

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Abderrahmane Mira 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 Analyses

Thème

*Effet de la maturation des
olives sur les caractéristiques
physicochimiques de l'huile de la
variété chemlal*

Membres de Jury :

Présidente : M^{elle} MEKHOUKHE A.

Promotrice: M^{me} DEFLAOUI L.

Examinatrice 1: M^{me} BERKATI S.

Examinatrice 2: M^{elle} TOUATI N.

Présenté par :

M^{elle} : YAHIAOUI Nassima

M^{elle} : YAZID Linda

Promotion 2012/ 2013



Remerciements

*Nos remerciements à ALLAH le clément, le tout puissant
qui nous a*

*Procuré la patience, la force et le courage d'aller au bout de
notre objectif*

*Nos remerciements à notre promotrice, M^{me} DEFLAOU I L, pour nous avoir
encadrées,*

*En nous faisant bénéficier de ses connaissances, de son aide et de ses conseils
et orientations*

Nos remerciements vont également :

*A M^{lle} MEKHOUKHE A pour l'honneur qu'elle nous fait de présider notre
jury et à M^{me} BERKATI S et M^{lle} TOUATI N qui nous ont fait l'honneur
d'examiner se modeste travail.*

*A Monsieur CHAALAL Makhoul pour les conseils et les orientations qu'il
nous a prodigué.*

*A Monsieur SEBAI, le directeur de l'I.T.A.F.V. de Takerietz, pour son accueil et
d'avoir accepter de nous fournir les échantillons. Ainsi que M^{elle} KECIRI S pour
son aide précieuse et sa disponibilité.*

*En fin nos remerciements s'adressent à toutes les personnes qui ont contribué
de près ou de loin à la réalisation de ce travail.*



Dédicaces

En ce moment chaleureux dans ma vie, je tiens à remercier

Tout d'abord le bon DIEU le tout

Puissant qui m'a procuré du courage et de la volonté pour réaliser

Ce modeste travail que je dédie :

A mon cher père qui m'a élevé et qui m'a soutenu tout au long de mes études

A ma chère maman qui m'a bercé depuis quand j'ai été enfant et qui n'a jamais cessé de témoigner sa tendresse. Elle veille toujours à ce que je réussisse dans mes études.

Que Dieu protège mes parents

A mon cher frère Saïd

A mon très cher fiancé et précieux Hakim pour son aide, ses conseils, sa présence et surtout pour sa patience.

A mes tantes et oncles

A mes cousines et cousins

A ma belle famille ainsi que mes belles sœurs Kamilia, Karima, Dihia

A ma chère binôme et amie Nesma ainsi que sa famille

A ma copine de chambre et amie Kahina

A toutes mes amies surtout, Lyly, Nacima, Amel, Fatiha, Karima, Lynda, Katia, Feroudja, Zohra, Siham, Samou.

A tous ce qui me connaissent et à toute la promotion CQA .

A toutes et tous les résidents d'Aamriw de Bejaia.

Zineb



Dédicaces

En ce moment chaleureux dans ma vie, je tiens à remercier

Tout d'abord le bon DIEU le tout

Puissant qui m'a procuré du courage et de la volonté pour réaliser

Ce modeste travail que je dédie :

A mon cher père qui a été un exemple pour moi, et qui a veillé à ma réussite,
Symbole de reconnaissance et de remerciement sur tout ce qu'il m'a donné dans ma vie

Et à qui je ne pourrais le rendre assez

A ma chère maman qui m'a appris à être une femme, je la remercie pour sa

Confiance et ses sacrifices et à réussir notre éducation

A mes deux frères adorés Morad et Momo et leurs femmes Khadidja et Elodie que
*J'*aime et à qui je souhaite une
vie pleine de bonheur, de santé et de réussite.

A mes sœurs adorables Touha, Nacira, Souria et son mari Said et ses
Enfant Lyna et Mahdi

A mes tantes et oncles

A mes cousines et cousins

A ma binôme Linda

A toutes mes amies surtout Kouka, Zohra, Siham, Tafath, Sarah

A tous ce qui me connaissent et à toute la promotion CQA 2012/2013

Nesma

Liste d'abréviation

AGL : Acide Gras Libre.

C.E : Communauté Européenne.

C.E.E : Communauté Economique Européenne.

C.O.I : Conseil Oleicol International.

I.T. A.F.V : Institut Technique de l'Arboriculture Fruitière et de la Vigne.

Me : Médiane.

SAF : Semaine Après Floraison.

UV : Ultra-Violet.

ppm: partie par million.

rpm: rotation par minute.

meq :milliéquivalent.

HPLC : High Performance Liquid Chromatography.

PAL : Lphénylalanine Ammonia-Lyase.

Liste des figures

| N° | Titre | Page |
|-----------|--|-----------|
| 01 | Le fruit de l'olivier | 2 |
| 02 | Evolution de la teneur en matière grasse totale au cours de la formation et de la maturation de l'olive | 10 |
| 03 | Indice de maturité de différents stades de maturité de la variété <i>chemlal</i> | 24 |
| 04 | Teneur en huile des olives à différents stades de maturité de la variété <i>chemlal</i> | 25 |
| 05 | Acidité des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété <i>chemlal</i> | 26 |
| 06 | Indice de peroxyde des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété <i>chemlal</i> | 27 |
| 07 | Extinction spécifique à 232nm (K ₂₃₂) des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété <i>chemlal</i> | 28 |
| 08 | Extinction spécifique à 270 nm (K ₂₇₀) des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété <i>chemlal</i> | 28 |
| 09 | Teneur en chlorophylles des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété <i>chemlal</i> | 30 |
| 10 | Teneur en caroténoïdes des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété <i>chemlal</i> | 32 |
| 11 | Teneur en composés phénoliques des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété <i>chemlal</i> | 33 |
| 12 | Teneur en <i>ortho</i> -diphénols totaux des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété <i>chemlal</i> | 34 |
| 13 | Indice d'amertume des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété <i>chemlal</i> | 35 |

Liste des figures en annexes

Figure 1 : Courbes d'étalonnage pour le dosage des composés phénoliques (a), des *ortho*-diphénols (b).

Figure 2 : Chromatogramme des acides gras d'un échantillon d'huile d'olive de la variété *chemlal*.

Figure 3 : Courbe de conductivité d'un échantillon d'huile d'olive de la variété *chemlal*

Liste des tableaux

| N° | Titre | Page |
|------------|--|-------------|
| I | Composition chimique des différentes fractions de l'olive en pourcentages | 3 |
| II | Différentes d'huile d'olive et leurs critères de qualité | 6 |
| III | Composition en acides gras par chromatographie en phase gazeuse | 7 |
| IV | Dates de récolte des échantillons | 17 |
| V | Composition en acides gras totaux des huiles issues des olives à différents stades de maturité (en % des acides gras totaux) | 29 |
| VI | Résultats de test rancimat | 36 |

Tableau en annexe

Tableaux I : Coefficients de corrélation de la variété *Chemlal*

Tableau II : Résultats des différents paramètres mesurés au cours de la maturation

Liste des abréviations**Liste des tableaux****Liste des figures**

| | |
|---------------------------|----------|
| Introduction | 1 |
|---------------------------|----------|

Synthèse bibliographique

| | |
|--|-----------|
| <i>Chapitre I : Olive et huile d'olive.....</i> | 2 |
| 1. Olive..... | 2 |
| 1.1. Structure de l'olive..... | 2 |
| 1.2. Composition chimique de l'olive..... | 2 |
| 1.3. Technologie d'élaboration de l'huile d'olive..... | 3 |
| 1.3.1. Cueillette des olives..... | 3 |
| 1.3.2. Effeuilage..... | 3 |
| 1.3.3. Lavage..... | 4 |
| 1.3.4. Broyage..... | 4 |
| 1.3.5. Malaxage..... | 4 |
| 1.3.6. Séparation de la phase huileuse..... | 4 |
| 2. Huile d'olive..... | 5 |
| 2.1. Catégories de l'huile d'olive..... | 5 |
| 2.2. Composition de l'huile d'olive..... | 6 |
| 2.2.1. La fraction saponifiable..... | 6 |
| 2.2.2. La fraction insaponifiable..... | 7 |
| 2.3. Les bienfaits de l'huile d'olive..... | 8 |
| <i>Chapitre II : Effet de la maturation des olives sur les caractéristiques de l'huile d'olive.....</i> | 10 |
| 1. Processus de maturation..... | 10 |
| 1.1. Evolution du poids d'olive..... | 10 |
| 1.2. Evolution de la teneur en matière grasse dans l'olive (lipogenèse)..... | 10 |
| 1.3. Evolution de la composition de l'huile durant la maturation..... | 11 |
| 1.3.1. Acide gras..... | 11 |

| | |
|---|-----------|
| 1.3.2. Triglycérides..... | 11 |
| 1.3.3. Stérols..... | 12 |
| 1.3.4. Pigments..... | 12 |
| 1.3.5. Tocophérols..... | 12 |
| 1.3.6. Composés phénoliques..... | 13 |
| 1.4. Evolution des paramètres de qualité d'huile..... | 13 |
| 1.4.1. Acidité..... | 13 |
| 1.4.2. Indice de peroxyde..... | 13 |
| 1.4.3. Etat d'oxydation..... | 13 |
| 1.4.4. Caractéristiques organoleptiques..... | 14 |
| 2. Facteur influençant le processus de maturation..... | 14 |
| 2.1. Effet des pratiques culturales..... | 14 |
| 2.2. Effet de cultivar..... | 14 |
| 2.3. Effet de climat..... | 15 |
| 2.4. Effet des ravageurs..... | 15 |
| 3. Méthodes d'évaluation de la date de récolte..... | 15 |
| 3.1. Méthodes analytiques instrumentales..... | 15 |
| 3.2. Méthodes analytiques non instrumentales..... | 16 |

Partie expérimentale

| | |
|---|-----------|
| <i>Chapitre I : Matériel et méthodes.....</i> | <i>17</i> |
| 1. Matériel végétal | 17 |
| 2. Extraction des l'huiles..... | 17 |
| 3. Méthode d'analyse..... | 18 |
| 3.1 Indice de maturité..... | 18 |
| 3.2 Teneur en huile d'olive | 18 |
| 3.3. Indices de qualité de l'huile d'olive..... | 18 |
| 3.3.1. Acidité..... | 18 |
| 3.3.2 Indice de peroxyde..... | 19 |
| 3.3.3. Absorbance spécifique dans l'ultraviolet..... | 20 |
| 3.4. Analyse de la composition de l'huile d'olive..... | 20 |
| 3.4.1 Composition d'acide gras..... | 20 |

| | |
|--|----|
| 3.4.3. Dosage des pigments | 21 |
| 3.4.3.2 Extraction des composés phénoliques..... | 21 |
| 3.4.3.2.1. Dosage des composés phénoliques totaux | 21 |
| 3.4.3.3. Dosage <i>ortho</i> -diphénols..... | 22 |
| 3.5. Indice d'amertume..... | 22 |
| 3.6. Test de Rancimat..... | 23 |
| 3.7. Analyse statistique..... | 23 |
| Chapitre II : Résultats et discussion | 24 |
| 1. Détermination sur les olives | 24 |
| 1.1. Indice de maturité..... | 24 |
| 1.2. Teneur en huile des olives..... | 24 |
| 2. Indice de qualité de l'huile d'olive | 25 |
| 2.1. L'acidité..... | 25 |
| 2.2. Indice de peroxyde..... | 26 |
| 2.3. Absorbance dans l'UV..... | 27 |
| 3. Analyse de la composition de l'huile d'olive | 29 |
| 3.1. Composition en acide gras..... | 29 |
| 3.2. Pigments | 30 |
| 3.2.1. Chlorophylles | 30 |
| 3.2.2. Caroténoïdes | 31 |
| 3.3. Composés phénoliques totaux | 32 |
| 3.4. <i>Ortho</i> -diphénols | 33 |
| 4. Indice d'amertume | 34 |
| 5. Test de Rancimat | 36 |
| Conclusion | 38 |

Références bibliographiques

Annexes

Introduction

L'olivier occupe la vingt quatrième places des trente cinq espèces les plus cultivées dans le monde. La quasi-totalité de la production d'huile d'olive est concentrée dans le bassin méditerranéen qui représente 99% des plantations et fournit 98% de la production mondiale. (Catherine *et al.* 2006). L'Algérie fait partie des pays méditerranéens dont le climat est des plus propices à la culture de l'olivier. L'olivier est un arbre cultivé depuis la plus haute antiquité pour la production d'huile d'olive (Coutin, 2003).

