente pour tous les systèmes de trituration. Néanmoins pour les huiles issues de système classique, ce

coefficient reste toujours inférieur à celui des huiles obtenues par le système de centrifugation. Tandis qu'à 270 nm, on remarque une certaine stabilité de l'extinction spécifique pour les huiles obtenues par pression, contrairement aux huiles obtenues par le système continu, dont ce paramètre augmente de manière plus importante à partir du troisième mois de stockage.

#### II.2.4. L'acidité

Les résultats obtenus pour l'acidité libre, des différents échantillons sont consignés dans la figure 7.



\*Les barres verticales représentent les écarts-types avec  $a > b$

**Figure 7: Variation de l'acidité des différents échantillons d'huiles**

L'analyse statistique montre des différences significatives ( $p < 0,05$ ) entre tous les échantillons d'huiles. Néanmoins, aucune différence significative n'est révélée entre *Soja*, *15%Az-85%S* et *20%Az-40%S-40%T* et entre *Soja*, *Tournesol* et *20%Az-40%S-40%T*.

L'acidité des huiles de table est conforme aux normes adoptées par l'entreprise (0,12%). Cela explique le bon déroulement des étapes de raffinage, car au cours de neutralisation du produit, une grande partie des acides gras libres sont neutralisés et au cours de désodorisation, les acides gras libres restants, sous l'effet de la température qui est supérieure à 240°C et le sous vide, sont volatilisés.

De même, les deux variétés d'huiles d'olive présentent des acidités inférieures à 0,8% d'acide oléique, donc ces huiles appartiennent à la catégorie extra vierge ( $\leq 0,8\%$ ), ce qui est en accord avec les normes fixées par le **COI (2003)**. Cela est peut-être la résultante des



opérations de récolte des olives et d'extraction des huiles. Une acidité faible minimise les phénomènes d'hydrolyse durant l'extraction et de stockage de l'huile.

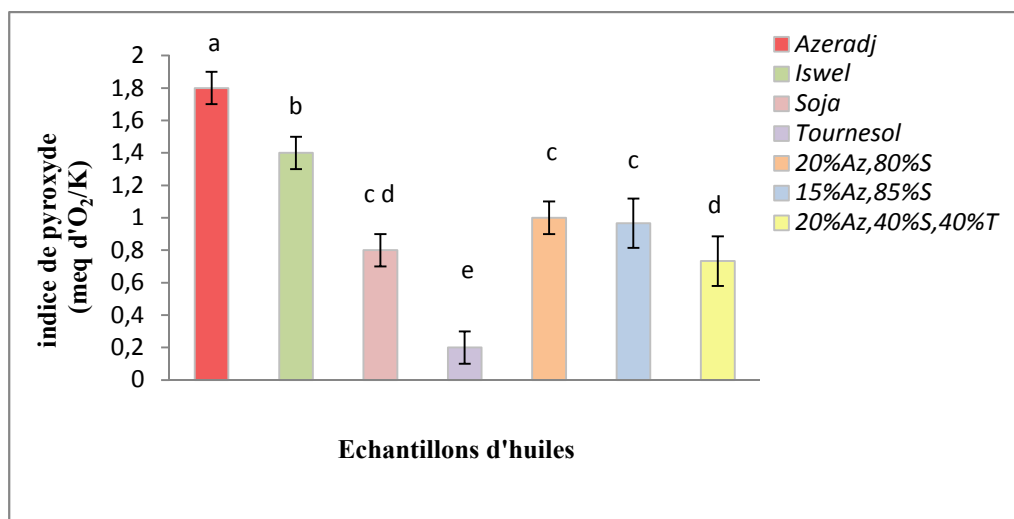
D'après **Ajana *et al.* (1999)**, de telles conditions, l'acidité ne doit pas dépasser 0,5 %, ce qui est le cas pour nos huiles.

Par comparaison, les échantillons d'huiles de table étudiés sont conformes aux normes établies par l'entreprise. L'acidité trouvée pour ces huiles est faible par rapport à celle des huiles d'olive, cela explique que ces dernières n'ont subi aucun traitement chimique, contrairement aux huiles de Cévit, qui ont subi le raffinage, ce qui leur permet d'éliminer une grande partie des acides gras libres.

D'après la figure 7, on constate aussi, pour les mélanges (20%Az-80%So et 15%Az-85%So), que l'acidité augmente légèrement, et cela peut être due à la faible quantité d'huile d'olive ajoutée. Cependant elle diminue légèrement à l'ajout d'huile de tournesol au troisième mélange (20%Az-40%So-40%To), et cela est probablement due à la réduction de la quantité d'huile de Soja ajoutée.

### II.2.2. Indice de peroxyde

Les valeurs des indices de peroxyde de nos échantillons sont représentées dans la figure 8.



\*Les barres verticales représentent les écarts-types avec  $a > b$

**Figure 8 : Indice de peroxyde des différents échantillons d'huiles**

Aucune différence significative n'est notée entre les échantillons d'huiles sauf pour les huiles des variétés d'*Azeradj*, *Iswel* et *Tournesol* ( $P < 0,05$ ).

Les indices de peroxyde de toutes les huiles de Cevital sont conformes aux normes établies (1 meq O<sub>2</sub>/kg Maximum), ainsi que pour les huiles d'olive, ces dernières sont conformes aux normes du **COI (2003)** qui est ( $\leq 20$  meq O<sub>2</sub>/kg).

Par comparaison, les indices de peroxyde enregistrés pour les variétés d'huiles d'olive sont un peu élevés par rapport à ceux obtenus pour les huiles de table. Cela peut être expliqué par la transformation des peroxydes en aldéhyde et en cétone qui est des substances volatiles peuvent être aspirées par le vide au cours du raffinage. Et pour les huiles d'olive, les valeurs élevées peuvent être dues à la teneur élevée en acide gras libres, qui s'oxydent en présence d'O<sub>2</sub> pour donner des peroxydes, instables et qui se décomposent immédiatement pour former principalement un mélange de composés volatils (aldéhydes et cétones) responsables de la saveur rance de l'huile (**Ben Tekya et Hassouna, 2005**).

Les valeurs élevées des huiles d'olive peuvent être expliquées par l'auto-oxydation de ces huiles, et qui dépend de plusieurs paramètres qui sont entre autre, le degré d'insaturation de l'huile, la présence de traces métalliques, la présence d'eau, l'utilisation d'un l'emballage inadéquat... (**Ben Tekya et Hassouna, 2005**).

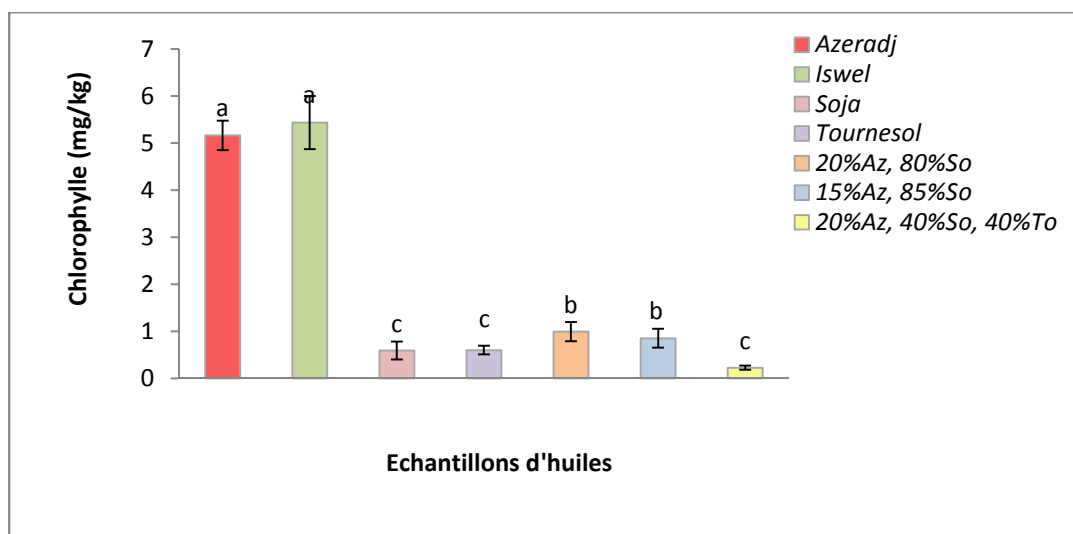
Selon **Mendez et Falque (2007)**, quelque soit le système de trituration, l'indice de peroxyde augmente durant la période de stockage de l'huile. Par ailleurs, la filtration peut également altérer la qualité de l'huile d'olive du fait qu'elle engendre une exposition excessive de cette dernière à l'air (**Lozano-Sanchez et al., 2010**).

D'après la figure 8, on note également des indices de peroxyde qui diffèrent d'un mélange à un autre en fonction de la quantité de l'huile d'olive rajoutée. Pour les mélanges obtenus par 20%Az- 80%So et par 15%Az-85%So, cet indice reste dans l'intervalle des deux indices de peroxyde des huiles qui les constituent, ce qui nous renseigne ainsi qu'il n'y pas de dégradation des peroxydes. Néanmoins, la diminution de cet indice dans le troisième mélange (20%Az-40%S-40%T), peut être due aux quantités d'huiles de *Soja* et de *Tournesol* additionnées, et cela probablement due à la dégradation du peroxyde par des enzymes endogènes (tel que hydroperoxydes lypase) qui sont présents dans l'huile.

### **II.2.3. Pigments**

### II.2.3.1. Les chlorophylles

Les teneurs en chlorophylles des huiles étudiées sont représentées dans la figure 9.



\*Les barres verticales représentent les écarts-types avec  $a > b$

**Figure 9 : Teneurs en chlorophylles des différents échantillons d'huiles**

Des différences significatives ( $p < 0,05$ ) sont enregistrées entre les différents échantillons d'huiles analysées.

Les huiles analysées, montrent des teneurs en chlorophylles qui varient entre 0,603 mg/kg (pour l'huile de *Tournesol*) et 5,165 mg/kg (pour l'huile d'olive *Azeradj*), et entre 0,22 mg/kg (pour le mélange issu de 20%AZ-40%S-40%T) et 0,701 mg/kg (pour le mélange issu de 20%AZ-80%S).

Selon les normes de l'entreprise, les huiles raffinées ne doivent pas contenir de chlorophylles (00ppm). Par contre pour les huiles d'olive, les teneurs de chlorophylles doivent être dans la gamme définie par la norme **COI (1999)** et qui varient de 1 à 10 ppm.

D'après la figure 9, on remarque que la quantité de chlorophylles est très élevée pour les deux variétés d'huiles d'olive (qui est de 5,16 ppm pour *Azeradj* et de 4,74 ppm pour *Iswel*) par rapport à celle obtenue pour les huiles raffinées de Cevital (qui est de 0,59 ppm pour le *soja* et de 0,6 ppm pour *Tournesol*). Pour les mélanges obtenus, la quantité de chlorophylles est voisine à celle enregistrée pour les huiles raffinées. Cela peut être expliqué par la faible quantité d'huile d'olive rajoutée aux mélanges.

Pour les huiles de table, au cours du raffinage, elles passent par l'étape de décoloration qui a pour but d'éliminer les pigments colorés (Chlorophylles et caroténoïdes) par leur adsorption sur la terre décolorante, (sous vide à une température de 95°C à 110°C ) avec agitation intense durant 30 minutes. La terre ainsi chargée en pigments est alors séparée de l'huile par filtration. Cette étape permet également l'élimination parfaite des traces de savon et de métaux (Cossut, 2002 ; Vierlinge, 2003). Toute fois d'après nos résultats, la quantité de chlorophylles est très faible voir négligeable, cela peut être due aux conditions de stockage non adéquates.

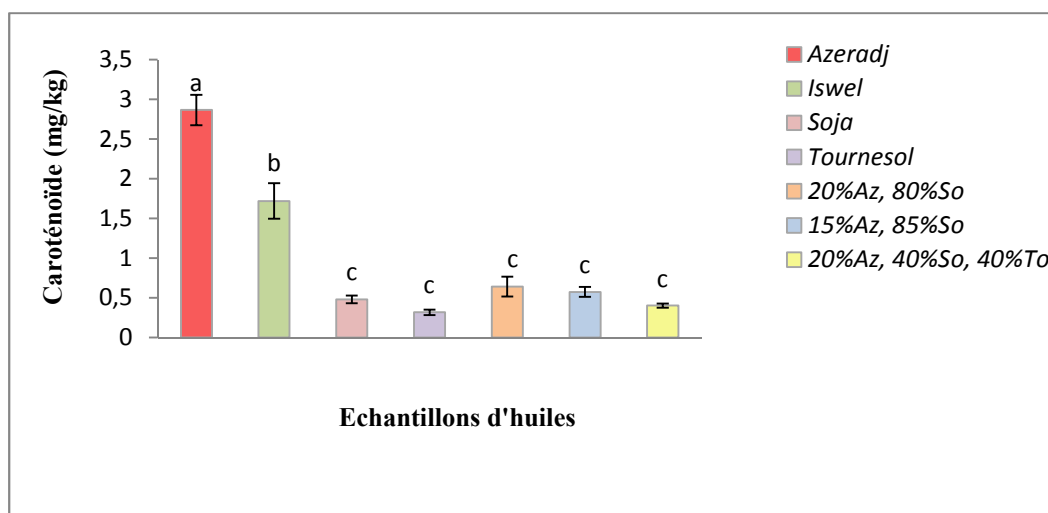
Des teneurs élevées en chlorophylles sont enregistrés pour les huiles d'olive (figure 9). Cela peut être expliqué par degrés de maturité des olives (qui sont de 5,77 pour la variété *Iswel* et de 3,01 pour la variété *Azeradj*). En effet, les teneurs de ces pigments diminuent au fur et à mesure de leur maturation suite à la réduction de l'activité photosynthétique (Criado *et al.*, 2007; Baccouri *et al.*, 2008).

Les quantités de chlorophylles de nos échantillons d'huiles d'olive sont faibles comparées à celles obtenues par Psomiado et Tsimidou (2001), qui dépassent les 10 mg/kg pour la plupart des échantillons testés. En outre, d'après Baccouri *et al.* (2008), le changement de couleur de l'huile d'olive durant le processus de maturation est expliqué, non seulement par la diminution de la concentration en pigments (chlorophylles et caroténoïdes), mais aussi par la formation d'autres pigments, tels les anthocyanes.