L'huile d'olive représente une source typique de lipide du régime méditerranéen. Elle est l'une des huiles végétales les plus anciennes et la seule qui peut être consommée sous sa forme brute sans traitement préalable (Boskou, 1996). ses bienfaits sont liés à sa composition en acides gras, où l'acide oléique est le composant principal et/ou à la présence des biomolécules mineurs, telles que les vitamines et les antioxydants naturels (De Faveri *et al.* 2008).

La qualité de l'huile et sa composition dépend des modifications qui surviennent à ses différentes substances depuis son apparition dans le fruit jusqu'à sa consommation. De nombreux facteurs interviennent : la variété, la région de provenance de l'olive, la récolte et les modalités de récolte, le stockage des olives...etc. La maturation des olives qui s'accompagne par de nombreux processus de transformation et de synthèses de substances diverses est l'un des facteurs important affectant dans une large mesure la qualité et la composition chimique de l'huile.

L'objectif de notre étude est de définir dans quelle mesure la maturation est susceptible de conditionner la qualité de l'huile d'olive. Cette présente étude est subdivisée en deux parties :

- ❖ Une synthèse bibliographique est présentée par la composition de l'olive et l'huile d'olive, ainsi que l'évolution de la caractéristique et la composition de l'huile au cours de la maturation des fruits.
- ❖ La deuxième partie est consacrée à la détermination des indices de qualité de l'huile d'olive, de la composition en acide gras, de la teneur en pigments (caroténoïdes, de la teneur en composés phénoliques et *ortho*-diphénol) ainsi que la stabilité oxydative des échantillons d'huile de la variété (*chemlal*) à quatre stades de maturation.

Chapitre I : L'olive et l'huile d'olive

1. L'olive

Le fruit de l'olivier est une drupe charnue de forme ovoïde. Sa couleur varie du vert léger au noir en passant par le rose violacée selon le degré de maturation du fruit. Son poids varie de 2 à 12 g et peut atteindre les 20g suivant la variété (Fedeli, 1997).

1.1. Structure de l'olive

L'olive est composée de trois parties : la cuticule (épicarpe), la pulpe (mésocarpe) et le noyau (endocarpe). La pulpe (mésocarpe) contient la majeure partie de l'huile d'olive (Ajana *et al.*, 1999). La figure ci-dessous représente la structure de l'olive et répartition de ses composés physiques.

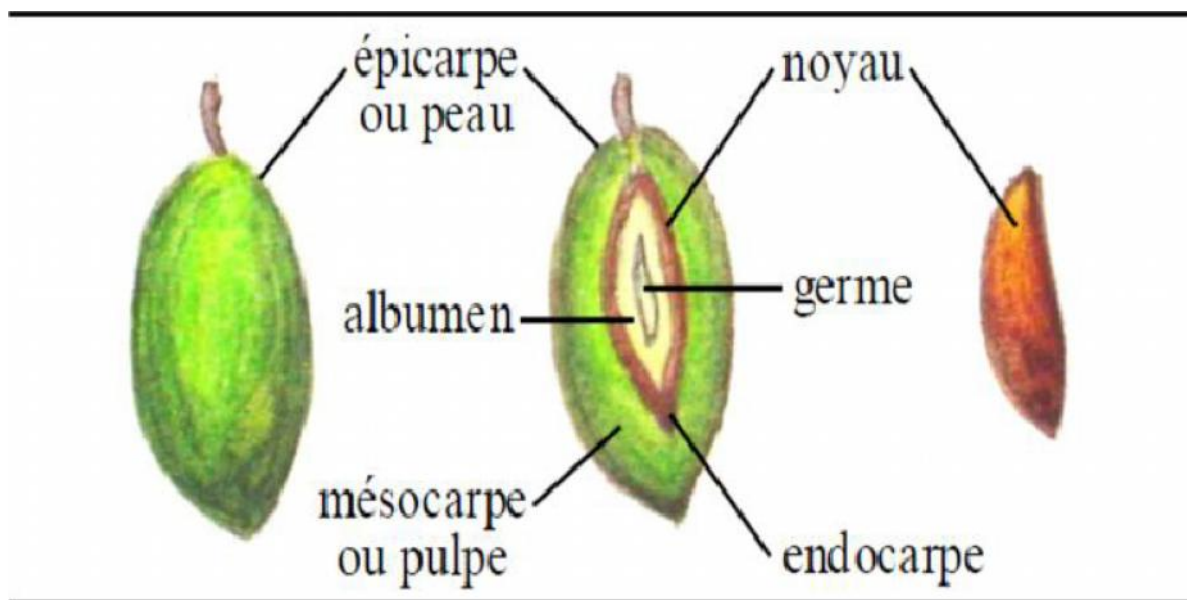


Figure 1 : Le fruit de l'olivier (Amourettim et Comet, 2000).

1.2. Composition chimique de l'olive

Les principaux constituants de l'olive sont l'eau, les polysaccharides et les triglycérides en plus d'autres constituants présents en petites quantités qui confèrent à l'huile d'une part, une partie de ses qualités gustatives et nutritionnelles et d'autres parts sa stabilité oxydative. (Zarrouk *et al.*, 1996 ; Zamora *et al.*, 2001 ; Gomez-Rico *et al.*, 2008)

Tablea I : Composition chimique des différentes fractions de l'olive en pourcentages (Ryan *et al.*, 1998).

| Fractions Composés | Mésocarpe % | Endocarpe % | Epicarpe % |
|--|-------------|-------------|------------|
| Eau | 50-60 | 9,3 | 30 |
| Triglycérides (huile) | 15-30 | 0,7 | 27,3 |
| Glucides (sucre) | 2-5 | 3-4 | 10,3 |
| Cellulose | 3-7,5 | 41 | 26,6 |
| Sels minéraux | 3-6 | 38 | 1,9 |
| Composés phénoliques | 1-2 | 4,1 | 1,5 |
| Matière azotée | 2-2,5 | 0,1 | 0,5-1 |
| Autres composés (acides organiques, tanins, pigments...) | / | 3,4 | 2,4 |

1.3. Technologie d'élaboration de l'huile d'olive

1.3.1. Cueillette des olives

Les olives destinées à l'huilerie sont cueillies à pleine maturité, assurant un meilleur rendement en huile. Toutefois, elles doivent être cueillies avant que la coloration violette n'atteigne le noyau, afin d'éviter une acidité de l'huile trop élevée (Argenson, 1999).

La récolte peut s'effectuer manuellement ou mécaniquement. La cueillette à la main est l'opération qui convient le mieux pour obtenir la meilleure qualité de l'huile vierge car les olives sont cueillies sélectivement selon leur degré de maturité (Veillet, 2010).

1.3.2. Effeuilage

Quel que soit le mode de cueillette, les olives sont ensuite triées et débarrassées grossièrement des feuilles, brindilles, Cailleux et de la terre (Argenson, 1999). L'entraînement des feuilles dans les étapes ultérieures communique à l'huile une forte saveur astringente et une teneur plus élevée en chlorophylle ce qui la rendrait plus sensible à l'oxydation (Kiritsakis, 1998). L'effeuillage des olives peut être effectué manuellement ou à l'aide d'un système rectangulaire en fils de fer ou encore par des machines effeuilleuses-laveuses en même temps (Di Giovacchino, 1991).

1.3.3. Lavage

Il s'agit d'une opération fondamentale pour éviter les problèmes suivants :

- Une interférence des terres avec la couleur et les autres propriétés organoleptiques de l'huile (goût terreux).
- Une baisse du rendement d'extraction, sachant que l'argile accompagnant les olives absorbe près du quart (25%) de leur poids en huile.

A défaut de disposer de laveuse appropriée pour le lavage des olives, ce dernier peut être effectué de manière statique sur une aire cimentée (Kiritsakis, 1998).

1.3.4. Broyage

Le broyage est une opération importante lors de l'extraction de l'huile d'olive vierge, il permet de dilacérer les cellules et libérer la plus grande quantité de l'huile existante dans l'olive (Di Giovacchino, 1999). Beaucoup de concasseurs sont disponibles :

- Broyeur à meule en pierre : le broyeur en pierre est un système discontinu habituellement ouvert à l'air, il tourne à une vitesse de rotation très lente (15 r.p.m). Par conséquent, donnera une huile d'olive plus oxydée (Bianchi, 1999).
- Broyeur métallique : il est utilisé dans le système continu, il tourne à une vitesse de rotation élevée (2800 r.p.m). On distingue des broyeurs métalliques à marteaux, à dents ou à disques, ou à rouleaux. Ce système est fiable pour l'extraction de l'huile d'olive. Il permet une meilleure extraction des composés amers et des substances astringentes (Di Giovacchino, 1994; Amirantes *et al.*, 2002).

1.3.5. Malaxage

Le malaxage est conçu pour favoriser la réunion des gouttelettes d'huile en des gouttes plus grosses en les rendant facilement séparables à un stade ultérieur. Il est réalisé dans des malaxeurs à vis ou à pâle pendant une durée de 15 à 40 min, à environ de 28°C. La pâte malaxée est additionnée d'eau tiède. Si la température de la pâte dépasse 28°C pour une durée maximale de 45 minutes, il en résulte la dégradation des composés phénoliques, en effet, l'huile sera faiblement fruitée (DI Giovacchino *et al.*, 1994).

1.3.6. Séparation de la phase huileuse

Une fois la pâte d'olive homogénéisée et la coalescence effectuée, l'étape suivante consiste en la séparation de la phase solide et de la phase liquide. Deux systèmes de séparation des phases sont utilisés: un système de presse et un système de centrifugation horizontale (Argenson, 1999).