Grandul-Rojas et Minguez-Mosquera, (1996) ont signalé que l'activité de la chlorophyllase est corrélée avec l'indice de maturité et la diminution de la teneur en chlorophylles au cours de la maturation des olives. De plus la dégradation de ce pigment donnant ainsi des dérivés incolores suite à l'action d'autres enzymes : Mg-déchélatase et phéophorbide oxygénase. Les chlorophylles se décomposent également au cours du stockage de l'huile; en particulier si celle-ci est exposée à la lumière (Del Caro *et al.*, 2006).

### **II.2.3.2. Les caroténoïdes**

Le dosage des caroténoïdes dans nos échantillons ont donné les résultats illustrés dans la figure 10.



\*Les barres verticales représentent les écarts-types avec  $a > b$

**Figure 10 : Teneurs en caroténoïdes des différents échantillons d'huiles**

Les teneurs en caroténoïdes de nos échantillons (Figure 10) varient entre 0,31 mg/kg pour l'huile de *Tournesol* et 2,86 mg/kg pour la variété *Azeradj* et pour les mélanges les valeurs varient de 0,40 à 0,64 mg/kg. Aucune différence significative ( $p < 0,05$ ) n'est enregistrée entre les échantillons des huiles raffinées et les mélanges sauf pour les huiles d'olive.

D'après la figure 10, on constate une très faible quantité de caroténoïdes pour les huiles raffinées, qui est peut être expliqué par le bon déroulement des étapes de décoloration.

Les teneurs en caroténoïdes de nos échantillons d'huiles d'olive se situent dans l'intervalle de celle étudiées par **Svjetlana et al. (2002)**, (qui sont de 0,3 à 7,7 ppm), et moins élevées par rapport à celles des huiles de la variété *Cornicabra* d'origine espagnole étudiées par **Salvador et al. (1998)** qui présentent des teneurs allant de 7 à 11 ppm.

Les faibles teneurs en caroténoïdes des huiles d'olive (1,72 ppm pour *Iswel* et 2,86 ppm pour *Azeradj*), peuvent être une conséquence directe de l'état de maturité des olives lors de la trituration. En effet, d'après **Criado et al. (2007)** et **Gomez Rico et al. (2008)**, la teneur en ces pigments diminue graduellement avec l'évolution de la maturation des fruits. Cela a été expliqué, selon **Minguez-Mosquera et al. (1990)**, par l'oxydation de ces pigments comme second substrat durant la peroxydation lipidique sous l'action des lipoxygénases.

En outre, d'après **Kristakis (1998)** et **Criado et al. (2007)**, les caroténoïdes subissent une dégradation au cours du processus d'extraction de l'huile d'olive, ce qui conduit à la

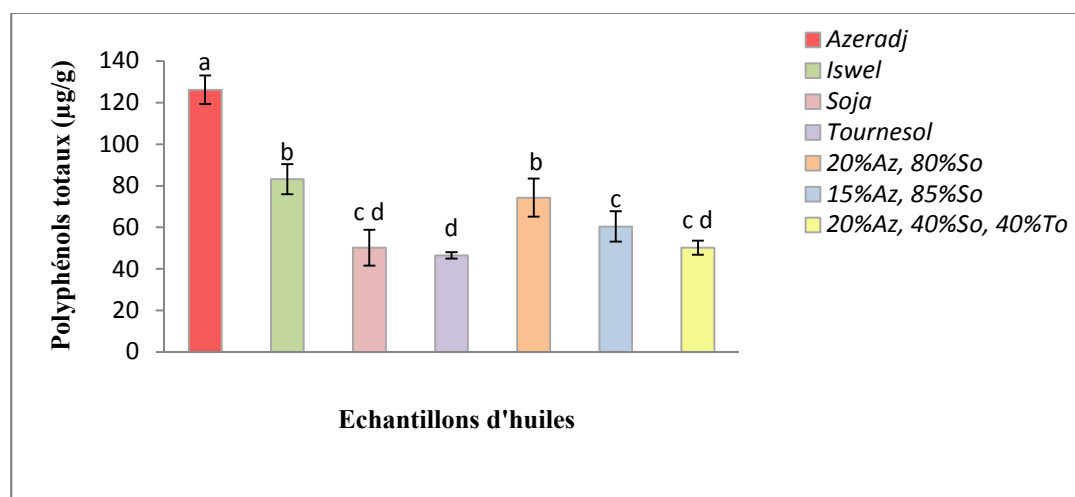
diminution de leur teneur, mais également d'autres facteurs tels que le cultivar et le climat peuvent être en cause.

De même, les caroténoïdes également aux cours du stockage de l'huile; en particulier si celle-ci est exposée à la lumière, ces pigments se décomposent facilement (Ryan *et al.*, 1998; Del Caro 2006).

## II.2.4. Les composés phénoliques

### II.2.4.1. Les polyphénols totaux

La teneur en composés phénoliques des huiles étudiées est calculée à partir de courbe étalon (figure 2, annexe 4), exprimée en  $\mu\text{g/g}$  d'acide gallique. Les résultats relatifs à ces teneurs des huiles en polyphénols sont regroupés dans la figure 11.



\*Les barres verticales représentent les écarts-types avec  $a > b$

**Figure 11: Teneurs en polyphénols totaux des différents échantillons d'huile**

Des différences significatives ( $p < 0,05$ ) sont enregistrées entre les différents échantillons d'huiles analysées (figure 11).

D'après la figure 11, les teneurs en polyphénols enregistrées pour les huiles d'olive sont nettement supérieures à celles trouvées pour les huiles de table.

Par la comparaison, nos échantillons sont moins concentrés en polyphénols par rapport aux variétés italiennes étudiées par Tura *et al.* (2007), pour lesquelles les teneurs oscillent entre 115 et 377 mg/Kg; et aux variétés turques étudiées par Ocakoglu *et al.* (2009) qui varient de 75,46 à 333,37 mg/Kg. Mais concordent aux résultats obtenus par Dhiffi *et al.* (2006) sur des variétés tunisiennes dont les teneurs varient de 18,2 à 162,8 mg/Kg.

Concernant les mélanges, de manière générale, la quantité de polyphénols diminue avec la quantité d'huile d'olive ajoutée, à l'exception dans le troisième mélange où on a ajouté de l'huile de *Tournesol*, dont la concentration augmente légèrement.

Les huiles de Cevital donnent de faibles quantités de polyphénols, cela est due, probablement, aux opérations de raffinage qui permettent d'éliminer une grande partie de substances actives.

Ces faibles teneurs peuvent être le résultat de plusieurs facteurs à savoir :

La teneur en composés phénoliques étant fonction du degré de maturité des olives. (**Gomez- Rico *et al.*, 2008 ; Ocakoglu *et al.*, 2009**).

De même, le système d'extraction de l'huile affecte fortement la teneur et la composition en polyphénols totaux (**Gimeno *et al.*, 2002**). Selon **Torres et Maestri (2006)**, les huiles issues d'une extraction par pression ont un taux plus élevé en polyphénols que les huiles issues d'un système de centrifugation. Lors de la trituration, le système continu entraîne une perte des polyphénols solubles qui se trouvent éliminer dans les margines (**Del Caro *et al.*, 2006**).

L'ajout de l'eau chaude dans la pâte d'olive diminue également la teneur en ces composés qui sont plus hydrosolubles (**Salvador *et al.*, 1998 ; Bacouri *et al.*, 2008**).

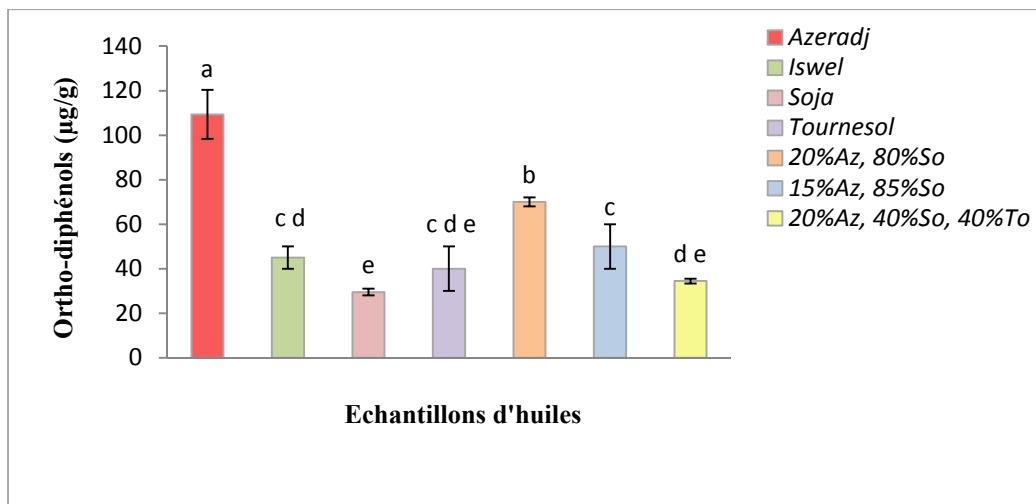
La mouche de l'olive (*Bactrocera oleae*) est un ravageur qui affecte l'état sanitaire des olives, ce qui provoque la diminution en composés phénoliques probablement due à l'activité de la polyphénol-oxydase et de la peroxydase et par les réactions de l'oxydations en dégradant des polyphénols, de la pulpe des olives et durant le stockage des olives à des températures élevées, induisent une diminution de leur teneur (**Clodoveo *et al.*, 2007 ; Tamendjari *et al.*, 2009**).

La saison et les conditions climatiques peuvent avoir un effet sur le taux des polyphénols dans l'huile (**Paz Romero *et al.*, 2003 ; Salvador *et al.* 2003 ; Morrello *et al.*, 2006**).

En fin, comme il a été démontré par **Tovar *et al.* (2002)**, l'activité enzymatique de la L-phénylalanine ammonia-lyase (PAL); enzyme responsable de la synthèse des composés phénoliques, est fonction du degré de maturité des fruits (elle diminue au cours de la maturation), des conditions climatiques et de l'irrigation (elle augmente dans des conditions arides).

### II.2.4.2. Les ortho-diphénols

Les teneurs en ortho-diphénols exprimées en  $\mu\text{g}$  d'équivalent d'acide caféique/g sont représentées dans la figure 12.



\*Les barres verticales représentent les écarts-types avec  $a > b$

**Figure 12 : Teneurs en ortho-diphénols des différents échantillons d'huiles**

Aucune différence significative ( $p < 0,05$ ) entre les échantillons n'est révélée, sauf pour *Azeradj* et le mélange *20%Az-85%So*.

D'après la figure 12, la teneur la plus élevée en ortho-diphénols est révélée par variété *Azeradj* (109,33  $\mu\text{g/g}$ ), alors que la plus faible teneur est présente par *Soja* avec 29,46  $\mu\text{g/g}$ . Tandis que pour les mélanges, la teneur en d'ortho-diphénols augmente avec la quantité d'huile d'olive ajoutée, à l'exception dans le mélange *20%Az-40%So-40%To*, sa teneur diminue à l'ajout de la quantité d'huile de Tournesol et à réduire celle d'huile de Soja.

Ces différences dans les teneurs en *ortho*-diphénols des différents échantillons sont dues probablement à l'effet variétal et au stade de maturité. En effet, selon (**Monti et al. (2001)** et **Oliveras-Lopez et al. (2007)**), les ortho-diphénols de l'huile d'olive sont présentés essentiellement par l'hydroxytyrosol, l'acide caféique et les dérivés d'oleuropéine. (**Baccouri et al., 2008**) dont le taux de secoiridoides (oleuropéine aglycone et ligstroside aglycone) diminue durant le processus de maturation suite à l'augmentation de l'activité des enzymes hydrolytiques (estérases). En parallèle, l'hydrolyse de ces composés est accompagnée par l'accumulation d'hydroxytyrosol tel est rapporté par **Artajo Medina (2006)**.



## II.5. La composition en acides gras

La composition en acide gras totaux est un paramètre de qualité et d'authenticité des huiles. Les résultats obtenus pour nos échantillons sont consignés dans Le tableau (XII), et dans les chromatogrammes (annexe 5).

**Tableau XII : Composition en acides gras des échantillons d'huiles**

Huiles AG	<i>Azeradj</i>	<i>Iswel</i>	<i>Soja</i>	<i>Tournesol</i>	20%Az- 80%So	15%Az- 85%So	20%Az- 40%So-40%To
<b>C16:0</b>	11.87	19.39	10.61	6.37	11.16	11.06	9.35
<b>C16:1</b>	ND	3.39	ND	ND	ND	ND	ND
<b>C18:0</b>	2.93	1.92	4.54	3.45	3.41	3.44	3.43
<b>C18:1</b>	68.45	56.61	22.79	29.05	33.78	31.76	34.42
<b>C18:2</b>	15.81	18.06	53.80	60.47	46.63	48.05	49.34
<b>C18:3</b>	0.91	0.61	8.26	0.00	5.02	5.25	2.67
<b>C20:0</b>	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.34
<b>C22:0</b>	ND	ND	ND	0.24	ND	ND	ND
<b>AGI</b>	85.17	78.68	84.85	89.52	85.43	85.50	86.43
<b>AGS</b>	14.83	21.32	15.15	10.48	14.57	14.49	13.12
<b>AGI/AGS</b>	5.74	3.69	5.60	8.54	5.86	5.89	6.59
<b>C18:1/C18:2</b>	4.33	3.13	0.42	0.48	0.72	0.66	0.69

*C16:0* : acide palmitique, *C16:1* : acide palmitoléique *C18:0* : acide stéarique, *C18:1* : acide oléique, *C18:2* : acide Linoléique, *C18:3* : acide linoléique, *C20:0* : acide arachidique, *C22:0* : acide béhénique *AGI* : acide gras Insaturé, *AGS* : acide gras saturé, *ND* : non déterminé, *Az* : *Azeradj*, *Is* : *Iswel*, *To* : *Tournesol*.

D'après les résultats (tableau XII), les variétés d'huiles d'olive étudiées présentent des teneurs en différents acides gras répondant aux normes établies par le **COI (2003)** pour les huiles d'olives extra vierge, avec une prédominance de l'acide oléique. Par ailleurs la composition en ces acides pour l'huile de *Soja*, est analogue à celle étudiée par **Richard (2005)**, exception faite pour l'acide linoléique. De même pour l'huile de *Tournesol*, sa composition en acide gras concorde à celle trouvée par **Merrien et Pouzet (1992)**, excepté la teneur révélée pour l'acide oléique.

A travers ces résultats, la composition en acides gras varie avec l'origine géographique de l'huile, ce qui est en accord avec les résultats trouvées par **Ranalli et al. (2000)**; **Ben Temmime et al. (2006)**. De plus, il a été montré, que d'autres facteurs affectent la composition en acide gras, notamment la teneur en acide oléique, à savoir la variété,

l'altitude, les conditions climatiques et le stade de maturation du fruit à la récolte **Ranalli et al., (1997); Aranda et al. (2003).**

Les variétés d'huiles d'olive se distinguent des autres huiles par le taux le plus élevé en acide oléique (68,45 % pour la variété *Azeradj* et 56,61% pour celle de *Iswal*), et des taux faibles en acide linoléique (15,81% pour l'huile *Azeradj*, et 18,06% pour l'huile *Iswal*). Contrairement aux huiles d'olive, les huiles de table présentent des teneurs faibles en acide oléique, qui varient entre 22,79% (pour l'huile de *Soja*) et 29,05% (pour l'huile de *Tournesol*), et des teneurs élevées en acide linoléique, (53,80% pour l'échantillon de *Soja* et 60,47% pour celui de *Tournesol*). Cette variation peut être expliquée par les différents degrés de maturité des deux variétés. En effet, l'acide oléique diminue avec la progression du processus de maturation (**Lavee et Wodner, 1995**). Cependant les teneurs en acides gras polyinsaturés (linoléique et linoléique) augmentent au cours de la maturation (**Caselli et al., 1993**).

Pour les mélanges (*20%Az-80%So, 15%Az-85%So et 20%Az-40%So-40%To*) les teneurs en acide oléique et en acide linoléique sont dans l'intervalle des huiles qui les composent et qui augmentent, par la suite, en fonction du volume d'huile d'olive ajouté qui est plus riche en acide oléique et pour l'acide linoléique augmente par le volume d'huile de *Soja* qui est plus riche en cet acide.

Le taux d'acide linoléique paraît plus important pour tous nos échantillons comparativement à l'acide linoléique. Pour les mélanges ce dernier augmente par rapport à celui d'huiles de *Azeradj* et de *Tournesol* et diminue par rapport à celui de *Soja*.

Les variétés d'huiles d'olive se caractérisent ainsi par le rapport acide oléique/acide linoléique, qui est un peu élevé pour la variété *Azeradj* (4,33%) que celui de la variété *Iswal* (3,13%). Comparativement à celui des huiles d'olive, les huiles de table ont des rapports largement inférieurs à ceux trouvés par les huiles d'olive, qui sont de 0,42% (pour l'huile de *Soja*) et de 0,48% (pour l'huile de *Tournesol*). Pour les mélanges, ce rapport est un peu élevé par rapport aux huiles de table, et qui restent largement inférieurs à celui des huiles d'olive.

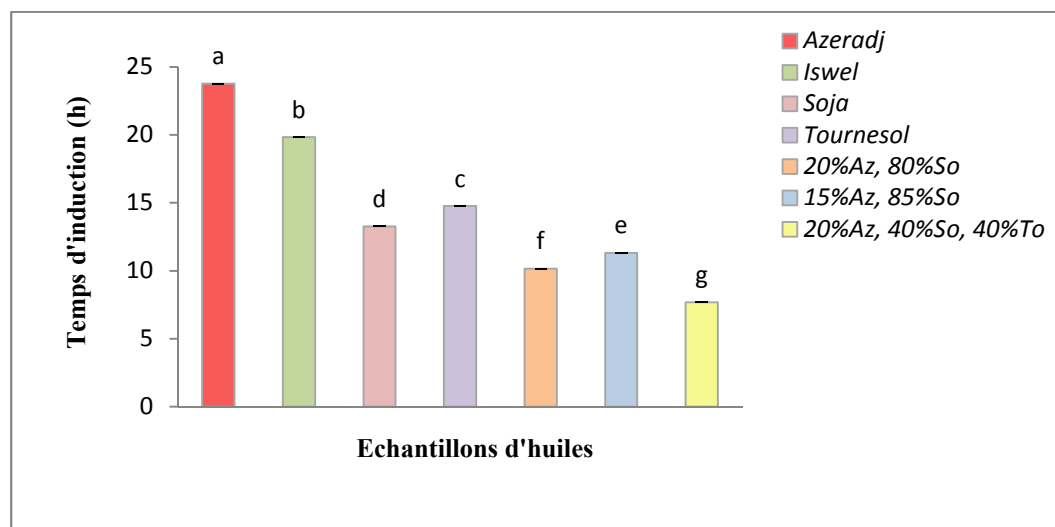
Le rapport acide oléique/acide linoléique dépend du degré de maturité et de la variété considérée, et il est utilisé comme un paramètre de stabilité dont plusieurs études ont montré qu'un rapport élevé en ces acides augmente la stabilité oxydative des échantillons d'huiles (**Matos et al., 2007**). Cependant, d'après les travaux menés par **Baccouri et al., 2008**, ce

rapport peut diminuer au cours de maturation des fruits, cela a été expliqué par l'activité de l'enzyme oléate désaturase qui transforme l'acide oléique en acide linoléique.

La somme des teneurs en acides gras saturés (AGS) et insaturés (AGI) montre une variation entre les échantillons d'huiles, avec des teneurs en AGI supérieur à celle des AGS. Les taux en AGI sont proches pour tous les échantillons (allant de 78,68 à 89,52%), pour la teneur en AGS varie entre 13,12 et 21,32%. Cependant le rapport en AGI/AGS pour la variété *Iswel* est faible (qui est de 3,69%) par rapport à celui de la variété *Tournesol* (qui est de 8,54%). Selon *Mousa et al. (1996)*, *Stefanoudaki et al. (1999)* et *Douzane et al. (2010)*, une augmentation de ce rapport pour des variétés plantées à des altitudes élevées est probablement liée aux basses températures qui favorisent l'insaturation des acides gras, alors qu'à des altitudes basses c'est plutôt les acides gras saturés qui sont favorisés.

## II.6. Stabilité oxydative des huiles

Les résultats (figure13) sont exprimés en temps d'induction (heures), déterminés grâce à une courbe de conductivité (annexe 6).



\*Les barres verticales représentent les écarts-types avec  $a > b$

**Figure 13: Temps d'induction (h) des échantillons d'huiles**

Les valeurs obtenues (figure 13) sont comprises entre 7,68 et 23,77 h. L'analyse statistique a révélé des différences significatives ( $p < 0,05$ ) entre les échantillons d'huiles.

D'après les résultats obtenus, on constate aussi que le temps d'induction maximal est enregistré pour la variété *Azeradj* (23,77h). Cette variété présente une stabilité inférieure à celle

de la variété *Picual* espagnole (33,9h), et supérieur à celle de la variété *Arbequina* (11,6h) de la même provenance, analysées par **Mateos et al., (2006)**.

Bien que les huiles d'olives, soient plus riches en substances antioxydants (polyphénols totaux, et caroténoïdes) et qui enregistrent des temps d'induction plus élevés (23,77h et 19,85h) pour *Azeradj* et *Iswel*, respectivement, par rapport aux huiles de table, *Soja* et *Tournesol*, qui donnent des temps d'induction faibles,(13,27h et 14,77h, respectivement) et qui présente de faibles teneurs en substances antioxydants. Des faibles temps d'induction et d'antioxydants sont observés également pour les mélanges (*20%Az-80%So* et *15%Az-85%So* et *20%Az-40%So-40%To*), par rapport aux variétés qui les constituent, à l'exception pour le mélange de (*20%Az-40%So-40%To*) qui présente un temps d'induction plus faible mais une teneur en antioxydants très proches par rapport à celle des huiles de table.

Par comparaison aux résultats obtenus dans la bibliographie, nous pouvons dire que ces différences peuvent être dues à plusieurs facteurs. En effet, d'après **Krichene et al. (2010)** cela peut être dû à la présence de produits secondaires d'oxydations avant le chauffage des huiles ainsi qu'à la composition en acides gras dans ces huiles. En outre, selon **Gallina-Toschi et al. (2005)** et **Allalout et al. (2009)**, le rapport C18:1/C18:2, peut être considéré comme un indicateur de stabilité.

De même **Aparicio et al. (1999)**, ont signalé que la stabilité oxydative de la variété *Picual* est essentiellement liée à son rapport appréciable en C18:1/C18:2 comparé à la variété *Hojiblanca*. Ce qui concorde avec nos résultats; dont la variété *Azeradj* à une teneur importante (4,33%) que celle révélée pour les huiles commerciales et les mélanges. Ce phénomène peut être expliqué par le nombre de doubles liaisons présentes au sein des acides gras.

Les temps d'induction diminuent dans les autres mélanges (*20%Az-80%So* et *15%Az-85%So* et *20%Az-40%So-40%To*) et les huiles de table (*Soja* et *Tournesol*). Cela peut être expliqué par la teneur élevée en acides gras polyinsaturés pour les huiles de table, d'où leur rapport faible en C18:1/C18:2. La teneur élevée en acides gras offre une grande susceptibilité à la formation de radicaux libres qui accentuent le processus d'oxydation (**Frankel, 1985; Martin-Polvillo et al., 2004**).

La présence d'antioxydants peut minimiser les réactions d'oxydations. En effet, d'après **Carrasco-Pancorbo et al. (2007)**, les composés phénoliques sont les antioxydants

primaires qui inhibent l'oxydation thermique de l'huile d'olive ; ils agissent comme briseurs de chaînes en donnant un hydrogène au radical alkyl-peroxyl formé pendant l'oxydation des lipides. De plus, les composés phénoliques appartenant à la catégorie des ortho-diphénols tels que l'oleuropeine aglycone, le décarboxymethyl oleuropeine aglycone et l'hydroxytyrosol sont les principaux antioxydants consommés durant l'oxydation de l'huile d'olive (**Baldioli *et al.* (1996)**, par **Cerretani *et al.* (2004)** et par **Carrasco-Pancorbo *et al.* (2005)**). La capacité de ces composés réside dans leur aptitude à former des liaisons intramoléculaires durant leur réaction avec des radicaux libres ainsi qu'à réduire les formes oxydés des tocophérols (**Bendini *et al.*, 2006**

Selon **Bester *et al.* (2008)** la stabilité oxydative ne dépend pas seulement du pool en antioxydant, mais elle peut être aussi affectée par les composés prooxydants pouvant exister dans l'huile.

*Conclusion*

Au terme de cette étude et à partir des résultats d'analyses physicochimiques obtenus, nous pouvons tirer les conclusions suivantes :

Pour tous les échantillons testés, les résultats révèlent que le taux d'humidité, l'indice de réfraction, l'acidité et l'indice de peroxyde sont conformes aux normes établies.

Pour les coefficients d'extinctions, les huiles d'olive sont conformes aux normes de **COI (2003)**. Tandis que, pour l'huile de *Soja* et celles issues des mélanges, les absorbances à sont légèrement élevées par rapport à celles des huiles d'olive. Ce qui peut être expliqué par les réactions d'oxydations primaires qui aboutissent à la formation d'hydroxyperoxydes dans les échantillons.

Concernant les teneurs en pigments, les huiles d'olive sont conformes aux normes du **COI (2003)**, contrairement aux huiles raffinées et aux mélanges, dont on a trouvé des quantités sous forme de traces.

Les concentrations en polyphénols totaux et en *ortho*-diphénols sont plus élevées pour les huiles d'olive (notamment pour la variété *Azeradj*) que pour les autres huiles.

Des teneurs élevées en acide oléique sont enregistrées pour les deux variétés d'huiles d'olive (notamment *Azeradj*), alors qu'elles présentent des teneurs faibles en acides gras polyinsaturés contrairement aux huiles de table. Ce qui augmente ainsi la résistance des huiles d'olive à l'oxydation. Or que ces réactions peuvent être favorisées durant le stockage ou lors des préparations culinaires pour les huiles de table. Concernant les mélanges, on est arrivé à améliorer la composition en acides gras et d'obtenir des huiles plus riches en acides gras essentielles (acide oléique, linoléique, linoléique).

D'après les résultats obtenus, on a constaté aussi que la variété *Azeradj* est plus stable à l'oxydation par rapport aux autres variétés car c'est la seule qui présente un temps d'induction le plus important avec une teneur considérable en antioxydants.

En fin, nous pouvons dire que le mélange issu des deux variétés de *Azeradj* et de *Soja* avec un rapport 20/80 est le plus approprié à l'assaisonnement (plus riche en antioxydants et en acide linoléique (> 2%).

En perspective, pour obtenir une huile de bonne qualité et afin de compléter ce travail, il serait souhaitable de poursuivre cette étude par d'autres analyses notamment l'évaluation sensorielle, et d'augmenter le nombre d'échantillons avec des proportions variables.

*Références*  
*Références*  
*bibliographiques*  
*bibliographiques*



*Références bibliographique:*

*A*

**Aboutayeb R. 2011.** Raffinage de l'huile brute. Edition Azaquar, p 1.

**Ait yacine Z., serhrouchni M., and hilali S. 2002.** Evolution de la composition acide de l'huile d'olive à différents stades de la maturité des olives.cas du périmètre de tadhala-maroc. *Olivae*, 94:51-53.

**Alain C., Linden G., and Miclo L. 2003.** Abrégé de biochimie alimentaire, 5<sup>ème</sup> édition.

**Al-maaitah M.I., Al-absi K.M. and., Al-rawashdeh A. 2009.** Oil quality and quantity of three olive cultivars as influenced by harvesting date in the middle and southern parts of Jordan. *International journal of agriculture and biology*, 11: 266–272.

**Alais C. and Linden G. 1997.** Lipides. In : "Abrégé de biochimie alimentaire". éd : Masson, Paris. pp : 64-65. ISBN : 2-225-80880-5.

**Alais C., Linden G., Miclo L. 2004.** Biochimie alimentaire. 5<sup>ème</sup> éd de l'abrégé.Paris : DUNOD, 228PISBN 210 0038 273.

**Alarcon de Lastra, E. Motilva ,V. Hemerrias, J. M and al. 2001.** Mediterranean Diet and Health: biological important of olive oil/ Current pharmaceutical disign, N°7, PP.933-950.

**Allalout A., Krichène D., methennik., Taamalli A., Oueslati I., Daoud D. and Zarrouk M. 2009.** Characterization of virgin olive oil from Super Intensive Spanish and Greek varieties grown in northern Tunisia. *Scientia Horticulturae*, 120: 77-83.

**Alonso-Salces R. M., Heberger K., Holland M.V., Moreno-Rojas J. M., Mariani C., Bellan G, Reniero F., Guillou C. 2010.** Multivariate analysis of NMR fingerprint of the unsaponifiable fraction of virgin olive oils for authentication purposes. *Food Chemistry*, 118: 956–965.

**Anonyme 1, 2010 :** Chambre agricole de la wilaya de Bejaïa.

**Angerosa. F; Servili.M and Selvaggini. R; 2004.** Volatile compounds in virgin olive oil: occurrence and their relationship with the quality; *J.chroma*, Vol :1054, pp.17-31.