1.3.6.1. Procédé discontinu ou système à presse

L'extraction de l'huile est effectuée par des presses hydrauliques où la pâte est placée dans des doubles disques appelés « scourtins » puis pressée. La séparation des deux phases se fait par une simple décantation. Les sous-produits de cette opération sont le grignon brut et le moût (Bianchi, 1999).

1.3.6.2. Procédé continu ou système à centrifugation

Ce procédé est différent du système précédant, l'extraction de l'huile d'olive se fait à travers des phases successives contrairement au procédé discontinu. Les phases liquides et solides sont séparées par centrifugation donnant le grignon et le moût. Le moût subit à son tour une centrifugation pour séparer l'huile des effluents d'huileries d'olive (Argenson, 1999). On distingue deux types de procédé continu :

➤ Procédé continu à deux phases

L'extraction se réalise en une seule étape à l'aide d'un décanteur horizontal à force centrifuge. Le décanteur sépare l'huile et mélange le grignon et les eaux de végétation en une unique phase de consistance pâteuse appelée grignon humide ou grignon à deux phases (Piacquadia *et al.*, 1998).

➤ Procédé continu à trois phases :

L'extraction se réalise en deux temps, elle consiste en une séparation des phases solide/liquide (grignon/huile et margine) qui est réalisée par centrifugation à axe horizontal, puis une séparation des phases liquide/liquide (huile/margine) par centrifugation à axe vertical. Les produits résultant de ce processus sont l'huile (93% d'huile, 6% d'eau et 1% de solide), margine (89% d'eau, 10% de solide et 1% d'huile) et grignon (53% d'eau, 3% d'huile et 44% de solide). Ce système a besoin d'avoir une couche d'eau libre pour faciliter l'extraction de l'huile. L'huile ainsi obtenue contiendra moins d'antioxydants (Papadoupoulos et Boskou, 1991).

2. L'huile d'olive

Le conseil Oléicole international (COI, 2003) définit l'huile d'olive comme étant une huile provenant uniquement du fruit de l'olivier (*Olea europaea. L*) à l'exclusion des huiles obtenues par solvants ou par des procédés de ré-estérification et de tout mélange avec les huiles d'autre nature.

2.1. Catégories d'huile d'olive

Parmi les huiles d'olive on distingue différentes catégories qui sont rappelées dans le tableau suivant :

Tableau II : Les différentes catégories de huile d'olive et leurs critères de qualité (COI, 2003)

| Huile Paramètre | Huile d'olive vierge extra | Huile d'olive vierge | Huile d'olive fine | Huile d'olive vierge courante | Huile d'olive vierge lampante |
|--|-----------------------------------|-----------------------------|---------------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|
| Caractéristiques organoleptique -fruité -Défaut | Me>0 Me=0 | Me>0 0<Me<2,5 | Me>0 0<Me<2,5 | Me=0 2,5<Me<6,0 | Me>6,0 |
| Acidité libre (% d'acide oleique) | <0,8 | <2 | 2.0 | <3,3 | > 3,3 |
| Indice de peroxyde (meq o₂/Kg) | <20 | <20 | 20 | <20 | Non limité |
| Extinction spécifique(UV) -K ₂₃₂ -K ₂₇₀ | <2,5 <0,22 | <2,5 <0,22 | 0.25 2.6 | <0,3 | / / |

2.2. La composition chimique de l'huile d'olive

L'huile d'olive est composée d'une fraction saponifiable constituée de triglycérides et les acides gras libres et d'une fraction insaponifiable (composants mineurs), Cette dernière représente 1% de l'huile. (Mariani et Fedeli,1993 ; Berra,1998)

2.2.1. La fraction saponifiable

2.2.1.1. Acides gras

L'huile d'olive a un profil en acide gras caractéristique, dominé par l'acide oléique C18 :1, l'acide linoléique C18 :2 et l'acide stéarique C18 :0 (Ryan *et al.*, 1998 ; Ait Yacine *et al.*,2002).

Le tableau III illustre à la fois la grande variété d'acides gras présents et la grande variabilité dans la composition de l'huile.

Tableau III : Composition en acides gras par chromatographie en phase gazeuse (COI, 2011)

| Acides gras | Longueur de la chaîne et nombre d'insaturation | Teneur en % |
|-----------------------|--|-------------|
| Acide myristique | C 14 : 0 | 0.05 |
| Acide palmitique | C 16 : 0 | 7.5-20 |
| Acide palmitoléique | C 16:1 | 0.3-3.5 |
| Acide heptadécanoïque | C 17: 0 | 0.3 |
| Acide heptadécénoïque | C 17:1 | 0.3 |
| Acide stéarique | C 18:0 | 0.5-5 |
| Acide oléique | C 18:1 | 55-83 |
| Acide linoléique | C 18:2 | 3.5-21 |
| Acide linoléique | C 18:3 | 1 |
| Acide arachidique | C 20:0 | 0.6 |
| Acide gadoléique | C 20:1 | 0.4 |
| Acide béhénique | C 22:0 | 0.2 |
| Acide lignocérique | C 24:0 | 0.2 |

2.2.1.2. Triglycérides

Ce sont des esters d'acides gras et du glycérol. Les glycérides constituent le principal composant de l'huile d'olive, environ 98% (Ollivier *et al.*, 2004). Le triglycéride majoritaire de l'huile d'olive est la trioléine (OOO) (Ruiz *et al.*, 1998).

2.2.2. La fraction insaponifiable

2.2.2.1. Stérols

L'analyse de ces composés est un élément important pour l'estimation du degré de pureté de l'huile (Gutierrez et Izquierdo, 1994). La composante stérolique présente un intérêt accru aux fins de la caractérisation variétale des huiles (Inglese, 1998).

Les stérols représentent les constituants majeurs de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive. Ils sont présents sous forme libre ou estérifiée avec les acides gras (Philips *et al.*, 2002). Les principaux stérols de l'huile d'olive sont le - sitostérol (70 à 90% du total), le delta-5-avénastérol (5 à 20%), le campésterol (1 à 5%) et le stigmastérol (0.5 à 2%) (Ryan *et al.*, 1998).

2.2.2.2. Tocophérols

Les tocophérols sont des composés importants de l'huile d'olive, ils contribuent à la stabilité oxydative et à la qualité nutritionnelle de l'huile (Douzan et Bellal, 2005). Parmi les tocophérols présents dans l'huile d'olive on dénombre quatre formes (, , et) dont l' - tocophérol est le plus dominant (Assman et Wahrburg, 2000) avec un pourcentage près de 88% des tocophérols totaux (Kiritsakis, 1998). La concentration en tocophérols dans l'huile d'olive varie entre 5 et 300 ppm (Douzan et Bellal, 2005).

2.2.2.3. Composants aromatiques

On estime que plus de 70 composés participent à l'amélioration du parfum et au goût de l'huile d'olive (Assman et Wahrburg, 2000).

Ces composés se développent après extraction de l'huile à partir des fruits d'olives (Kalua *et al.*, 2007 ; Kiritsakis, 1998). Parmi ceux-ci figurent des produits de dégradation d'acides gras insaturés comme les aldéhydes, les hydrocarbures aliphatiques et aromatiques, les alcools, les cétones, les éthers, les esters, ainsi que des furanes et des dérivés thio-terpéniques qui contribuent à l'odeur et à la saveur de l'huile (Assman et Wahrburg, 2000).

2.2.2.4. Pigments

La chlorophylle et la phéophytine ainsi que les caroténoïdes sont les pigments responsables de la couleur de l'huile d'olive (Kiritsakis, 1998).

Les chlorophylles jouent un rôle important dans l'activité oxydative qui est due à leur nature antioxydante à l'obscurité et leur activité prooxydante en présence de la lumière (Guirda *et al.*, 2005).

La phéophytine a est le constituant majeur de l'huile d'olive (36-49%) des pigments totaux suivie par α -carotène (16-30%), phéophytine b, lutéine (5-8%) et neoxantine (3-4 %) (Guirda *et al.*, 2005).

Le α -carotène et la lutéine sont les caroténoïdes les plus importants dans l'huile d'olive à raison de 1,0 à 2,7 ppm et 0,9 à 2,3 ppm, respectivement (Psomiadou et Tsimidou, 2002).

Les chlorophylles et les caroténoïdes sont des composés considérés également importants pour la conservation de la qualité des huiles comestibles, vu qu'ils sont impliqués dans les mécanismes de l'auto-oxydation et de la photo-oxydation (Oueslati *et al.*, 2009).

2.2.2.5. Composés phénoliques

L'huile d'olive est une source d'au moins 30 composés phénoliques (Tuck et Hayball, 2002). La classe des phénols regroupe tout une gamme de substances diverses dont des composés phénoliques simples (4.2 mg/100g dans l'huile d'olive vierge) comme l'acide caféique, le tyrosol et l'hydroxytyrosol.

Par ailleurs, l'huile d'olive contient des secoiridoides (2.8mg/100g dans l'huile vierge extra) comme l'oleuropéine et le ligstroside, ou des molécules plus complexes comme les lignanes (4.15mg/100g dans l'huile vierge extra) et des flavonoides comme l'apigénine ou la lutéoline (Assman et Wahrburg 2000 ; Owen *et al.*, 2000).

2.3 Les bienfaits de l'huile d'olive

L'huile d'olive est caractérisée d'une part par sa composition en acides gras, d'autre part par la présence des composés mineurs notamment par des teneurs non négligeables d'antioxydants. La consommation de l'acide oléique a en effet un indiscutable intérêt dans la médecine préventive. Les substances mineures de l'huile d'olive sont suffisantes pour lui conférer des propriétés particulièrement importantes, notamment dans son usage thérapeutique (Jacotot, 1997).

- L'huile d'olive diminue les niveaux de cholestérol total.
- L'huile d'olive a un effet protecteur contre la lésion des cellules par les radicaux libres et contre la formation de cancer.
- Elle diminue la tension artérielle.
- Elle permet de prévenir ou de retarder l'apparition du diabète sucré.
- Elle permet de renforcer le système immunitaire.
- Elle réduit le risque de reflux d'acidité de l'estomac vers l'œsophage et inhibe partiellement la motilité gastrique.
- Elle permet un meilleur développement post-natal.
- Elle ralentit le vieillissement (C.O.I, 2004)

Chapitre II : Effet de la maturation des olives sur les caractéristiques de l'huile d'olive.

L'étude du processus de maturation des olives est fondamentale pour l'obtention d'une huile d'olive de qualité (Pinatel, 1999). De nombreux processus de transformation chimique et de synthèse de substances organiques ont lieu au cours de la maturation, en particulier la synthèse des triglycérides qui s'accumulent dans les vacuoles et qui constituent presque en totalité, l'huile d'olive (Sanchez Casas *et al.*, 1999 ; Matos *et al.*, 2007b) .

1. Processus de maturation

1.1. Evolution du poids des fruits

Le poids d'olives peut être considéré comme une caractéristique variétale (Abaza *et al.*, 2002 ; El Antari *et al.*, 2003). L'évolution de ce paramètre chez toutes les variétés montre d'abord une augmentation du poids au cours du développement ensuite une diminution durant la maturation (El Antari *et al.*, 2003a).