**Aranda F., Gómez-Alonso S., Rivera dellamo R. M., Salvador M.D. and Fregapane G. 2003.** Triglyceride, total and 2-position fatty acid composition of *Cornicabra* virgin olive oil: Comparison with other Spanish cultivars. *Food Chemistry*, 86: 485-492.

**Aparicio R., Roda L., Albi M. A. and Gutierrez F. 1999.** Effect of Various Compounds on Virgin Olive Oil Stability Measured by Rancimat. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47(10): 4150-4155.

**Argenson C., Régis S., Jourdain J.M. and Vaysse P. 1999.** Elaboration de l'huile d'olive in l'olivier. Ed : Ctifl. ISBN 2-87911-86-6. PP: 163-189.

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

**Assman G. et Wahburg U. 2000.** Effet des composants mineurs de l'huile d'olive sur la santé. (1ere partie).

**Al-Ismail K. M., Alsaed A.K., Rafat A., All-Dabbas. 2010.** Detection of olive oil adulteration with some plant oils by GLC analysis of sterols using polar column. Food Chemistry, 121: 1255–1259.

**B**

**Baccouri B., BEN Temime S., Campeol E., Cioni P. L., Daoud D. and Zarouk M. 2007.** Application of solid-phase microextraction to the analysis of volatile compounds in virgin olive oils from five new cultivars. Food Chemistry, 102: 850-856.

**Baccouri B., Zarrouk W., Baccouri O., Guerfel M., Nouairi I., Krichene D., Daoud D. and Zarrouk M. 2008.** Composition, quality and oxidative stability of virgin olive oils from some selected wild olives (*Olea europaea* L. subsp. Oleaster). Grasas y Aceites, 59 (4): 346-351.

**Baccouri O., Guerfel M., Baccouri B., Cerretani L., Bendini A., Lercker G., Zarrouk M. and ben Miled D. D. 2008.** Chemical composition and oxidative stability of tunisian Monovarietal virgin olive oils with regard to fruit ripening. Food chemistry, 109:743-754.

**Baldioli M., Servili M., Perreti G. and Montedoro G.F. 1996.** Antioxidant activity of tocopherols and phenolic compounds of virgin olive oil. Journal of American Oil Chemist's Society, 73 (11): 1589-1593.

**Barone E., Gullo G., Zappia R. and Inglese P. 1994.** Effect of crop load on fruit ripening and **Berk Z. 1993.** Les opérations d'extraction d'huile de soja. In : "Technologie de production de farines alimentaires et de produits protéiques issus du soja". Institut de technologie Israel. pp : 27 – 55.

**Bendini A., Cerretani L., Vecchi S., Carrasco-Pancorbo A. and Lercker G. 2006.** Protective effects of extra virgin olive oil phenolics on oxidative stability in the presence or absence of copper ions. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 54 (13): 4880-4887.

**Bendini A., Cerretani L., Carrasco-Pancorbo A., Gomez-Caravaca A. M., Segura-Carretero A., Fernandez-Gutierrez A. and Lercker G. 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.

**Ben Tekaya I. and Hassouna M. 2007.** Effets des chlorophylles, du bêta-carotène, de l'alphatocophérol, du tyrosol et de leurs interactions sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive tunisienne. Oléagineux, Corps Gras, Lipides. 14, 01: 60-7.

**Ben Temime S., Taamalli W., Baccouri B., Abaza L., Daoud D. and Zarouk M. 2006.** Changes in olive oil quality of Chétoui variety according to origin and plantation. Journal of Food Lipids, 13:88-99.

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

**Berk Z. 1993.** Technologie de production de farines alimentaires de produits protéiques issus du soja. Organisation des nations unies pour l'alimentation et l'agriculture. Bulletin des services agricoles de la FAO.Rome.pp1-9.

**Bester E., Butinar B., Bucar-Miklavcic M. and Golob T. 2008.** Chemical changes in extra virgin olive oils from Slovenian Istra after thermal treatment. Food Chemistry, 108: 446-454.

**Bianchi G. 1999.** Extraction systems and olive oil. Oléagineux, Corps Gras, Lipides.6, 01: 49-55.

**Boskou d. 1996.** olive oil. Aocs press, champaign.

**Boskou d., Blekas G. and Tsimidou M. 2006.** Olive oil composition. In Boskou,ed, olive oil chemistry and technology, Champaign Illinois, 4: 41-72.

**Boukachabine N., Ajana H. and El Antari A. 2011.** A study of fatty acid and triglycerides Oils composition and quality parameters of five autochthon olive varieties in Morocco.Lebanese Science Journal, 1 (2): 45-63.

## C

**Carrasco-Pancorbo A., Cerretani, L., Bendini A., Segura-Carretero A., Del Carlo M., Gallina-Toschi T., Lercker G., Compagnone D. and Fernandez-Gutierrez A. 2005.** Evaluation of the antioxidant capacity of individual phenolic compounds in virgin olive oil. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 53: 8918-8925

**Carrasco-Pancorbo A., GO Mez-Caravaca A.M., Cerretani L., Bendini A., Segura-Carretero A., and Fernandez-Gutierrez A. 2006.** Rapid quantification of the phenolic fraction of Spanish Virgin Olive Oils by Capillary Electrophoresis with UV Detection. Journal of agricultural and food chemistry, 54: 7984-7991.

**Caselli S., Modi G., Nizzi Grifi F and Fiorino P. 1993.** Variabilité de la composition en acides gras, en stérols et en alcools de l'huile d'olive de cultivars de la Toscane. Olivae, 47 : 46-50.

**Catherine B., Frédéric M. and Christian P. 2006.** De l'olivier à l'oléastre: origine et domestication de l'Olea europaea L. dans le Bassin méditerranéen. Cahiers d'études et de recherches francophones / Agricultures ; vol: 15, N° 4, pp.32-36.

**Çavusoglu A. and Ohtar A. 1994.** Les effets des facteurs agronomiques et des conditions de Stockage avant la mouture sur la qualité de l'huile d'olive. Olivae, 52: 18-24.

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

**Cevdet N. and Kemal-Unal M. 2006.** Effect of method of extraction on the total polyphenol, 1,2-diphenol content and stability of virgin olive oil. *Journal of the science of food and agriculture*. 56: 79-84.

**Chimi H. and Ouaouich A. 2007.** Stockage des olives. In : « Guide du producteur de l'huile d'olive ». Ed : ONUDI: 13-29.

**Clodoveo M.L., delcuratolo D., gomez T. and coelli G. 2007.** Effect of different temperatures and storage atmospheres on coratina olive oil quality. *Food chemistry* 102: 571–576.

**Corinne Mohtadj-Lamballait. 1989.** lipides. In : les aliments. 87-101. ed : maloine.Paris. ISBN : 2-224-01889-4.

**Cossut J. 2002.** Les Corps Gras : Entre Tradition et Modernité. Projet réalisé dans le cadre du DESS QUALIMAPA. Institut Agro-alimentaire de Lille, Université des Sciences et Technologies de Lille. pp : 111.

**Coutin Remi. 2003.** Les insectes de l'olivier, Insectes; Vol : 130.p.19.

**Criado M. N., Motilva M. J., Goni M. and Romero M. P. 2007.** Comparative study of the effect of the maturation process of the olive fruit on the chlorophyll and carotenoid fractions of drupes and virgin oils from Arbequina and Farga cultivars. *Food Chemistry*, 100: 748-755.

### *D*

**Debruyne I. 2012.** Soja : transformation et aspect industriel. Edition technique de l'ingénieur.pp3-5.

**Del Caro A., Vacca V., Poiana M., Fenu P., Piga A. 2006.** Influence of technology, storage and exposure on components of extra virgin olive oil (Bosana cv) from whole and de-stoned fruits. *Food Chemistry*, 98: 311–316.

**Del Nobile M.A., Bove S., la Notte E. and Sacchi R. 2003.** Influence of packaging geometry and material properties on the oxidation kinetic of bottled virgin olive oil. *Journal of food engineering*, 57: 189–197.

**Del-Planque. 2000.** Intérêt nutritionnel des huiles de tournesol.

**Denise J. 1982.** Composition des huiles végétales alimentaires brutes in raffinage des corps gras.Paris : Mesthock, éd Beffois, PP: 80-100.

**Dhifi W., Ben Khedher M., Elyes Kechouk M. and Marzouk B. 2006.** Etude qualitative et quantitative des arômes et des polyphénols de quelques huiles d'olive de Tunisie. *Olivae*, 105: 36-40.

**D'imperio M., Mannina L., Capitani D., Bidet O., Rossi E, Bucarelli F.M., Quaglia G.B and Segre A. 2007.** Nmr and statistical study of olive oils from lazio: a geographical, ecological and agronomic characterisation. Food chemistry. 105: 1256–1267.

**Dilmi-Bouras, A. 2004.** Biochimie alimentaire. Ed. Office des publics universitaires. Alger. pp : 1-106.

**Di Giovacchino L. 1991.** L'extraction de l'huile des olives par les systèmes de la pression, de la centrifugation et de la percolation : incidence des techniques d'extraction sur les rendements en huile. Olivae, 21, 10 : 15-37.

**Diraman H. And Dibeklioglu H. 2009.** Characterization of Turkish virgin olive oils produced from early harvest olives. Journal of American Oil Chemist's Society, 86: 663-674.

**Douzane M., Nouani A., Brahimi A. and Bellal M. M. 2010.** Influence de la Variété, de la Campagne Oléicole et de la Région Sur la Composition en Acide Gras de Quelques Huiles D'olives Vierges Algérienne. European Journal of Scientific Research, 46 (3): 339-351.

**Dugo G., Lo turco V., Pollicino D., Mavrogeni E., Pipiton F 2004.** Carractérisation de l'huile d'olive vierge siciliennes.variation qualitative des huiles des fruits des cultivars □ biancolilla □, □nocellara del belice □, □cerasuola □, □tonda iblea □ et □crastu □ en fonction des techniques et de l'époque de récolte des olives. Olivae, 101: 44-52.

### *E*

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

### *F*

**Farhoosh R. 2007.** The Effect of Operational Parameters of the Rancimat Method on the Determination of the Oxidative Stability Measures and Shelf-Life Prediction of Soybean Oil. Journal of American Oil Chemist's Society, 84: 205-209.

**Favati, F. Caporale, G and Bertuccioli, M. 1994.** Rapid determination of phenols content in extra virgin olive oil, grasas y aceites.

**Faye M. 2010.** Nouveau procédé de fractionnement de la graine Neen :production d'un bio-pesticide d'huile et de tourteau. Thèse. Université de Toulouse, p71.

**Frankel E.N. 1985.** Chemistry of free radical and singlet oxidation of lipids. Progress in Lipid Research, 23: 197-221.

### *G*

**Gallina-Toschi T., Cerretani L., Bendini A., Bonoli-Carbognin M. and Lercker G. 2005.** Oxidative stability and phenolic content of virgin olive oil: an analytical approach by Traditional and high resolution techniques. Journal of Separation Science, 28 (9-10): 859-70.

**Gandul-Rojas B. and Minguez-Mosquera M. 1996.** Chlorophyllase activity in olive fruits and its relationship with the loss of chlorophyll pigments in the fruits and oils. *Journal of Science and Food Agriculture*, 72: 291-294.

**Garcia A., Brenes M., Garcia P., Romero C and Garrido A. 2003.** Phenolic content of commercial olive oils. *Eur Food Research and Technology*, 216: 520-525.

**Garcia A., Ruiz-Mandez V., Romero C and Brenes M. 2006.** Effect of refining on the phenolic composition of crude olive oils. *JAOCS*. 83: 159-164.

**Garcia-Gouzalet D. L., Aparicio R. 2008.** Virgin olive oil-chemical implications on quality and health. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 110: 1-6.

**Ghedira K. 2008.** L'olivier. *Phytothérapie*, 6: 83–89.

**Gimeno E., Castellote A. I., Lamuela-Raventos R. M., De la Torre M.C. and Lopez-Sabater M.C. 2002.** The effects of harvest and extraction methods on the antioxidant content (phenolics, a-tocopherol, and b-carotene) in virgin olive oil. *Food Chemistry*, 78: 207–211.

**Gomez-Ricoa, Fregapane G. and Salvador M.D. 2008.** Effect of cultivar and ripening on minor components in Spanish olive fruits and their corresponding virgin olive oils. *Food Research International*, 41: 433–440.

**Gomez-Rico A., Salvador M.D., Moriana A., Perez D., Olmedilla N., Ribas F and Fregapane G. 2007.** Influence of different irrigation strategies in a traditional cornicabra cv. Olive orchard on virgin olive oil composition and quality. *Food chemistry*, 100: 568-578.

**Gunstone F. 2002.** *Vegetable oils in food technology: composition, properties and uses*. 1<sup>ed</sup> Oxford. Blackwell, p: 247.

## *H*

**Huang D., Boxin O., and Priorri. 2005.** The Chemistry behind Antioxidant Capacity Assays. *Journal of agricultural and food chemistry*, 53 : 1841-1856.

**Huang C.L. and Sumpio B.E. 2008.** Olive Oil the Mediterranean Diet, and Cardiovascular Health. *American College of Surgeons*, 207(3): 407-416.

**Hubert J. 2006.** Caractérisation biochimique et propriétés biologiques des micro-nutriments du germe de soja – Etude des voies de sa valorisation en nutrition et santé humaines. Thèse présentée pour obtenir le titre de docteur de l'institut national polytechnique de Toulouse, France. Spécialité: Qualité et Sécurité des Aliments. pp : 174.

## *I*

**Ibanez E., Palacios J., Senorans F.G., Santa-Maria G., Tabera J, and Reglero G. 2000.** Isolation and Separation of Tocopherols from Olive By-products with Supercritical Fluids. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 77, 02: 187–190.

**Idrissi A. and Ouzzani N. 2009.** Apport des descripteurs morphologiques à l'inventaire et à l'identification des variétés d'olivier (*Olea europaea* L.) Copyright Bioversity International - FAO. All rights reserved. Published in Issue, 136: 1-10.

*J*

**Jacques B. 2010.** Soja. Conseil et formation santé-relations humaines.Boisléve.pp3-16

**Jones P. J. H., Demonty I., Chan Y.M., Herzog Y. and Pelled D. 2007.** Fich-oil esters of plant sterols differ from vegetable-oil sterol esters in triglycerides lowering, carotenoid bioavailability and impact on plasminogen inhibitor-1 (PAI-1) concentration in hypercholesterolemic subjects. *Lipids in Health and Disease*: 1-9

*K*

**Kalogeropoulos N., Chiou A., Mylona A., Ioannou M. S. and Andrikopoulos N. K. 2007.** Recovery and distribution of natural antioxidants (α-tocopherol, polyphenols and terpenic acids) after pan-frying of Mediterranean finfish in virgin olive oil. *Food Chemistry*, 100: 509–517.