1.2. Evolution de la teneur en matière grasse dans l'olive (lipogénèse)

La quantité de lipides totaux ainsi que celle de leurs acides gras constitutifs, évoluent de manière identique. La courbe représentant leur évolution est plus ou moins linéaire permettant de distinguer trois phases (figure 2)

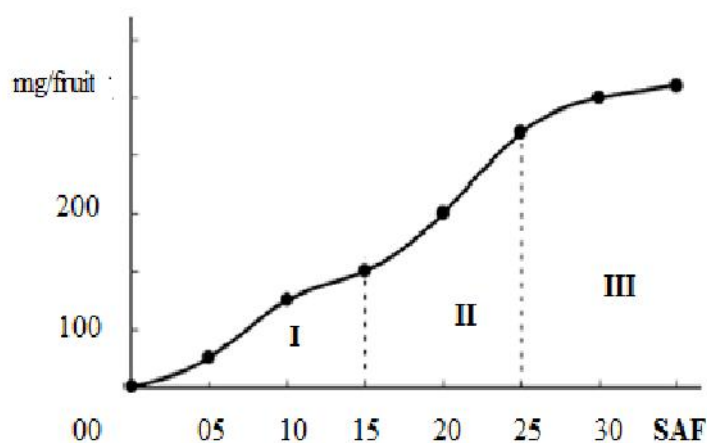


Figure 2: Evolution de la teneur en matière grasse totale au cours de la formation et de la maturation de l'olive (SAF : semaine après floraison) (Zarouk *et al.*, 1996).

- Une phase d'accumulation lente d'huile caractérisant les néoformés. Le taux de matière grasse n'y excède pas 4% en poids de la matière fraîche ;
- Une phase d'accumulation rapide s'étalent sur dix semaines environ à l'issue des quelles le taux de matière grasse atteint 27% de la matière fraîche;
- Une phase de ralentissement des synthèses lipidiques caractérisée par un taux quasi-stable de matière grasse. Cette phase favorable à une bonne récolte qualitative et quantitative et précède le phénomène de surmaturation (Zarouk *et al.*, 1996).

Il est à noter que si la cueillette des olives est effectuée au-delà de la période de maturité optimale correspondant à la phase stationnaire, on enregistre une double baisse quantitative pouvant atteindre 20% de la teneur optimale et qualitative pouvant se concrétiser par une modification de la composition en acide gras de l'huile suite à une lipolyse endogène et /ou exogène (Zarouk *et al.*, 1996).

1.3. Evolution de la composition de l'huile durant la maturation

La composition chimique des huiles est fonction du degré de maturité des drupes et varie au cours du processus de maturation (Criado *et al.*, 2007).

1.3.1. Acide gras

Deux faits sont à retenir concernant l'évolution des acides gras :

- Une accumulation de la teneur de tous les acides gras contenus dans l'huile issue des olives récoltées au cours de leur deuxième phase d'accumulation (Baccouri *et al.*, 2008a) ;
- Une accumulation préférentielle d'acide oléique pouvant atteindre (70%) de la teneur totale en acide gras, qui détermine le rythme finale d'accumulation de la matière grasse (Conde *et al.*, 2008).

En effet, au début de la maturation des olives, l'huile présente des teneurs faibles en acides oléiques. Selon Tamendjari *et al.*, (2004b) qui ont travaillé sur la variété *Chemlal*, ces teneurs augmentent au fur et à mesure de la maturité des olives. Les acides palmitiques, palmitoléique et linoléique diminuent (Caselli *et al.*, 1993; Gimeno *et al.*, 2002). alors que les acides arachidique et gadoléique restent constants durant tout le processus de maturation (Ait Yacine *et al.*, 2002).

1.3.2. Triglycérides

Au début de la lipogénèse, les phénomène de formation des triglycérides font apparaitre un glissement en faveur des chaines à 18 atomes de carbone et à insaturations différentes :

remplacement préférentiel de l'acide palmitique par l'acide linoléique (OPP et OOP vers OLL et OOL) (Caselli *et al.*, 1993; Baccouri *et al.*, 2008a).

Les diglycérides 1,2 qui sont considérés comme étant les intermédiaires de la biosynthèse, diminuent dans l'huile avec l'avancement du processus de maturation des olives, alors que les diglycérides 1,3 qui constituent les produits de l'hydrolyse des triglycérides, présentent une tendance à la hausse (Koutsaftakis *et al.*, 2000).

1.3.3. Stérols

Le taux de cette famille de composants dans l'huile n'est pas stable, mais ils diminuent avec le temps (Inglese, 1994; Cunha *et al.*, 2006). Le β -sitostérol et le campestérol diminuent au fur et à mesure de l'avancement du processus de maturation (Caselli *et al.*, 1993; El Antari *et al.*, 2000). Cette chute est composée par une augmentation du delta -5-avénastérol que d'autres auteurs ont signalé comme étant un indice de l'aboutissement du cycle de maturation (Bruni *et al.*, 1994).

1.3.4. Pigments

L'huile d'olive est riche en pigments chlorophylliens et caroténoïdes qui tendent à se dégrader au cours de la maturation de l'olive (Gandul-Rojas et Minguez-Mosquera, 1996). La chute est tellement importante que leur concentrations tendent vers 0 mg/kg dans l'huile issue des olives noires (Cichelli et Pertesana, 2004; Beltran *et al.*, 2005). Les teneurs en chlorophylles de l'huile vierge extra varient de 16 à 27 mg/kg dans l'huile issue des olives vertes, de 6 à 10 mg/kg dans l'huile tournantes et de 0,5 à 3 mg/kg dans l'huile issue des olives noires (Minguez-Mosquera *et al.*, 1990; Matos *et al.*, 2007b).

En effet, d'autres substances se forment, en l'occurrence les anthocyanes, donc d'autres couleurs prendront place au niveau du fruit d'olive (Garcia *et al.*, 1996; Ajana *et al.*, 1999). Les concentrations en caroténoïdes dans l'huile d'olive présentent des valeurs qui peuvent aller jusqu'à 100 mg/kg (Cichelli et Pertesana, 2004). Leurs teneurs varient de 20 à 60 mg /kg dans l'huile issue des olives tournantes et de 1,5 à 5 mg/kg dans l'huile issue des olives noires (Salvador *et al.*, 2001).

1.3.5. Tocophérols

Les teneurs en tocophérols tendent à diminuer au cours de la maturation (Bruni *et al.*, 1994), leurs concentrations varient de 180 à 300 mg/kg dans l'huile issue des olive vertes, de 150 à 240 mg/kg dans l'huile issue des olives tournantes et de 130 à 200 mg/kg dans l'huile issue des olives noires (Matos *et al.*, 2007a).

1.3.6. Phénoliques

La teneur de l'huile d'olive en composés phénoliques diminue fortement au cours de la maturation des olives (Brenes *et al.*, 1999; Gimeno *et al.*, 2002; Gomoz-Rico *et al.*, 2008).

D'après les résultats obtenus par Cerretani *et al.*, (2004), les concentrations en polyphénols varient de 400 à 600 mg/kg dans l'huile issue des olives vertes, de 270 à 350 mg/kg dans l'huile issue des olives tournantes et de 200 à 400 mg/kg dans l'huile issue des olives noires. Pour ce qui est des *ortho*-diphénols, leurs teneurs varient de 100 à 200 mg/kg dans l'huile issue des olives vertes, de 170 à 300 mg/kg dans l'huile issue des olives tournantes et de 120 à 220 mg/kg dans l'huile issue des olives noires.

1.4. Evolution des paramètres de qualité de l'huile

L'acidité, indice de peroxyde et la résistance à l'oxydation sont les majeurs paramètres qui déterminent la qualité de l'huile et qui montrent des variations en fonction de la variété et du stade de maturité de l'olive (Garcia *et al.*, 1996; Koutsaftakis *et al.*, 2000).

1.4.1. Acidité

L'acidité constitue une caractéristique fondamentale de la qualité de l'huile d'olive (Veillet, 2010). Elle rend compte principalement de l'altération hydrolytique de la matière première suite à une activité enzymatique naturelle et/ou microbienne (Jacotot, 1993; Clodoveo *et al.*, 2007).

Dugo *et al.* (2004), ont montré une augmentation de l'acidité de l'huile durant la maturation des olives. Sanchez Casas *et al.* (1999) et Gimeno *et al.* (2002) estiment qu'il n'y a aucune corrélation entre la date de récolte des olives et l'acidité.

1.4.2. Indice de peroxyde

Les corps gras peuvent s'oxyder en présence d'oxygène et de certains pro-oxydants (température élevée, lumière, enzyme, ion métallique ...). Cette autooxydation conduit dans un premier temps à la formation des peroxydes (ou hydroperoxydes) qui se décomposent ultérieurement en dérivés carbonylés aldéhydes et hydrocétone (responsable de l'odeur de rance) et en divers produits oxygénés (alcools, acides ...) (Tanouti *et al.*, 2010).

1.4.3. Etat d'oxydation

La stabilité à l'oxydation de l'huile diminue légèrement lorsque les fruits avancent dans la maturation. Cette régression est généralement attribuée aux différentes réponses métaboliques des variétés et à la diminution de la teneur en polyphénols au cours de la maturation (Garcia *et al.*, 1996; Panaro *et al.*, 2003; Beltran *et al.*, 2005).

1.4.4. Caractéristiques organoleptiques

Dans une optique de qualité maximale, la maturité organoleptique est un critère qui devient prioritaire. La période de récolte sera centrée sur l'instant où l'huile présente le profil organoleptique le plus avantageux (Pinatel, 1999).

Michelakis (1992) a estimé que les principales caractéristiques négatives que l'huile d'olive est susceptible d'acquérir pendant le cycle de maturation sont :

Ver : flaveur de l'huile extraite de fruits fortement attaqués par la mouche de l'olive ;

Terre : goût des huiles extraites de fruits qui sont demeurés quelques temps en contact du sol ;

Sec : goût caractéristique de fruits très sec ou meurtris par le gel ;

Rêche : goût caractéristique des huiles tirées d'olives vertes, pas encore mures.

Pour obtenir une huile de qualité qui préserve ses caractéristiques organoleptiques, le mieux est d'avancer un peu l'olivaison, malgré une légère perte en quantité d'huile (Garcia *et al.*, 1996 ; Ranalli *et al.*, 1998 ; Cerretani *et al.*, 2004).

2. Facteurs influençant le processus de maturation

2.1. Effet des pratiques culturales

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

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

Un apport en engrais riches en azote retarde la maturation. Le potassium s'accumule dans les fruits et joue un rôle important dans la lipogénèse (Rahmani, 1996).

2.2. Effet de cultivar

L'huile d'olive est un produit issu du métabolisme de la plante, donc elle est fortement influencée par le cultivar dont l'incidence sur les caractéristiques des fruits (taille, rapport pulpe/noyau, cycle de maturation ...), sur la lipogénèse et sur les constituants principaux et secondaires de l'huile (Cimato, 1990 ; Cavusoglu et Oktar, 1994).

Selon Taous et Romero (1994), la composition en acide gras et la stabilité de l'huile varient en fonction du cultivar et du lieu de plantation.

Certains composés phénoliques sont spécifiques à certaines variétés et par conséquent, ils sont utilisés comme des marqueurs de la variété (Esti *et al.*, 1998).

D'après Inglese (1994), la quantité et la qualité d'une huile à un moment donné de la maturation des drupes, résultent d'interactions multiples qui peuvent masquer l'influence spécifique du cultivar.

2.3. Effet du climat

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

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

2.4. Effet des ravageurs

L'action nuisible des insectes ravageurs peut intervenir sous différentes formes et notamment par la destruction ou la détérioration du capital végétal et des fruits, elle affecte la qualité des deux principaux produits de l'olivier, l'huile d'olive et les olives de table. Comme indiqué par Michalakakis (1992), trois types de dégâts sont causés aux olives à l'huile :

- Chute prématurée de fruits attaqués ;
- Disparition d'une partie de la pulpe ;
- Diminution de la qualité de l'huile (Cavusoglu et Oktar, 1994).

3. Méthodes d'évaluation de la date de récolte

La détermination de l'époque optimale de récolte a fait l'objet de plusieurs approches (Rahmani, 1996). Les méthodes utilisées à cet effet peuvent être classées en :

3.1. Méthodes analytiques instrumentales

- Détermination de la teneur en huile des olives ;
- Détermination de la teneur en composés phénoliques dans l'olive ;
- Détermination de la concentration totale en composés volatils ;
- Détermination du rapport des absorbances A665 / A525 de la pâte d'olive ;
- Détermination du rapport acide malique / acide citrique ;
- Détermination du rapport résistance au détachement / poids unitaire du fruit (indice de chute) (Rahmani, 1996 ; pinatel, 1999).

3.2. Méthodes analytiques non instrumentales

La détermination de l'indice de maturité renseigne d'une façon globale sur la maturité des fruits (El Antari *et al.*, 2000). Il montre toujours une augmentation continue, mais sa vitesse de progression est variable d'une variété à une autre. (Sanshez Casas *et al.*, 1999 ; El Antari *et al.*, 2003a).

Selon Yousfi *et al.* (2006), la fermeté des olives est directement liée à l'indice de maturité. Ainsi, elle peut être utilisée pour une évaluation objective du niveau de maturation des olives. D'autres tests peuvent être utilisés tels que la séparation facile de la peau, la sortie rapide du noyau lorsqu'on comprime le fruit entre deux doigts et le suintement du jus au point d'insertion du pédoncule (Rahmani, 1996).

Chapitre I : Matériel et Méthodes

1. Matériel végétal

Les échantillons d'huiles d'olives ont été obtenus des fruits récoltés manuellement et à hauteur d'homme sur toutes les frondaisons sur le site de l'*I.T.A.F.V* durant la campagne oléicole 2012/2013. Les olives ont été prélevées sur des arbres adultes de la variété (*chemlal*).

Le tableau ci-dessous récapitule les différentes informations relatives à notre échantillonnage.

Tableau IV : Dates de récolte des échantillons.

| Variété | Echantillons | Date de récolte | Date d'extraction | Caractéristiques de l'olive |
|----------------|----------------|-----------------|-------------------|---|
| <i>Chemlal</i> | Récolte 1 (R1) | 04/12/2012 | 04/12/2012 | Fruit de poids faible, de forme allongée avec une base arrondie et un sommet pointus. |
| | Récolte 2 (R2) | 03/01/2013 | 03/01/2013 | |
| | Récolte 3 (R3) | 31/01/2013 | 03/02/2013 | |
| | Récolte 4 (R4) | 28/02/2013 | 03/03/2013 | |

2. Extraction des huiles

L'extraction de l'huile des différents échantillons d'olives est effectuée au niveau du laboratoire de la pépinière de l'*I.T.A.F.V* de Takerietz au moyen d'un oléodoseur (Levi-Dilon-Lerogsane), selon les étapes suivantes :

- ✓ broyage avec un broyeur à marteau ;
- ✓ Malaxage réalisé en deux temps :
 - 15 minutes sans eau ;
 - 15 minutes après ajout de 50 ml d'eau tiède pour 920 g de pâte d'olive.
- ✓ Centrifugation de la pâte pendant une minute réalisé à l'aide d'une centrifugeuse verticale à pâmer ayant une vitesse de 4845 tours/min ;
- ✓ Séparation de l'huile des margines par décantation ;

Les échantillons récupérés ont été conservés à 4 ° C dans des bouteilles en verre fumé en attendant d'être analysés.

3. Méthodes d'analyses

3.1. Indice de maturité

Cent fruits d'olives prélevés au hasard sur un échantillon d'olive.

L'indice de maturité est déterminé par la notion visuelle selon une échelle de coloration de 0 à 7 variant d'une peau verte intense jusqu'à noire pulpe entièrement violette (Tovar *et al.*, 2002).

L'indice de maturité est donné 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 olives et les chiffres de 0 à 7 représentent :

0 : épiderme vert intense ou vert foncé.

1 : épiderme vert jaunissant.

2 : épiderme vert avec des taches rougeâtres.

3 : épiderme rougeâtre à violet.

4 : épiderme noir et pulpe blanche.

5 : épiderme noir et pulpe violette sur moins de la moitié de la pulpe.

6 : épiderme noir et pulpe violette sur plus de la moitié de la pulpe.

7 : épiderme noir et pulpe entièrement violette.

3.2. Teneur en huile d'olive

Le rendement en huile a été déterminé par extraction sur Soxhlet pendant 6 h avec de l'hexane à partir d'une pâte d'olives préalablement séchée à l'étuve (100 °C pendant 4 heures). La teneur est déterminée après distillation du solvant au moyen d'un évaporateur rotatif, l'extrait lipidique est séché dans une étuve à 105°C jusqu'à obtention d'un poids constant (Lecoq, 1965).

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

3.3.1. Acidité

Le principe est basé sur la mise en solution d'une quantité connue de matière grasse dans un mélange d'éthanol et d'oxyde diéthylique. Puis titrage des acides gras libres (AGL) présents par une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium en présence de phénolphaléine. Selon la méthode décrite dans le règlement CEE/2568/91.

Une prise d'essai d'huile de 5g a été dissoute dans 20ml d'un mélange d'oxyde diéthylique –éthanol à 95%(v/v).le mélange a été titré à l'aide d'une solution éthanolique

d'hydroxyde de potassium (0.1N) en présence de phénolphtaléine jusqu'à coloration rose persistant une dizaine de secondes. Un essai témoin a été réalisé dans les mêmes conditions.

L'acidité est exprimée en pourcentage d'acide oléique qui se détermine ainsi :

$$A\% (\text{acide oléique}) = (V - V_0) * (N * M/10 * m)$$

V : volume en ml de KOH nécessaire pour neutraliser l'échantillon ;

V₀ : volume en ml de KOH nécessaire pour neutraliser le blanc ;

N : normalité de l'hydroxyde de potassium ;

M : masse molaire g/ml d'acide oléique qui est égale à 282g/ml ;

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

3.3.2. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde représente la quantité des substances de l'échantillon (exprimée en milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme), qui oxydent l'iodure de potassium.

Selon la méthode décrite dans le règlement CEE/2568/91, un échantillon de 2 g d'huile filtrée a été mis en solution dans 10 ml de chloroforme dans une fiole. 15 ml d'acide acétique et 1 ml d'iodure de potassium (solution aqueuse saturée) ont été rajoutés. La fiole a été ensuite bouchée immédiatement et agitée vigoureusement pendant 1 minute, puis laissée à l'obscurité pendant 5 minutes. 75 ml d'eau distillée sont ajoutés et l'iode libéré est titré par une solution de thiosulfate de sodium 0,01 N en présence d'empois d'amidon comme indicateur. Un essai témoin (sans matières grasses) est réalisé dans les mêmes conditions.

L'indice de peroxyde se détermine ainsi :

$$I_p = N (V - V_0) * 1000 / m \text{ (meq d'o}_2\text{/kg)}$$

V₀ : volume en millilitre de thiosulfate de sodium nécessaire pour titrer le blanc.

V : volume en millilitre de thiosulfate de sodium nécessaire pour titrer l'essai.

N : normalité de la solution de thiosulfate de sodium (0,01 N).

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

3.3.3. Détermination de l'extinction spécifique dans l'Ultraviolet

Cette analyse consiste à déterminer les coefficients d'extinction K_{232} et K_{270} calculés à partir de l'absorption à 232 et 270 nm qui correspondent au maximum d'absorbance des hydroperoxydes et des produits secondaires d'oxydation respectivement (Alais *et al.*, 1999).

L'extinction spécifique dans l'UV a été déterminée selon la méthode décrite par C.O.I. (1996). Après filtration des échantillons d'huile à travers le sulfate de sodium anhydre, une masse de 0,25 g est introduite dans une fiole de 25 ml et le cyclohexane est ajouté jusqu'au trait de jauge. L'absorbance des échantillons d'huiles filtrées est mesurée à deux longueurs d'ondes 232 et 270 nm.

Les coefficients d'extinction à 232 et 270 nm sont exprimés par l'équation suivante :

$$E (1\%/1 \text{ cm}) = A / C * l$$

E : extinction spécifique a la longueur d'onde .

A : absorbance mesurée a la longueur d'onde .

C : concentration de la solution en gramme par 100 millilitres.

l : épaisseur de la cuve en centimètre (1cm).

3.4. Analyse de la composition de l'huile d'olive

3.4.1. Composition en acide gras

Cette analyse à été réalisée au niveau du complexe CEVITAL spa.

a)Préparation des esters méthylique

Les esters méthyliques sont préparés en suivant la méthode E.C. (2002). Une aliquote de 0,5g d'huile est dissoute dans 5ml d'hexane pour chromatographie, à laquelle sont ajoutés 0,5 ml d'une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium (2 N). Le tout est agité pendant 30 secondes, puis centrifugé à 3000 tours/min. 2 gouttes du surnageant sont prélevées et mélangées avec 1ml d'hexane.

b) Dosage qualitatif et quantitatif

Les esters méthyliques sont injectés dans un chromatographe en phase gazeuse de type Chrompack C 9002 dont les conditions d'analyse sont décrites ci-après :

Injecteur: SPLIT 1/100;

Colonne capillaire DB 23: (longueur: 30, diamètre intérieur : 0.32 mm et épaisseur : 0.25µm);

Gaz vecteur: Azote;

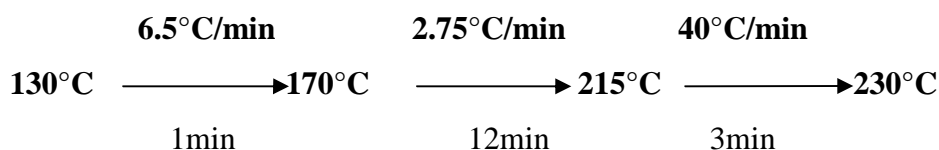
Détecteur: FID;

Températures :(injecteur: 250 °C, détecteur: 250 °C et le four: 200 °C);

Quantité injectée: 01µl;

Vitesse du papier: 0.5 cm/min;

Programme (gradient de température) ;



Les acides gras sont identifiés en fonction de leur temps de rétention au niveau de la colonne par comparaison à des acides gras étalons. (Voir annexe 2)

3.4.3. Dosage des pigments

Les carotènes et les chlorophylles ont été déterminés suivant la méthode décrite par Allalout *et al.* (2009). 7.5g d'huile ont été dissous dans le cyclohexane et portés a un volume final de 25 ml. Les teneurs en caroténoïdes et en chlorophylles ont été déterminées respectivement, par la mesure de l'absorbance a 470 et 670 nm. Les valeurs des coefficients d'extinction spécifique appliquée étaient E = 613 pour la phéophytine, une composante majeure des pigments chlorophylliens, et E = 2000 pour la lutéine, un élément majeur des caroténoïdes. Les teneurs en pigments ont été calculées comme suit:

$$\text{Chlorophylle (mg/Kg)} = (A_{670} * 106) / (613 * 100 * d)$$

$$\text{Caroténoïde (mg/Kg)} = (A_{470} * 106) / (2000 * 100 * d)$$

A : absorbance à la longueur d'onde .

d : épaisseur de la cuve en centimètre (1 cm).