**Karleskind A. and Wolff J. P. 1992.** Raffinage des corps gras. In : "manuel des corps gras". Tome : 2. Ed : techniques et documentation. Londres Paris New York. pp : 794 ISBN : 2-85206-662-9.

**Kiritsakis A.K. 1998.** Flavor Components of Olive Oil. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 75 (6): 673–681.

**Krichene D., Allalout A., Mancebo-Campos V., Salvador M.D., Zarrouk M. and Fregapane G. 2010.** Stability of virgin olive oil and behaviour of its natural antioxidants under medium temperature accelerated storage conditions. *Food Chemistry*, 121: 171-177.

**Koprivnjak O, Moret S, Populin T. and al., 2005.** Variety differentiation of virgin olive oil based on n-alkane profile .*Food chemistry*. 90:603-608.

*L*

**Läubli M. W. and Bruttel P. A. 1986.** Determination Of The Oxydative Stability Of Fats And Oils:Comparison between the active oxygen method (AOCS Cd 12-57) and the rancimat method.*Journal of the American Oil Chemist's Society*, 63(6): 792-795.

**Lavee S. and Wodner M. 1995.**The effect of growing region, maturation and fruit handling on oil quality of cv. *Nabali* olives in West Bank Mountains. *Agricultural Med.*, 125: 395-403.

**Lozano-Sanchez J., Cerretani L., Bendini A., Segura-Carretero A., Fernandez-Gutierrez A. 2010.** Filtration process of extra virgin olive oil: effect on minor components, oxidative stability and sensorial and physicochemical characteristics. *Food Science & Technology* 21: 201-211.

*M*



**Manna C., D'Angelo S., Migliardi V., Loffredi E., Mazzoni O., Morrica P., Galletti P., and Zappia V. 2002.** Protective Effect of the phenolic Fraction from Virgin Olive Oils against Oxidative Stress in Human Cells. *Journal of agricultural and food chemistry*, 50: 6521-6526.

**Martin-Polvillo M., Marquez-Ruiz G. and Dobarganes M. C. 2004.** Oxidative stability of sunflower oils differing in unsaturation degree during long-term storage at room temperature. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 81: 577-83.

**Mateja, Sikovec and al. 2002.** *Analytica chimica Acta* 460, Ultrasensitive assays of Trans and cis - $\beta$ - carotenes in vegetable oils by high -performance liquids chromatography thermal lens detection, PP. 193-200.

**Mateos R., Uceda M., Aguilera M. P., Escuderos M. E. and Beltran M. G. 2006.** Relationship of Rancimat method values at varying temperatures for virgin olive oils. *European Food Research and Technology*, 223: 246-252.

**Matos L. C., Pereira J. A., Andrade P. B., Seabra R. M. and Oliveira M. B. P.P. 2007.** Evaluation of a numerical method to predict the polyphenols content in monovarietal olive oils. *Food Chemistry*, 102: 976-983.

**Mauro A. 2003.** Chemical-physical characteristics of olive oils. Onaoo (organizzazione nazionale assaggiatori olio di oliva), p08.

**Mendez A. I. and Falque E. 2007.** Effect of storage time and container type on the quality of extra-virgin olive oil. *Food control*. 18: 521-529.

**Merrien A and Pouzet A. 1992.** Sources et monographies des principaux corps gras. In : *manuel des corps gras*.1. 115-316. ed : techniques et documentation. Londres Paris New York. ISBN : 2-85206-662-9.

**Monti S.M., Ritieni A., Sacchi R., Skog K., Borgen E. and Fogliano V. 2001.** Characterization of Phenolic Compounds in Virgin Olive Oil and Their Effect on the Formation of Carcinogenic/Mutagenic Heterocyclic Amines in a Model System. *Journal of Agricultural Food Chemistry*, 49: 3969-39.

**Morello J.R., Romero M.P. and Motilva M.J. 2006.** Influence of seasonal conditions on the composition and quality parameters of monovarietal virgin olive oils. *Journal of american oil chemist's society*, 83 8: 683-690.

**Mordret F, Coustille J-L., Lacoste F. 1997.** Contrôle de qualité/analyses méthodes physico-chimiques d'analyse des huiles d'olive. *Oléagineux, corps gras, lipides*.4, 5 : 9-364.

**Mousa Y. M., Gerasopoulos D., Metzidakis I. and Kristakis A. 1996.** Effect of altitude on fruit and oil quality characteristics of maspoids olives. *Journal of the science of food and Agriculture*. 71: 345-349.

*N*

**Nicolay L. et Roulin L. 2004.** Huile de colza. Pp : 20 – 60.



O

**Ocakoglu D., Tokatli F., OZEN B. and Korel F. 2009.** Distribution of simple phenols, phenolic acids and flavonoids in Turkish monovarietal extra virgin olive oils for two harvest years. *Food Chemistry*, 113: 401–410.

**Olive oil quality. Ben Tekaya I. and Hassouna M. 2005.** *Journal of Horticultural Science*, 69 (1): 67. Étude de la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge extra tunisienne au cours de son stockage. *Oléagineux Corps gras Lipides*, 12 (5-6) : 447-453.

**Oliveras-L'opez M. J., Innocenti M., Giaccherini C., Ieri F., Romani A. and Mulinac N. 2007.** Study of the phenolic composition of spanish and italian monocultivar extra virgin Olive oils: Distribution of lignans, secoiridoidic, simple phenols and flavonoids. *Talanta*, 73: 726–732.

**O.N.H. (2012).** Office National de l'Huile. La filière de l'huile d'olive, composante stractégique de l'agriculture tunisienne et de l'économie nationale. République Tunisienne Ministère de l'Agriculture.

P

**Pardo J. E., Cuesta M. A. and Alvarruiz A. 2007.** Evaluation of potential and real quality of vigin olive from the designation of origin "Aceite Campo de Montiel" (Ciudad Real, spain). *Food chemistry* 100. Pp.: 977 – 984.

**Paule N. 2001.** Dietitique, les aliments, les huiles : huile de soja, valeur nutritionnelle de l'huile de soja.

**Paz Romero M., Tovar M. J., Ramo T. and Motilva J. 2003.** Effect of crop season on the composition of virgin olive oil with protected designation of origin "Les Garrigues". *Journal of American Oil Chemist's Society*, 8, 5: 423-430.

**Perrin J. L., 1992.** Les composés mineurs et les antioxygènes naturels de l'huile d'olive. *Rev. Fran. Corps Gras*, 1/2, PP: 25-31.

**Phillips K. M., Ruggio D. M., Toivo J. I., Swank M. A. and Simpkins A.H. 2002.** Free and Esterified Sterol Composition of Edible Oils and Fats. *Journal of Food Composition and Analysis*, 15: 123–142.

**Pouzet A. 1992.** Source et monographies des principaux corps gras. In : "Manuel des corps gras". Tome 1. éd : Tec. et Doc-Lavoisier, Paris, pp : 131 – 136. ISBN : 2-85206-662-9.

**Psomiadou E., Tsimidou M. 2001.** Pigments in greek virgin olive oils: occurrence and levels. *Journal of science of food and agriculture*, 81 :640-647.

**R**

**Rahmani M and Csallany A. S. 1991.** Chlorophyll and  $\beta$ Carotene Pigments in Moroccan Virgin Olive Oils Measured by High-Performance Liquid Chromatography. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 68, 9:672-674.

**Rahmani M. 1999.** Influence des ravageurs et des maladies de l'olivier sur la qualité des huiles d'olive vierge. *Association marocaine des sciences du sol*, 62-66.

**Ranalli A., De Mattia G., Ferrante M. L. and Giansante L. 1997.** Incidence of olive Cultivation area on the analytical characteristics of the oil. Note 1. *Sost. Grasse*, LXXIII, 501-508.

**Ranalli A., Modesti G., Patumi M. and Fontanazza G. 2000.** The compositional quality and sensory properties of virgin olive oil from a new olive cultivar- I-77. *Food chemistry*. 69:3.

**Ranalli G., Alfanso G., Bahammi M., Belli C. and Lustratoo G. 2002.** Gestion des sous-produits de la filière oléicole du maroc. Identification des solutions eco-compatibles et économiquement soutenables pour la valorisation des résidus de l'huile d'olive et la réduction de l'impact environnemental dans les régions de Fès, Meknès et Marrakech : 171p.

**Raoux, R. 1998.** Méthologie et spécificités de l'analyse sensorielle dans le domaine des corps gras : Institut des corps gras, Rue Monge, Parc industriel ,33 600 Pessac, France. *ANALUSIS MAGASINE*, vol 26, N°3, PP. 66-71.

**Rasolohery C. A. 2007.** Etude des variations de la teneur en isoflavones et de leur composition dans le germe et le cotylédon de la graine de soja [*Glycine max (L.) Merrill*]. Thèse de doctorat de l'institut national polytechnique de Toulouse. pp : 9 – 45.

**Richard D. and O'Brien. 2005.** *Fats and oils: Formulating and processing for applications*. 2<sup>e</sup> éd. pp: 574.

**Roche J. 2005.** Composition de la graine de tournesol (*Helianthus annuus L.*) sous l'effet conjugué des contraintes agri-environnementales et des potentiels variétaux. Thèse de Doctorat de Sciences des Agroressources. L'institut national polytechnique, Faculté des Sciences des Procédés, Toulouse, 305p.

**Roehlly, Y.2000.** La fabrication de l'huile d'olive:une étude bibliographique. CBEARC de Montpellier ; pp.6-22.

**Romon M., Apfelbaum-M., Marian A. 2009.** Les légumes secs et le soja. In : "Diététique et nutrition". 7<sup>ème</sup> éd. pp : 155 – 160.

**Rosa M. L. R., Gimeno E., Castellote A. I., Covas M. and Carmen de la Toschi T. G. 2004.** Effect of olive Ripening degree on the Oxidative Stability and Organoleptic Properties of Cv. Nostrana di brisighella Extra Virgin Olive Oil. *J. Agric. Food Chem.*, 52: 3649-3654.

**Runetou J. B. 1999.** *Pharma cogenoise, phytochimie et plantes médicinales*. Ed.: Techniques et documentation; Lavoisier; Paris.

**Ryan D., Robards K and Lavee S. 1998.** Évaluation de la qualité de l'huile d'olive. *Olivae*, 72 :23-38.

*S*

**Saitta M., Salvo F., DI Bella G., Dugo G. and Loredana LA Torre G. 2009.** Minor compounds in the phenolic fraction of virgin olive oils. *Food Chemistry*, 112: 525–532.

**Salvador,m.d. aranda,f and fregapane,g. 1998.** Chemical composition of commercial cornicabra virgin olive oil from 1995/1996 and 1996/1997 crops. *Food chemistry*, vol 75, N°10, PP. 1035-1311.

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

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

**Sifi S, Ben Hamida J. and Amamou T. 2001.** Impact du système de trituration des olives sur la qualité de l'huile obtenu. *Olivae* N°87 : 33-38.

**Stefanoudaki E., Kotsifaki F. and Koutsaftakis A. 1999.** Classification of virgin olive oils of the two major Cretan cultivars based on their fatty acid composition. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 76 (5): 623-626.

**Svjetlana, Luterotte. Mladen, Franco. Mateja, Sikovec and al. 2002.** Ultrasensitive assays of Trans and cis - $\beta$ - carotenes in vegetable oils by high -performance liquids chromatography thermal lens detection. *Analytica chimica Acta*, 460, Pp. 193-200.

*T*

**Tamendjari A., Angerosa F., Mettouchi S., and Bellal M. M. 2009.** The effect of fly attack (*Bactrocera oleae*) on the quality and phenolic content of Chemlal olive oil. *Grasas y Aceites*, 60, 5: 507-513.

**Tanouti k., Elamrani A, Serghini-Caid H., Khaalid A., Bahetta Y Benali A., Harkous M. and khair M. 2010** caractérisation d'huile d'olive produites dans des cooperative pilotes (lakrama et kenine) au niveau du maroc oriental. *Les technologies de laboratoire*. 5(18): 18-26.

**Torres M. M. and Maestri D. M. 2006.** The effects of genotype and extraction methods on chemical composition of virgin olive oils from Traslasierra Valley (Cordoba, Argentina). *Food Chemistry*, 96: 507–511.

**Tovar M. J., Paz Romero M., Girona J. and Motilva M. J. 2002.** L-phenylalanine ammonia-lyase activity and concentration of phenolics in developing olive (*olea europaea* l cv arbequina) fruit grown under different irrigation regimes. *Journal of science of food and agriculture*, 82: 892-898.

**Tura D., Gigliotti C., Pedo S., Failla O., Bassi D. and Serraiocco A. 2007.** Influence of cultivar and site of cultivation on levels of lipophilic and hydrophilic antioxidants in virgin olive oils (*Olea europaea* L.) and correlations with oxidative stability. *Scientia Horticulturae*, 112: 108–119.

*U*

**Uzzan A.1992.** Olive et huile d'olive. In : KARLESKIND A. Manuel des Corps Gras.1, ed. Tec& Doc Paris : Lavoisier. 1: 116-787.

**Uzzan A. and al. 1992.** In manuel d'alimentation humaine.Tome2.Ed DUNOD, PP :216-220.

**Uzzan, A. 1994.** Huile d'olive. In Manuel des corps gras. Paris: Lavoisier. p. 763-767.

*V*

**Vican, P. 2006.** L'huile d'olive : historique, variétés, origines, vertus thérapeutique et Recette. Édition : « ANAGRAMME », 48, Rue de ponts, P. 5-206.

**Vierling E. 2008.** Raffinage des huiles alimentaires. In : "Aliments et boissons: Technologie et aspect réglementaire". 3<sup>ème</sup> éd: Doin. Pp: 196 – 199.

*X*

**Xavier P., Morin O., Birot C., Gaud M., Fazeuilh S. and Gouband M. 2010.** Raffinage des huiles et des corps gras et élimination des contaminants. Pp 86-87.

*Z*

**Zarrouk W., Haddada F.M., Baccouri B., Oueslati I., Taamalli W., Fernandez Z., Lizzani-Cuvelier L., Daoud D. and Zarrouk M. 2008.** Characterization of virgin olive oil From southern tunisia. *European journal of lipids science and technology*, 110: 81–88.