3.4.3.2. Extraction des composés phénoliques

Un gramme d'huile est dissout dans 10 ml d'hexane, cette solution est introduite dans la colonne d'octadecyl C18 qui retient les composés phénoliques. Les polyphénols sont

recupérés en versant dans la colonne du méthanol (10 ml). L'extrait phénolique est recueilli dans un flacon de 10 ml (Favati *et al.* 1994).

3.4.3.2.1 Dosage des composés phénoliques totaux

La teneur en polyphénols totaux a été déterminée selon la méthode décrite par Favati *et al.* (1994). 5 ml d'eau distillée ont été ajoutés à 2 ml de l'extrait suivi de 0,5 ml de réactif de Folin-Ciocalteu. Après 3 min d'incubation à température ambiante, le mélange est additionné avec 4 ml de carbonate de sodium (Na_2CO_3) à 10 %. Le mélange a été porté à un volume final de 20 ml par de l'eau distillée. Après incubation pendant 90 min à l'obscurité, le mélange est filtré et l'absorbance est mesurée au spectrophotomètre à 765 nm. La concentration en composés phénoliques des extraits de l'huile est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage (voir annexe 1) obtenue en utilisant l'acide gallique et exprimée en mg équivalent acide gallique par Kg matière fraîche (mg EAG/Kg MF).

3.4.3.3. Dosage *ortho*-diphénols

La méthode est basée sur la formation de complexes jaunes, entre les *ortho*-diphénols et les ions molybdate, qui absorbent au voisinage de 370 nm (Olivier *et al.* 2004).

La concentration en *Ortho*-diphénols des extraits méthanoliques de nos échantillons d'huile est déterminée suivant la méthode de Bendini *et al.* (2003) avec quelques modifications. Un volume de 4ml d'extrait méthanolique est additionné de 1 ml de la solution de molybdate de sodium dihydraté à 5% dans l'éthanol-eau (V/V), le mélange est agité vigoureusement au vortex pendant 1min, puis mis à l'obscurité pendant 15min et enfin filtré.

L'absorbance est mesurée à 370 nm contre un blanc contenant 4ml d'extrait et 1ml d'éthanol-eau. Les teneurs en *Ortho*-diphénols des échantillons sont déterminées à partir d'une courbe d'étalonnage (voir annexe 1) réalisée avec l'acide caféique et les résultats sont exprimés en mg équivalent acide caféique par Kg matière fraîche (mg EAC/Kg MF).

3.5. Indice d'amertume

L'indice d'amertume (K_{225}) est évalué par extraction des composés amers de l'huile d'olive, suivant la méthode décrite par Morello *et al.*, (2004). Un échantillon d'1g d'huile filtré est dissout dans 4 ml d'hexane puis passé à travers une colonne d'octadecyl C_{18} préalablement activée avec (6 ml de méthanol et 10 ml d'hexane), la colonne est lavée 10 ml d'hexane pour éliminer toutes traces de gras. La fraction polaire retenue est éluée avec 25 ml du méthanol à 95%. L'absorbance est mesurée à 225 nm contre un blanc qui est le méthanol. Les résultats sont exprimés en termes d'absorbance.

3.6. Test de Rancimat

Cette analyse a été réalisée au niveau du complexe CEVITAL spa.

Le principe du test consiste à vieillir prématurément les matières grasses par décomposition thermique à une température spécifiée. Elle se fait généralement à une température comprise entre 100 et 120 °C, sous un bullage intensif d'air. Les acides organiques, produits de dégradation de cette oxydation poussée, sont entraînés par un courant d'air et recueillis dans une fiole contenant de l'eau déminéralisée ou distillée, dans laquelle est immergée une électrode de mesure de la conductivité. Le temps est déterminé par conductimètre et correspond au TIR (Temps d'Induction au test Rancimat) ou période d'induction. La fin de celle-ci est indiquée lorsque la conductivité se met à augmenter rapidement. Cette augmentation accélérée est provoquée par l'accumulation d'acides gras volatils produits au cours de l'oxydation (ISO 6886, 2006).(voir annexe 2)

3.7. Analyse statistique

Mise à part l'analyse du profil d'acides gras par CPG et de stabilité oxydative, chaque analyse a été réalisée en trois reprises et les résultats représentent la moyenne des trois mesures. Une étude statistique a été réalisée en appliquant une analyse de la variance (ANOVA). Le test de Newman-Keuls est utilisé pour la comparaison intergroupe. Le logiciel utilisé est STATISTICA 5.5.

Chapitre II : Résultats et discussion

1. Détermination sur les olives

1.1. Indice de maturité

L'indice de maturité est spécifique pour chaque variété et constitue un indicateur de la maturation des fruits. En effet, ce paramètre augmente au cours du temps (Boukachabine *et al.*,2011).

L'indice de maturité diffère significativement ($p<0,05$) selon le degré de maturité montrant que l'indice de maturité augmente au cours de la maturation avec un indice de maturité à la quatrième récolte de 6.59 relativement élevé par rapport à celui de la première récolte (3.67) (voir figure 3).

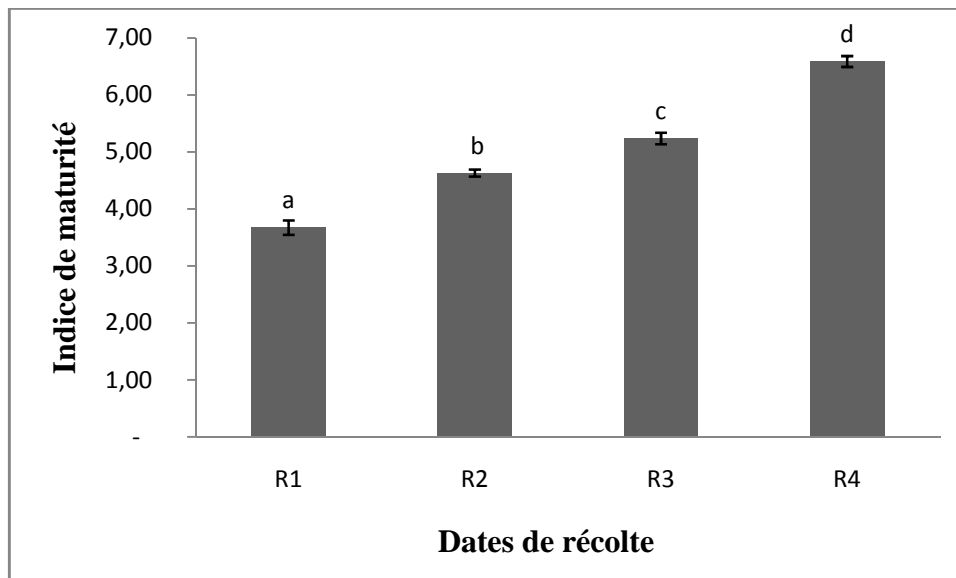


Figure 3 : Indice de maturité des olives à différentes dates de récolte de la variété *Chemlal*.

*Les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ($p<0,05$).

* les barres verticales représentent les écarts-types avec $a<b<c<d$.

1.2. Teneur en huile des olives

L'évolution de la teneur en huile dans les olives au cours de la maturation évaluée par Soxhlet est donnée en figure 4

D'après les résultats obtenus, une augmentation de la teneur en huile au cours de la maturation est observée. Des différences significatives sont notées entre les différents stades de maturité ($p<0.05$). Les olives de la première récolte présentent la teneur en huile plus faibles

avec un pourcentage de (29.14 %). La quantité plus élevée est enregistrée pour les olives de la quatrième récolte avec un pourcentage de (39,70%).

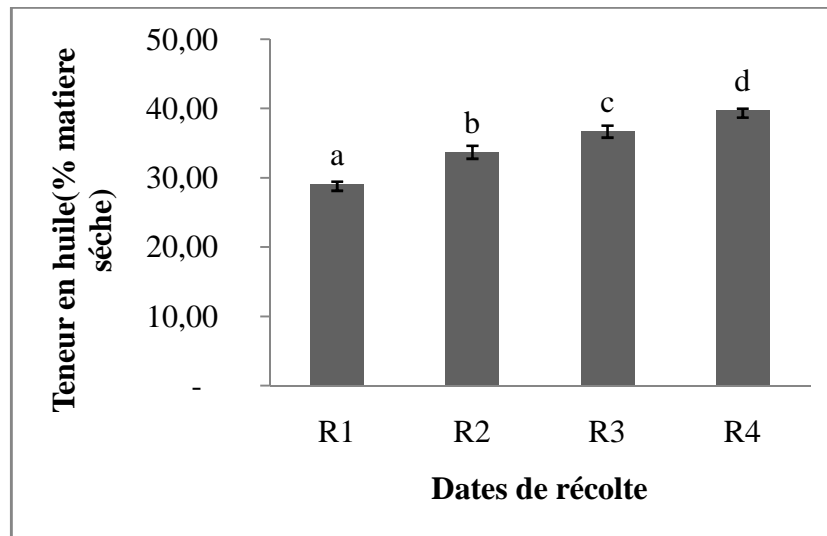


Figure 4 : Teneur en huile des olives à différentes dates de récolte de la variété *Chemlal*.

*Les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ($p < 0,05$).

* les barres verticales représentent les écarts-types avec $a < b < c < d$.

Une évolution croissante de la teneur en huile dans les olives au cours de la maturation est notée par Ait Yacine *et al.*, (2002) qui ont enregistré une augmentation du rendement en huile évaluée à 17.3% pour la variété marocaine (*Picholine*) en passant la première récolte à dernière récolte. L'augmentation du rendement peut être expliquée par l'accumulation de l'huile dans les vacuoles à l'intérieur des cellules du mésocarpe des drupes (lipogenèse). Ce qui confirme la diminution du poids des fruits au cours de la maturation.

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

2.1. Acidité

L'acidité des échantillons d'huile d'olive analysés varie selon les stades de maturité (voir figure 5).

Des différences significatives sont notées entre les différents stades de maturité sauf pour la troisième et la quatrième récolte aucune différence significative n'est observée ($p < 0,05$). L'acidité augmente au cours de la maturation des olives durant les quatre récoltes. L'huile issue des olives de la première présente le taux le plus faible (0.12%), la valeur la plus élevée est notée pour l'huile issue des olives de la dernière récolte, toutefois, les valeurs

atteintes restent inférieures à la norme (0.8 %) des huiles d'olives appartenant à la meilleure catégorie dénommée extra-vierge.

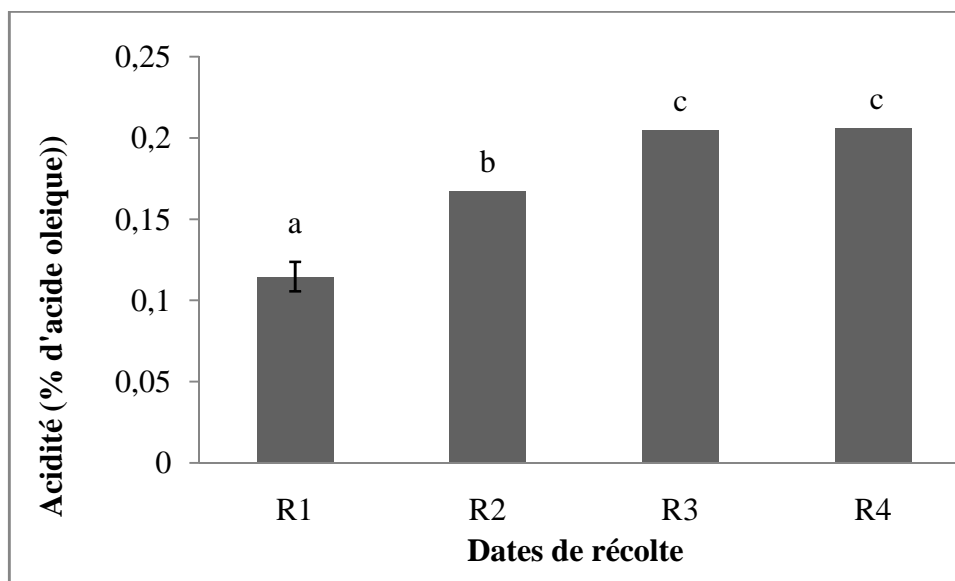


Figure 5 : Acidité des huiles issues des olives à différents stades de maturité de la variété *Chemlal*.

*Les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ($p < 0,05$).

*Les barres verticales représentent les écarts-types avec $a < b < c$

Nos résultats sont proches de ceux rapportés par Famiani *et al.* (2002) pour la variété italienne *Frantio*. L'augmentation de l'acidité au cours de la maturation des olives peut s'expliquer d'une part par la biosynthèse des acides organiques, des tanins des acides gras et d'autre part par l'hydrolyse des triglycérides par les enzymes libérées durant la maturation.

2.2. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde constitue l'un des critères de qualité de l'huile d'olive. Il détermine les hydroperoxydes et constitue un moyen direct pour la mesure de l'autooxydation lipidique (Ryan *et al.* 1998).

Cet indice augmente progressivement (on marquant des différences significatives ($p < 0,05$) pour l'ensemble des dates de récolte) sauf pour les deux échantillons d'huile issus des olives de la première récolte, aucune différence significative n'est observée. La valeur la plus faible d'indice de peroxyde est enregistrée pour l'huile des olives de la première récolte (0,54 meq O_2 /kg) et la valeur la plus élevée est observée pour l'huile issue des olives de la dernière récolte (2.24 meq d' O_2 /kg). L'augmentation de l'indice de peroxyde des olives étudiées au cours de la maturation des olives pourrait être attribuée à leur teneur en acides gras libres

insaturés qui s'oxydent au contact de l'oxygène et à l'augmentation de l'activité des lipogénèses au cours de la maturation

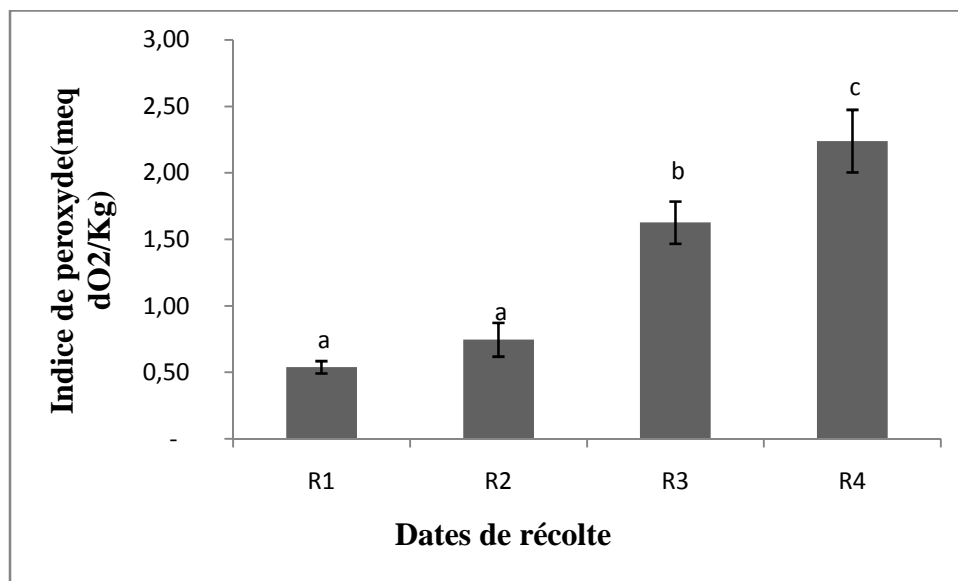


Figure 6 : Indice de peroxyde des huiles issues des olives à différents dates de récolte de la variété *Chemlal*

*Les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différences significative ($p < 0,05$).

*Les barres verticales représentent les écarts-types avec $a < b < c$.

Un coefficient de corrélation ($p < 0,05$) positif de 0,85 est noté entre l'indice de peroxyde et l'acidité.

2.3. Absorbance dans l'ultraviolet

La détermination des coefficients d'absorbance dans l'ultraviolet (k_{232} , k_{270}) (voir figures 7 et 8) renseigne sur la présence ou l'absence des produits d'oxydation dans l'huile. Parmi les produits d'oxydation les hydroperoxydes (produits d'oxydation primaire) absorbent à 232nm. Alors que les produits d'oxydation secondaires tels les cétones absorbent au voisinage de 270nm.

L'analyse statistique des résultats obtenues de l'extinction spécifique (K_{232}) ne montre aucune différence significative ($p < 0,05$) entre la première et la deuxième récolte et aucune différence significative entre la troisième et la quatrième récolte. La valeur la plus élevée est observée pour l'huile de la première récolte (2,38), par contre la valeur la plus faible est observée pour l'huile issue des olives de la quatrième récolte (1,89). Ce qui indique une diminution au cours de la maturation. Quand à l'extinction spécifique (k_{270}), l'analyse des résultats obtenus montre des différences significatives selon le degré de maturité. L'huile issue des olives de la troisième récolte ne présente aucune différence significative entre le premier et le deuxième échantillon.

Nos résultats sont en accords avec ceux de Garcia *et al*, (1996) qui a trouvé la même évolution des absorbances à 270 nm au cours de la maturation.

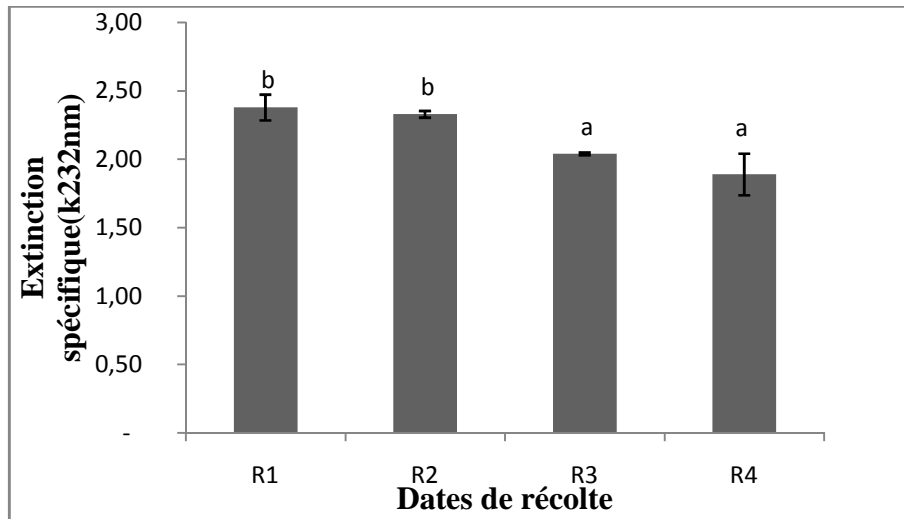


Figure 7: Extinction spécifique à 232nm (K232) des huiles issues des olives à Différents dates de récolte de la variété *Chemlal*.

* Les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différences significative ($p < 0,05$).

*Les barres verticales représentent les écarts-types avec $a < b$.

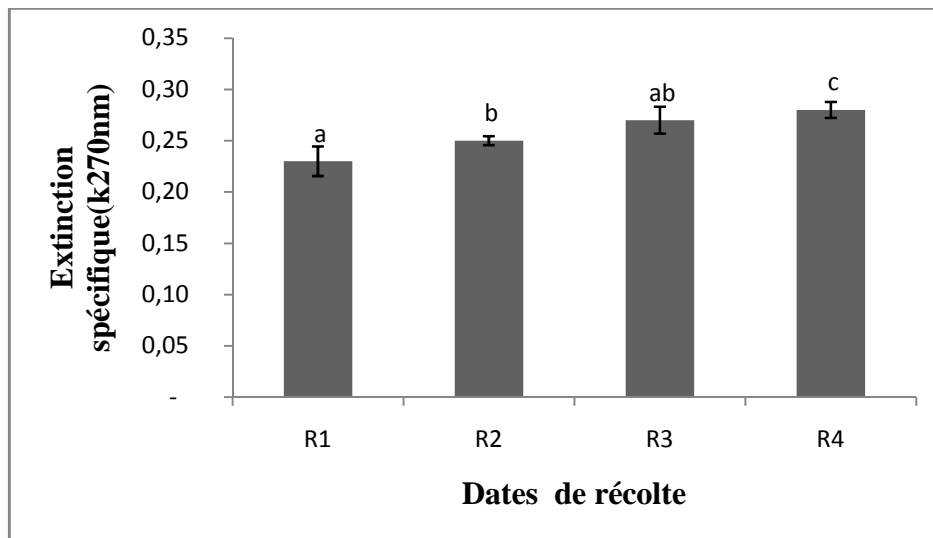


Figure 8 : Extinction spécifique à 270 nm (K270) des huiles issues des olives à Différents dates de récolte de la variété *Chemlal*.

* Les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différences significative ($p < 0,05$).