*Norme et textes réglementaires*

**CE. 2002.** Règlement (CE) no 796/2002 du 6 mai modifiant le règlement (CEE) no 2568/91 relatif aux caractéristiques des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive ainsi qu'aux méthodes d'analyses y afférentes et les notes complémentaires figurant à l'annexe du règlement (CEE) no 2658/87 du conseil relatif à la nomenclature tarifaire et statistique et au tarif douanier commun :8-28.

**COI. 1996.** Détermination de l'absorbance spécifique aux rayonnements ultraviolets, T. 20/DOC.n°19.

**COI. 1999.** Normes commerciale internationale applicable aux huiles d'olives et aux huiles de grignons d'olive .T15 /NC n°2.Rév.9.

**COI. 2001.** Norme commerciale applicable à l'huile d'olive et à l'huile de grignons d'olive–COI/T.20/Doc.n°19/Rév.1.

**COI. 2003.** Normes commerciales applicables aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive .T.15/NC n°3, 16p.

**COI. 2006.** Conseil Oléicole Internationale. Guide de gestion de la qualité de l'industrie de l'huile d'olive : le moulin, T. 33/ DOC. n°2, P. 10.

**COI. 2011.** Norme commercial applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. COI/T.15/NC n° 3/Rév. 6.

**ISO 660. 1996.** Corps gras d'origine animale et végétale. Détermination de l'indice d'acide et de l'acidité. 2<sup>ème</sup> éd. pp : 1 – 8.

**N.E. 2013.** Norme d'entreprise (Cevital).

### *Références électroniques*

**Anonyme 2, 2011.** <http://www.spagnolo.unblog.fr> (Consulter le 01/12/2011).

**Anonyme 3, 2007 :** [www.oliéculture.com](http://www.oliéculture.com). (Consulter en Avril 2007).

**Joyce J. (1983).** Le rôle des corps gras dans notre organisme - suivi de toutes les huiles existantes. La famille des OMEGAS. p: 1-34. Disponible sur le site : <http://www.josyanejoyce.com/TOUTES%20LES%20HUILES.pdf> (Consulté le 07/04/2008).

**Rogis Faurnier, 2002.** Huile de tournesol. (<http://www.Prolea.com/tournesol.htm>). (Page consultée en février 2012).

**Platon J. F. 1988.** Raffinage de l'huile de soja. ASA – USB. pp : 1-30, disponible sur le site : [www.asaim-europe.org/pdf/raffinage.pdf](http://www.asaim-europe.org/pdf/raffinage.pdf), (Consulter le 09/03/2010).

# *Annexes*

## Annexe 1 :

Tableau I : les différentes classes de l'huile d'olive et leurs critères de qualité (COI ,2003).

Huile	Huile d'olive vierge extra	Huile d'olive vierge	Huile d'olive vierge courante	Huile d'olive vierge lampante
Paramètres				
Caractéristiques organoleptiques médiane- fruité - défaut	>0 Me =0	>0 0<Me<2.5	=0 2.5<Me<6.0	Me>6.0
Acidité libre (% d'acide oléique)	≤0.8	≤0.2	≤3.3	>3.3
Indice de peroxyde (meq O <sub>2</sub> /kg)	≤20	≤20	≤20	Non limité
Extinction spécifique (UV) 270nm	≤0.22	≤0.25 ≤2.60	≤0.30 -	- -
232nm	≤2.50			

Me :médiane  
(-) : non limité

## Annexe2 :

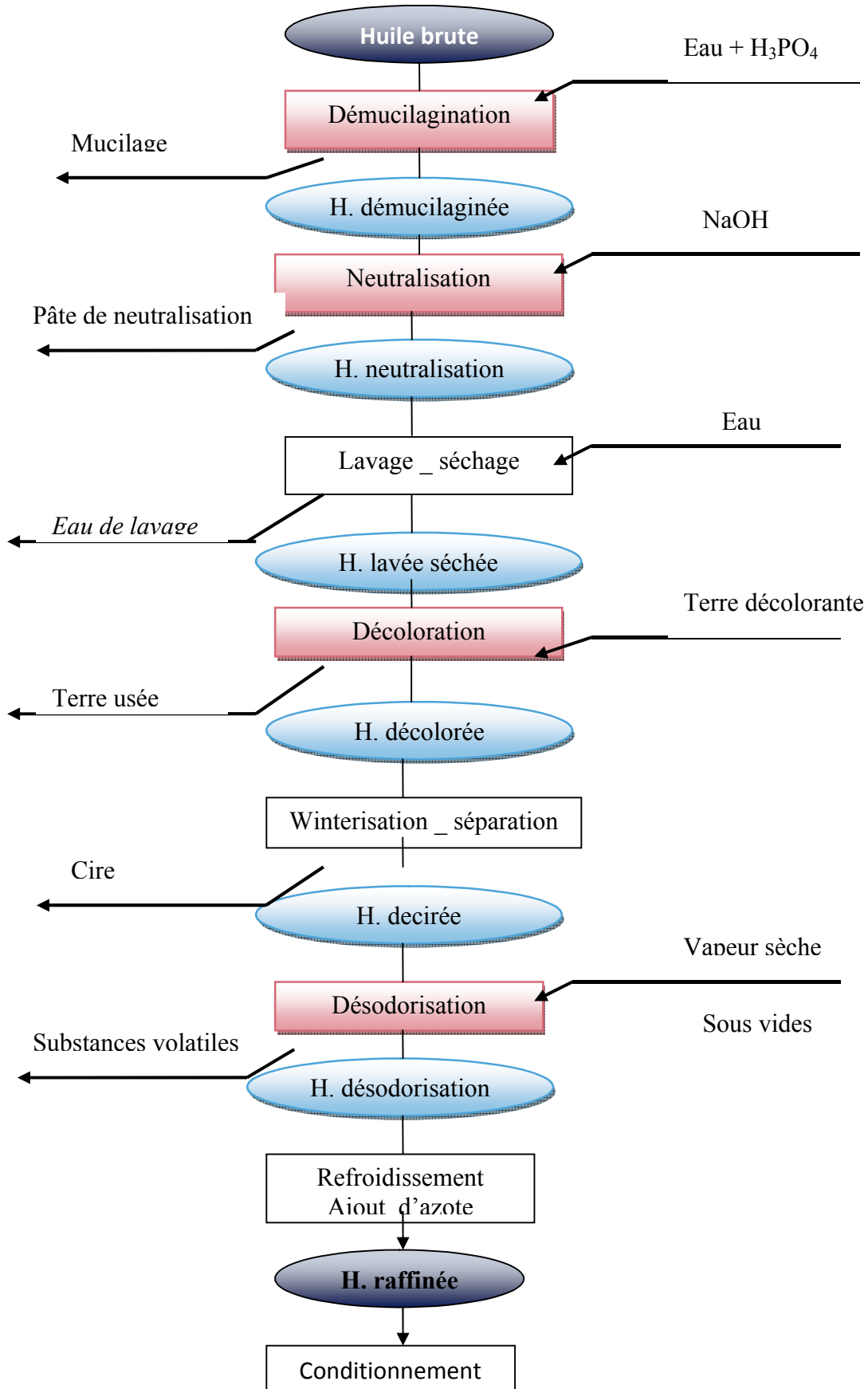


Figure 1 Le Schéma général du raffinage



**Annexe 3**

**Les conditions d'analyse des esters méthyliques par Chromatographe en Phase Gazeuse :**

\* Colonne capillaire DB-23 Agilent 122-2362 (60 m de longueur, 0,25 mm de diamètre, 0,25µm d'épaisseur), T° =260°C Max.

- Débit H<sub>2</sub> (gaz vecteur) : 1ml / min.

- Pression : 14,84 pascalle.

\* Détecteur : FID (détecteur à ionisation de flamme).

-Température : 250°C.

-Débit du gaz vecteur (Hydrogène): 40 ml / min.

-Débit d'air : 450 ml / min.

} Flamme

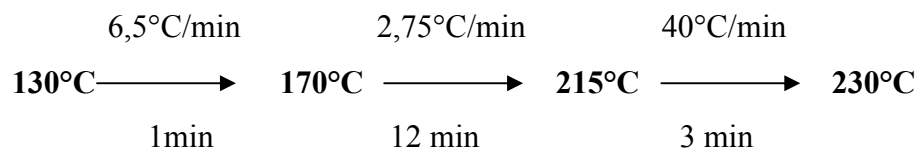
\* Gaz vecteur He : débit 45 ml / min.

\* Injecteur : - Volume d'injection : 1 µl.

-Température de l'injecteur : 260°C.

\* Four : - Température maximale : T° =325°C max. Equilibration 1min.

\* Programme (gradient de température):



## Annexe 4

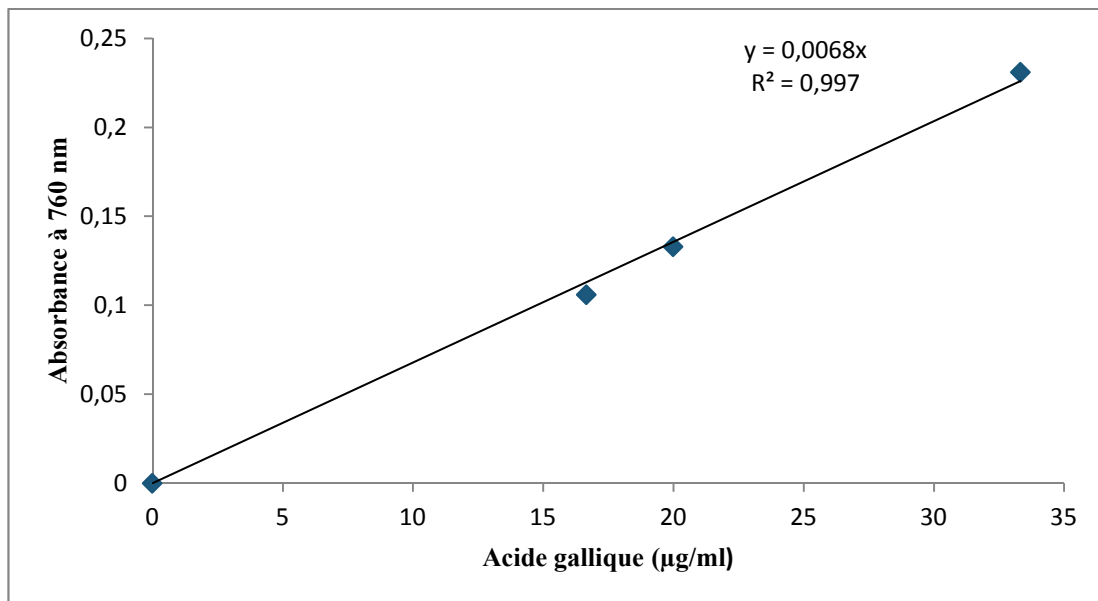


Figure 2 : Courbe d'étalonnage pour le dosage des composés phénolique avec acide gallique

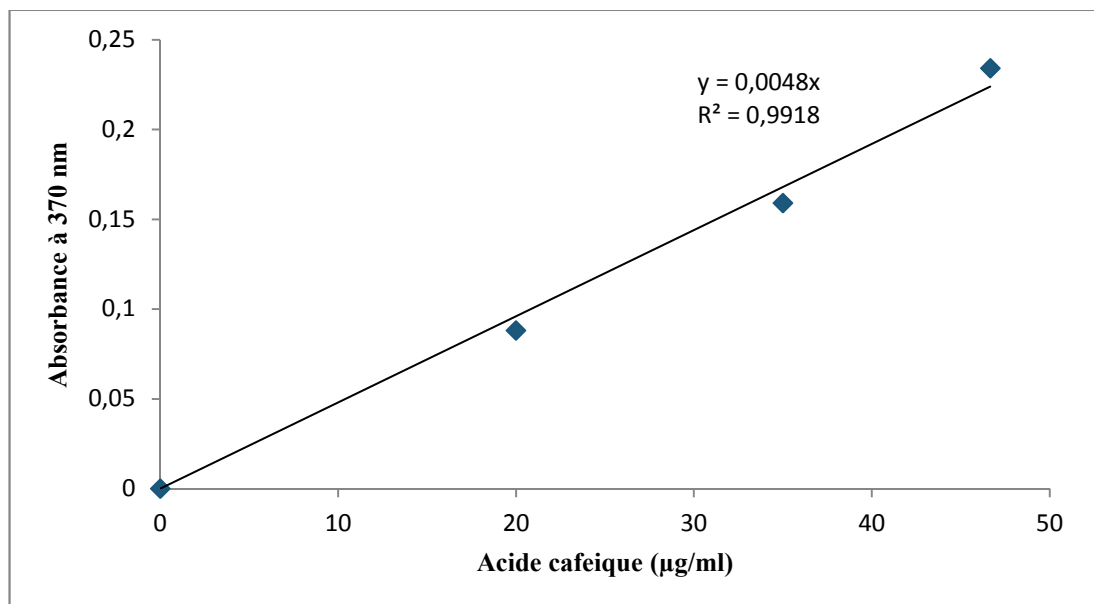
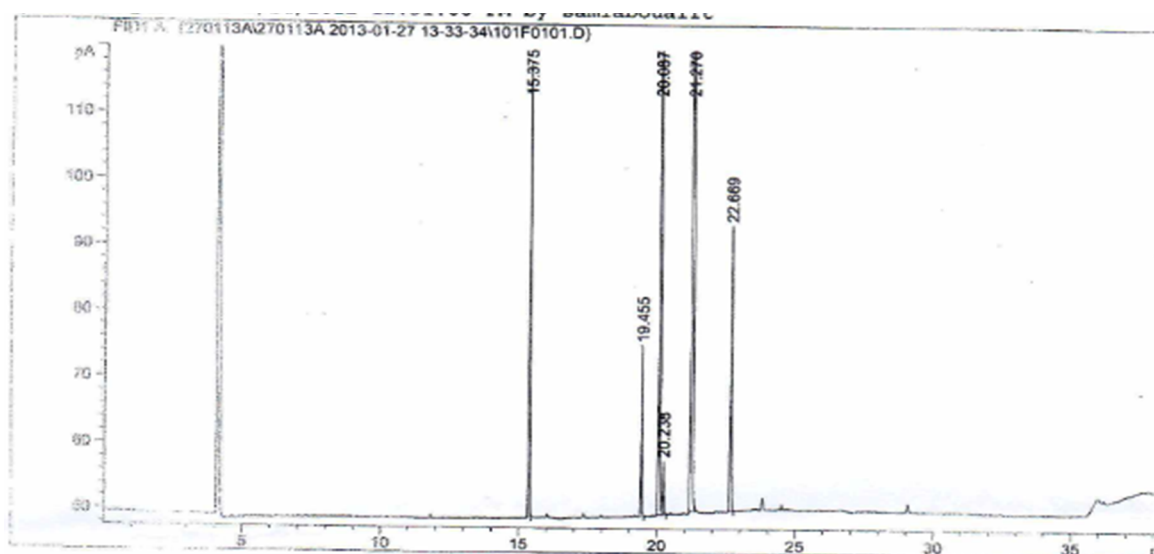


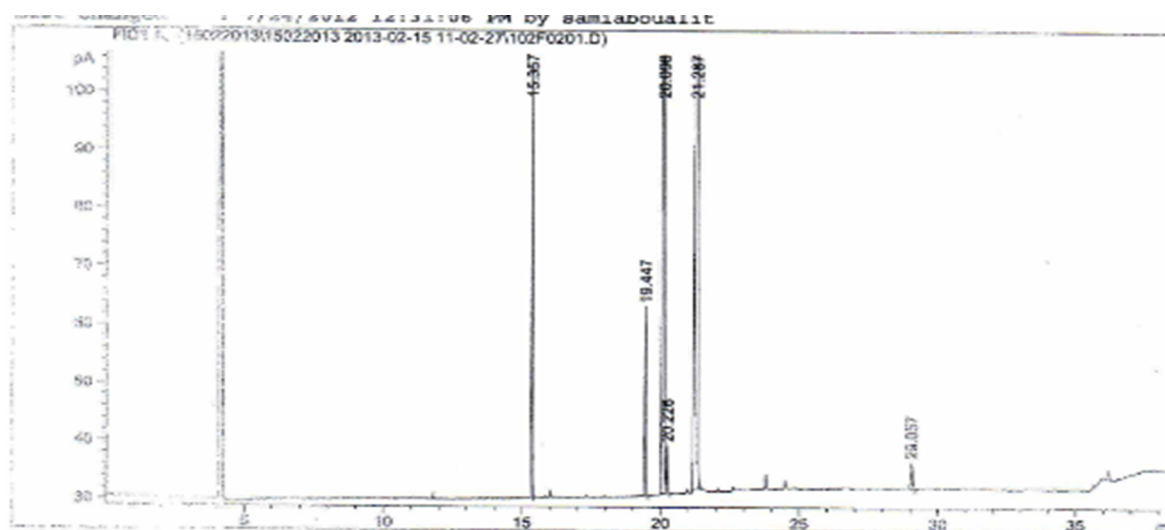
Figure 3 : Courbe d'étalonnage pour dosage des ortho-diphénol avec acide caféique

## Annexe 5



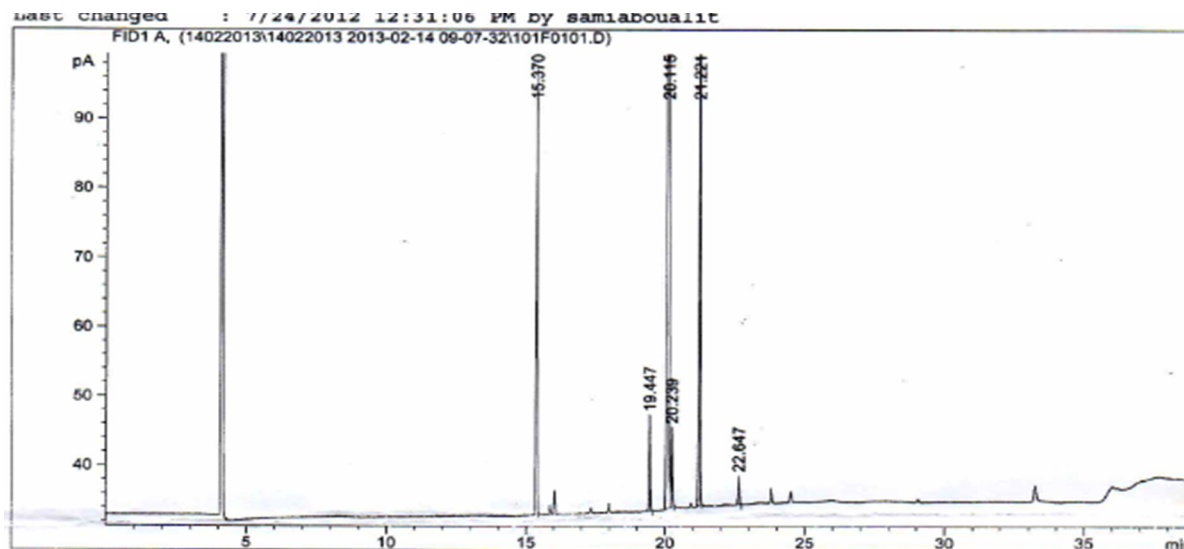
**Figure 4 : Chromatogramme de la composition en acides gras d'une huile de Soja obtenue par CPG.**

**1** : acide palmitique ( $C_{16} : 0$ ), **2** : acide stéarique ( $C_{18} : 0$ ), **3** : acide oléique ( $C_{18} : 1$  [n-9]), **4** : acide oléique ( $C_{18} : 1$  [n-7]), **5** : acide linoléique ( $C_{18} : 2$ ), **6** : acide linoléique ( $C_{18} : 3$ ), **7** : acide arachidique ( $C_{20} : 0$ ), **8** : acide gadolérique ( $C_{20} : 1$ ).



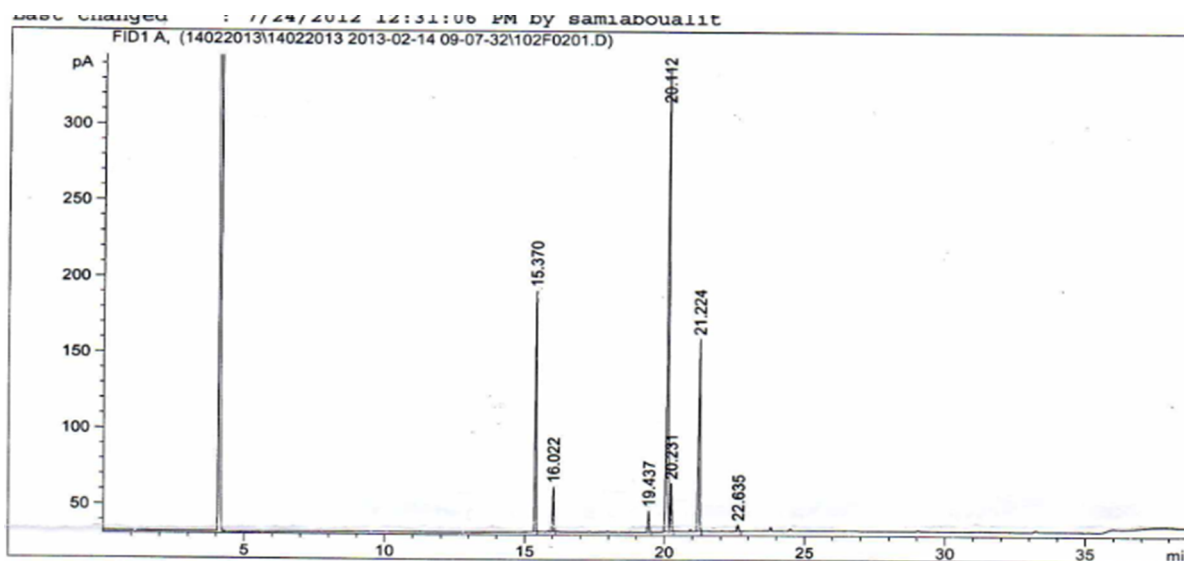
**Figure 5 : Chromatogramme de la composition en acides gras d'une huile de Tournesol obtenue par CPG.**

**1** : acide palmitique ( $C_{16} : 0$ ), **2** : acide stéarique ( $C_{18} : 0$ ), **3** : acide oléique ( $C_{18} : 1$  [n-9]), **4** : acide oléique ( $C_{18} : 1$  [n-7]), **5** : acide linoléique ( $C_{18} : 2$ ), **6** : acide arachidique ( $C_{20} : 0$ ).



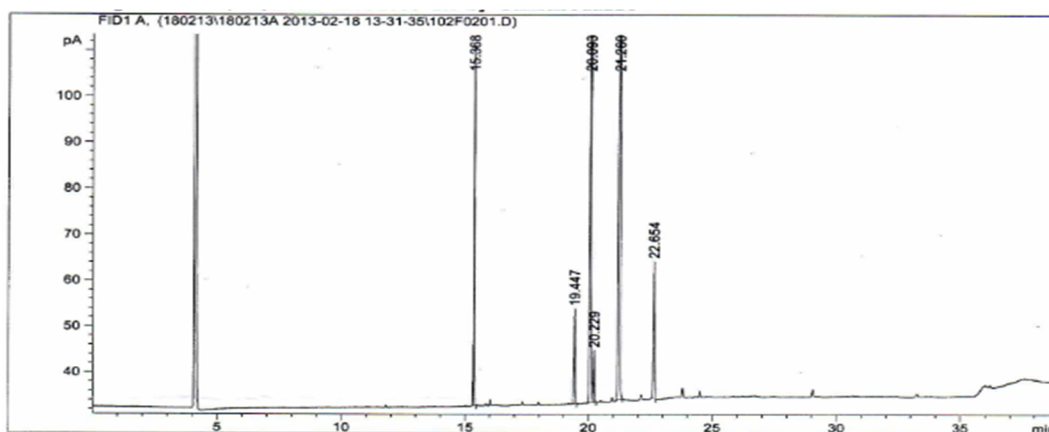
**Figure 6 : Chromatogramme de la composition en acides gras d'une huile d'olive (Azeradj) obtenues par CPG.**

**1** : acide palmitique ( $C_{16} :0$ ), **2**: acide stéarique ( $C_{18} :0$ ), **3** : acide oléique ( $C_{18} :1 [n-9]$ ), **4** : acide oléique ( $C_{18} :1 [n-7]$ ), **5** : acide linoléique ( $C_{18} :2$ ), **6** : acide linoléique ( $C_{18} :3$ ),

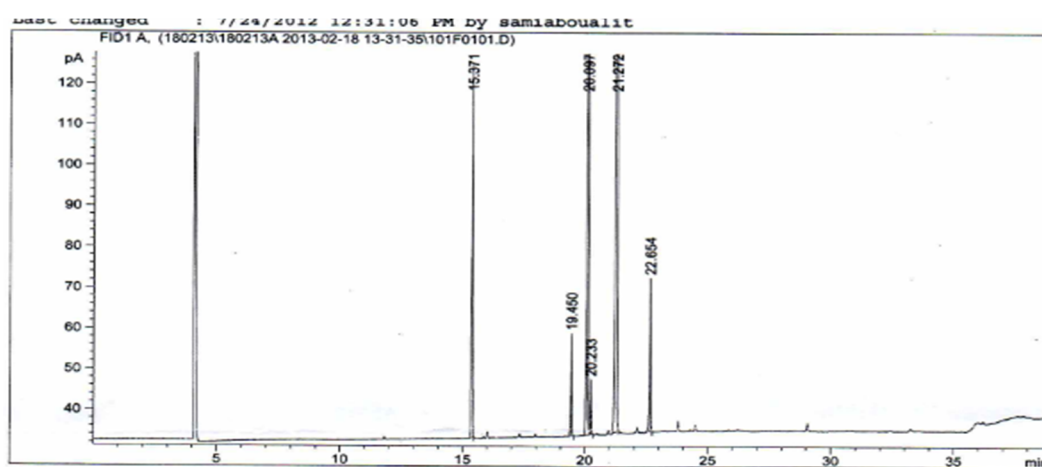


**Figure 7 : Chromatogramme de la composition en acides gras d'une huile olive (Iswel) obtenues par CPG.**

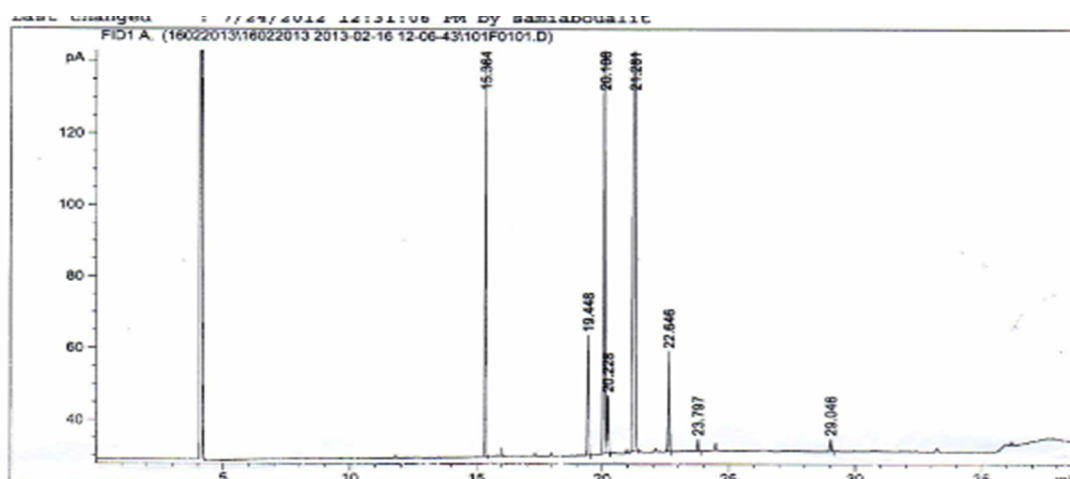
**1** : acide palmitique ( $C_{16} :0$ ), **2** : acide palmitoléique ( $C_{16} :1$ ), **3**: acide stéarique ( $C_{18} :0$ ), **4** : acide oléique ( $C_{18} :1 [n-9]$ ), **5**: acide oléique ( $C_{18} :1 [n-7]$ ), **6** : acide linoléique ( $C_{18} :2$ ), **7** : acide linoléique ( $C_{18} :3$ ).



**Figure 8 : Chromatogramme de la composition en acides gras d'un mélange d'huiles (20%Az-80%So) obtenues par CPG.**



**Figure 9 : Chromatogramme de la composition en acides gras d'un mélange d'huiles (15%Az-85%So) obtenues par CPG.**



**Figure 10 : Chromatogramme de la composition en acides gras d'un mélange d'huiles (20%Az-40%So-40%To) obtenues par CPG.**

**1** : acide palmitique (C<sub>16</sub> :0), **2**: acide stéarique (C<sub>18</sub> :0), **3** : acide oléique (C<sub>18</sub> :1 [n-9]), **4** : acide oléique (C<sub>18</sub> :1 [n-7]), **5** : acide linoléique (C<sub>18</sub> :2), **6** : acide linoléique (C<sub>18</sub> :3), **7**: acide arachidique (C<sub>20</sub> :0), **8** : acide gadolérique (C<sub>20</sub> :1).

## Annexe 6

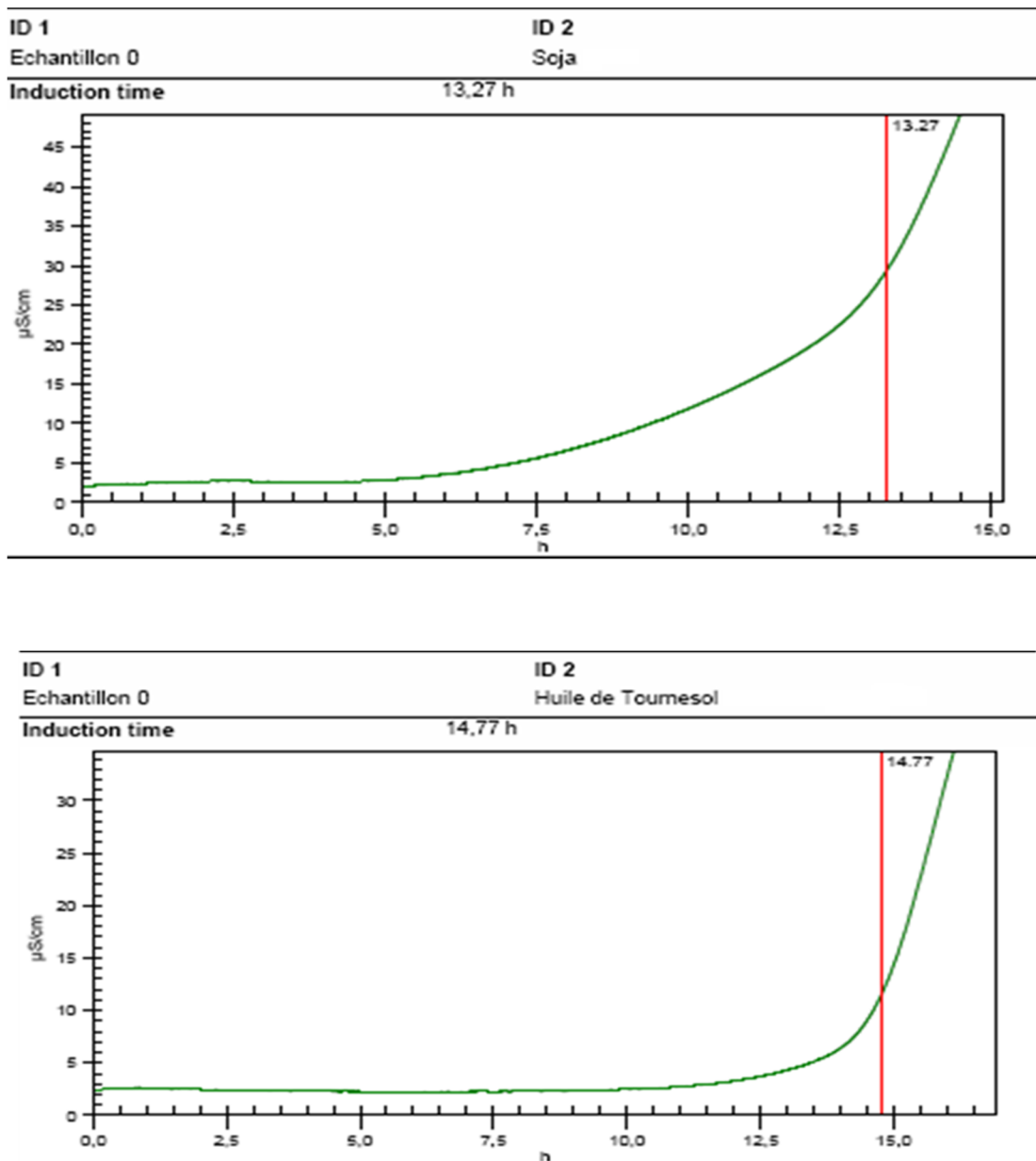


Figure 11 : Graphes représentant les temps d'inductions de deux huiles (Soja et Tournesol)

Unit	1	Serial number	34132	Printing date	21.02.2013 10:14:19
Block	A	Cell constant	1	Determination date	19.02.2013 11:25:27
Channel	1	User	Administrator		

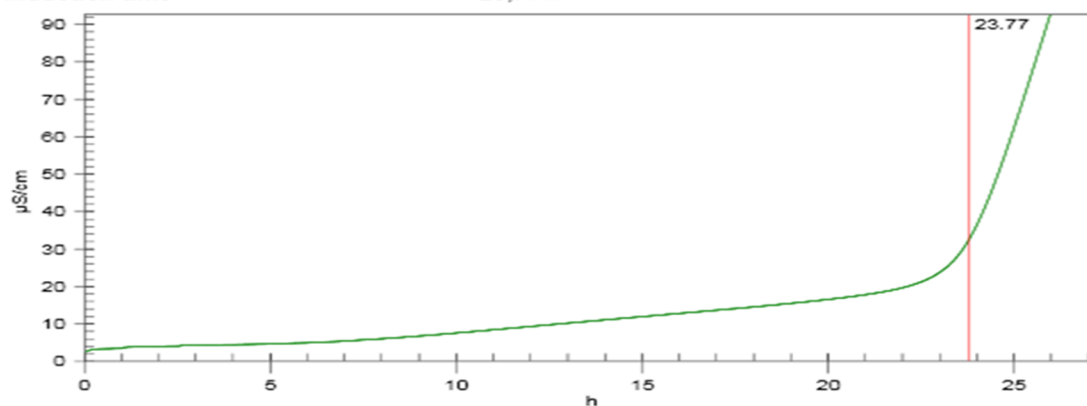
ID 1

Ech.1

ID 2

Huile d'olive Azeradj

Induction time 23,77 h



Method name	Test Rancimat	Creation date	19.02.2013 10:14:19
Creator	Administrator		

Unit	1	Serial number	34132	Printing date	24.02.2013 15:28:32
Block	B	Cell constant	1	Determination date	21.02.2013 09:32:38
Channel	4	User	Administrator		

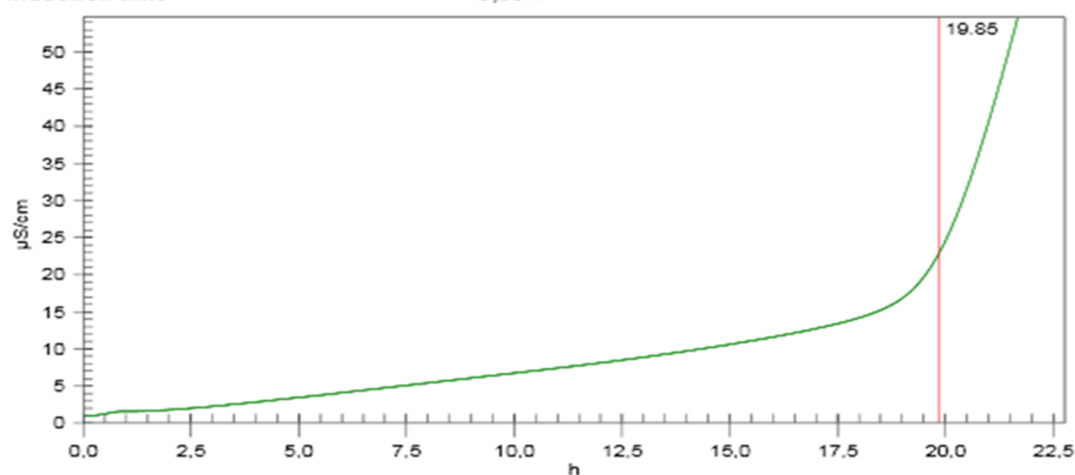
ID 1

Ech.5

ID 2

Huile d'olive ISWEL

Induction time 19,85 h



Method name	Test Rancimat	Creation date	19.02.2013 10:14:19
Creator	Administrator		

Figure 12 : Graphes représentant les temps d'inductions des deux huiles d'olive (Azeradj et Iswel)

Unit	1	Serial number	34132	Printing date	21.02.2013 10:15:24
Block	A	Cell constant	1	Determination date	19.02.2013 11:25:29
Channel	2	User	Administrator		

ID 1

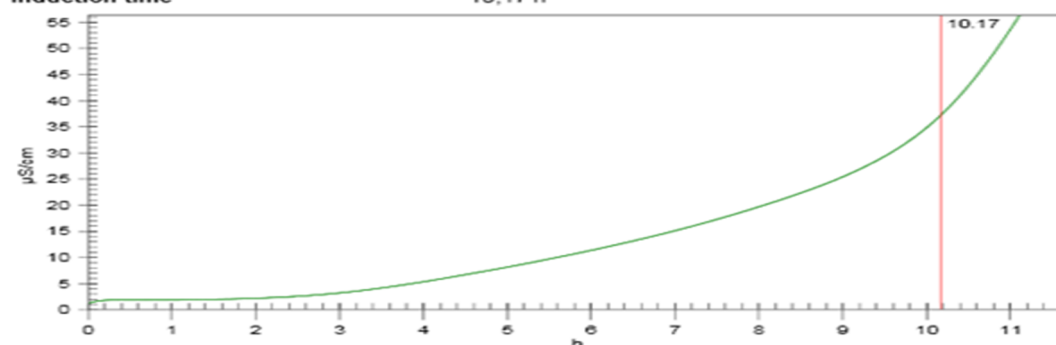
Ech.2

ID 2

Mélange 20% Azeradj + 80% Huile de Soja

Induction time

10,17 h



Method name	Test Rancimat	Creation date	19.02.2013 10:14:19
Creator	Administrator		

Unit	1	Serial number	34132	Printing date	21.02.2013 10:16:02
Block	A	Cell constant	1	Determination date	19.02.2013 11:25:31
Channel	4	User	Administrator		

ID 1

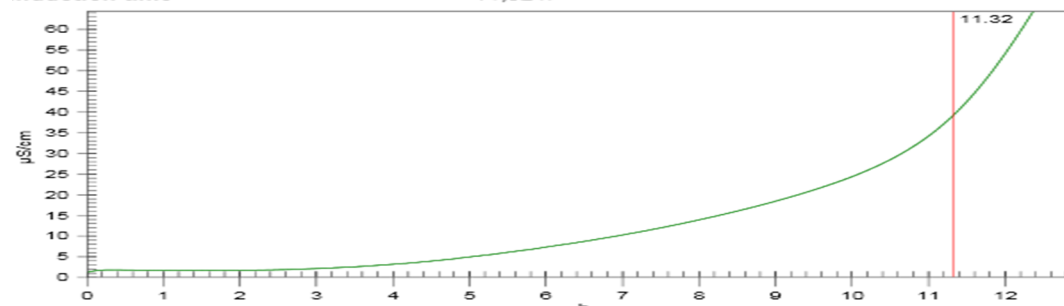
Ech.3

ID 2

Mélange 15% Azeradj + 85% huile de soja

Induction time

11,32 h



Method name	Test Rancimat	Creation date	19.02.2013 10:14:19
Creator	Administrator		

Unit	1	Serial number	34132	Printing date	24.02.2013 15:27:57
Block	B	Cell constant	1	Determination date	21.02.2013 09:32:37
Channel	3	User	Administrator		

ID 1

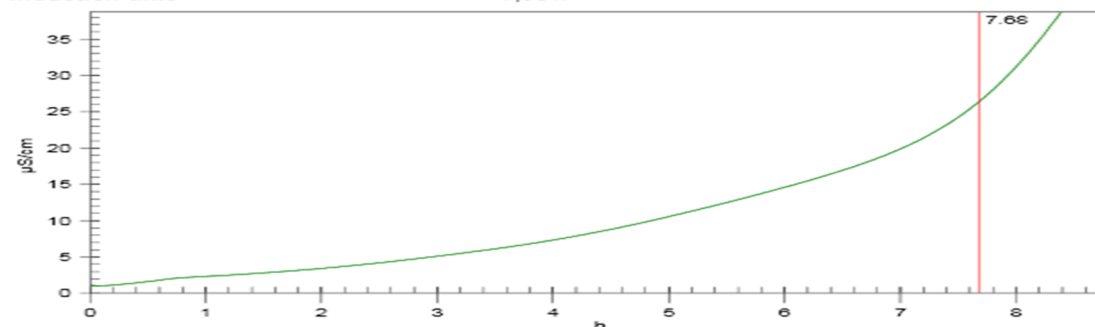
Ech4

ID 2

20% Huile d'olive A3+ 40% Soja+ 40% Tournesol

Induction time

7,68 h



Method name	Test Rancimat	Creation date	19.02.2013 10:14:19
Creator	Administrator		

Figure 13 : Graphes représentant les temps d'inductions des mélanges d'huiles



## **Résumé**

Ce présent travail a été entrepris dans le but d'évaluer la qualité physico-chimique de quelques huiles végétales comestibles, deux huiles d'olive (*Azeradj et Iswel*) et deux huiles produites par Cévital (*Soja et Tournesol*), ainsi que de réaliser des mélanges dans le but d'améliorer la qualité nutritionnelle et organoleptique et d'obtenir des produits appropriés à l'assaisonnement. Les résultats obtenus, sont conformes aux normes établies pour chaque type d'huile. Les huiles d'olive sont riches en pigments par rapport aux huiles de table. Les composés phénoliques sont beaucoup plus présents dans l'huile de *Azeradj* que dans les huiles de table. La composition en acides gras pour l'huile *Azeradj* est riche en acides gras monoinsaturés, tandis que les huiles de table sont riches en acides gras polyinsaturés. Pour les mélanges on est arrivé à des taux équilibrés en ces acides gras essentiels.

**Mots clés :** *Huiles végétales, mélanges, Qualité, Stabilité oxydative, Composition en acide gras, Extraction et dosage.*

## **Abstract**

This present work was undertaken with an aim of evaluating the physicochemical quality of some edible vegetable oils, two olive oils (*Azeradj and Iswel*) and two oils produced by Cévital (*Soya and Sunflower*), like carrying out mixtures of in order to improve nutritional and organoleptic quality and to obtain products appropriate to the seasoning. The results obtained, are in conformity with the standards established for each type of oil. The olive oils are rich in pigments, compared to the table oils. Phenolics are much more present in than oil of *Azeradj* in table oils. The composition in fatty acids for *Azeradj* oil rich in fatty acids is monoinsaturés, while the table oils are rich in polyinsaturés fatty acids, for the mixtures one arrived at rates balanced in these essential fatty acids.

**Key words:** *Vegetable oils, mixtures, Quality, Stability oxydative, Composition in fatty acid, Extraction and proportioning.*