*Les barres verticales représentent les écarts-types avec $a < b < .ab < c$.

Les échantillons d'huile présentent des valeurs des indices de qualité (acidité, indice de peroxyde et le coefficient d'extinction dans (k₂₃₂) inférieurs aux limites établies par le COI(2003) pour une huile d'olive extra vierge.

Il est noté que les valeurs du coefficient d'extinction spécifique k_{270} des huiles des deux premières récoltes (0.23 et 0.25) sont supérieures à celle fixée par le COI, ce qui nous mène à classer ces huiles dans la catégorie huile d'olive vierge fine (0.25).

Pour ce qui est des huiles des deux dernières récoltes (0.27 et 0.28, respectivement), l'extinction k_{270} sont (0.30) ce qui nous permet de classer ces huiles dans la catégorie huile d'olive vierge courante.

3. Analyse de la composition de l'huile d'olive

3.1. Composition en acide gras

En tant que principaux constituants de la matière grasse, les acides gras constituent un paramètre important pour la caractérisation des huiles d'olive. C'est du point de vue quantitatif que les acides gras permettent de faire la distinction entre différents échantillons car les huiles d'olive sont constituées qualitativement par les mêmes acides gras (Dhifi *et al.*, 2002).

Tableau V : Composition en acides gras totaux des huiles issues des olives à différents stades de maturité (en % des acides gras totaux).

| | 1 ^{ère} récolte | 2 ^{ème} récolte | 3 ^{ème} récolte | 4 ^{ème} récolte |
|----------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|
| C16 :0 | 15.97 | 17.31 | 16.51 | 14.41 |
| C18 :0 | 1.75 | 1.71 | 1.61 | 1.74 |
| C18 :1 | 66.6 | 66.89 | 65.65 | 66.64 |
| C18 :2 | 13.84 | 12.84 | 15.14 | 16.57 |
| C18 :3 | 0.64 | 0.84 | 0.73 | 0.63 |
| C20 :0 | 0.00 | 0.38 | 0.32 | 0.00 |
| AGS | 17.72 | 19.4 | 18.44 | 16.15 |
| AGI | 81.14 | 80.57 | 81.52 | 83.84 |
| C18 :1/C18 :2 | 4.81 | 5.20 | 4.33 | 4.02 |

Toutes les huiles de la variété étudiée présentent des teneurs en différents acides gras répondant aux normes établies par le COI(2003).

L'acide oléique est l'acide gras, dominant de l'huile d'olive, tous les échantillons étudiés ont des proportions supérieures à 65%. Suivi par l'acide palmitique (C16 :0) et linoléique (C18 :2).

Les teneurs en acide oléique des échantillons d'huile étudiés varient peu au cours de la maturation des olives.

D'après nos résultats, on remarque que la première récolte donne une teneur en acide palmitique de 15.97%, qui augmente dans la deuxième récolte pour atteindre 17,31% alors qu'elle diminue dans la troisième et quatrième (16,51 et 14,41%) respectivement.

Le rapport acide oléique/acide linoléique varie selon le degré de maturité. Il est utilisé comme paramètre de stabilité et plusieurs études ont montré qu'un rapport élevé renferme une stabilité oxydative importante (Matos *et al.*2007b). La diminution de rapport oléique/linoléique durant la maturation peut être expliquée par l'activité de l'enzyme oléate désaturase transformant l'acide oléique en linoléique (Baccouri *et al.*2008).

3.2. Pigments

3.2.1. Chlorophylles

Les teneurs en chlorophylles des quatre échantillons d'huile d'olive analysées sont indiquées dans la figure 9

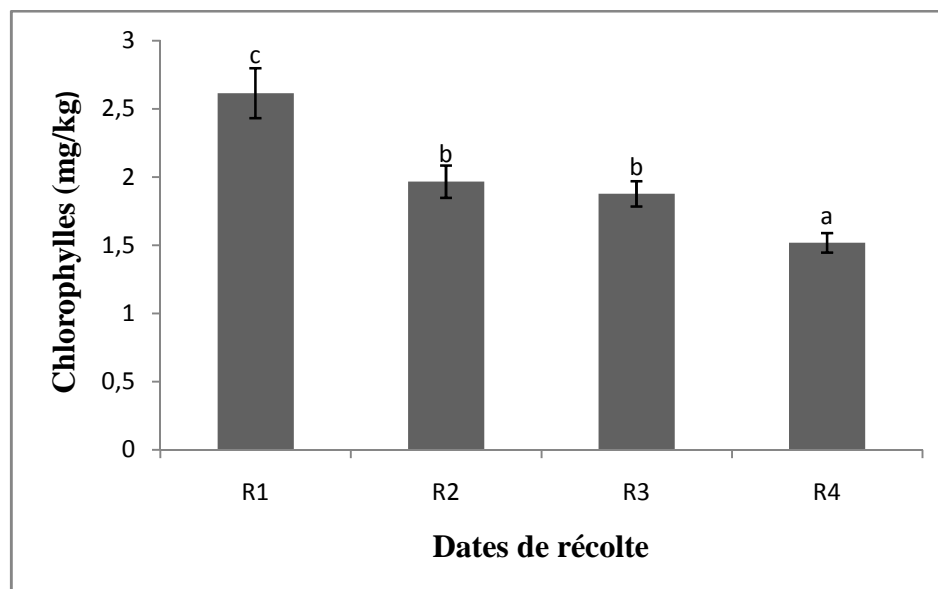


Figure 9 : Teneur en chlorophylles des huiles issues des olives à différentes dates de récolte de la variété *Chemlal*.

*Les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différences significative ($p < 0,05$).

* Les barres verticales représentent les écarts-types avec $a < b < c$.

Les teneurs en chlorophylles montrent une diminution au cours de la maturation. L'analyse statistique indique que les teneurs en chlorophylles des huiles analysées diffèrent significativement ($p < 0.05$) selon les dates de récoltes, sauf pour la deuxième et troisième récolte ne présentant aucune différence significative. La quantité la plus élevée en chlorophylles est enregistrée pour l'huile issue des olives de la première récolte avec la valeur

de 2.61 mg /kg. les huiles issues des olives de la quatrième récolte donne la teneur la plus faible avec une valeur de 1.51 mg/kg. Les teneurs en chlorophylles de nos échantillons sont proches de celles obtenues par Salvador *et al.*, (2001). D'après Baccouri *et al.*, (2008a), 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. La diminution de la teneur en chlorophylles au cours de la maturation est le résultat d'une dégradation de ce pigment donnant ainsi des dérivés incolores suite à l'action de trois différentes enzymes : chlorophyllase, Mg-déchélatase et phéophorbide oxygénase (Bouvier et Camara, 2007).

3.2.2. Caroténoïdes

Les teneurs en caroténoïdes des échantillons d'huile d'olive analysés sont indiquées dans la figure 10

L'analyse statistique indique que la teneur en caroténoïdes est influencée significativement par la maturation des olives. La quantité la plus élevée en caroténoïdes est enregistrée pour l'huile issue des olives de la première récolte avec la valeur de 2.26mg /kg. l'huile issue des olives de la quatrième récolte donne une teneur la plus faible avec une valeur de 1.21 mg/kg.

D'après Gimno *et al.*, (2002), la teneur en caroténoïdes dépend du degré de la maturation. En effet, au cours de la maturation, la teneur en caroténoïdes diminue graduellement. Cette diminution devient prononcée avec l'augmentation de la synthèse des anthocyanes. (Roca et Minguez-Mosquera, 2001).

L'étude faite par Psomiadou et Tsimidou, (2001) a révélé que la teneur en caroténoïdes dépend ainsi au mode d'extraction d'huile et des conditions de stockage.

La diminution de la teneur en caroténoïdes au cours de la maturation peut être due également à l'oxydation de ces pigments comme second substrat durant la peroxydation lipidique sous l'action des lipoxygénases (Minguez-Mosquera *et al.*, 1990).

Nos huiles présentent des taux en carénoïdes proches à ceux des huiles tunisiennes (de 1,68 à 4,9 mg/kg) analysées par Baccouri *et al.*, (2007a) et très faible à ceux obtenu par Cerretani *et al.*, (2008) pour des variétés italienne (de 2,93 à14,6 mg/kg).

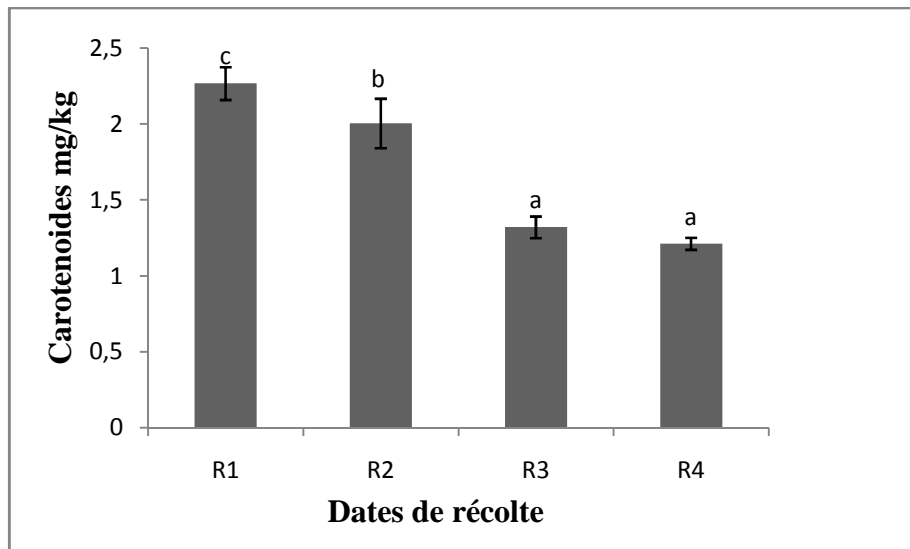


Figure 10 : Teneur en caroténoïdes des huiles issues des olives à différents dates récolte de la variété *Chemlal*.

* Les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différences significative ($p < 0,05$).

* les barres verticales représentent les écarts –types avec $a < b < c$.

3.3. Composés phénoliques totaux

Les résultats de la quantification des composés phénoliques totaux sont illustrés dans la figure 11 D'après les résultats obtenus on remarque une diminution de la teneur en composés phénoliques au cours de la maturation des olives.

L'huile issue des olives de la première récolte présente la teneur la plus élevée (715.31mg/kg). Par contre l'huile issue des olives de la dernière récolte présente la teneur la plus faible (507.50mg/kg). Des différences significatives ont été enregistrées ($p < 0,05$) pour l'ensemble des échantillons. La diminution de la teneur en composés phénoliques au cours de la maturation des olives peut être due à la diminution de l'activité de la PAL (L-Phénylalanine Ammonia-Lyase). durant le processus de maturation des olives tel rapport par Tovar *et al.*, (2002). Aussi cette diminution peut être expliquée par l'augmentation de l'activité des estérases et des glucosidases sur l'oleuropéine durant la maturation, libérant ainsi des substances phénoliques et des substances non phénoliques qui sont hydrosolubles (Ryan *et al.*, 2002).

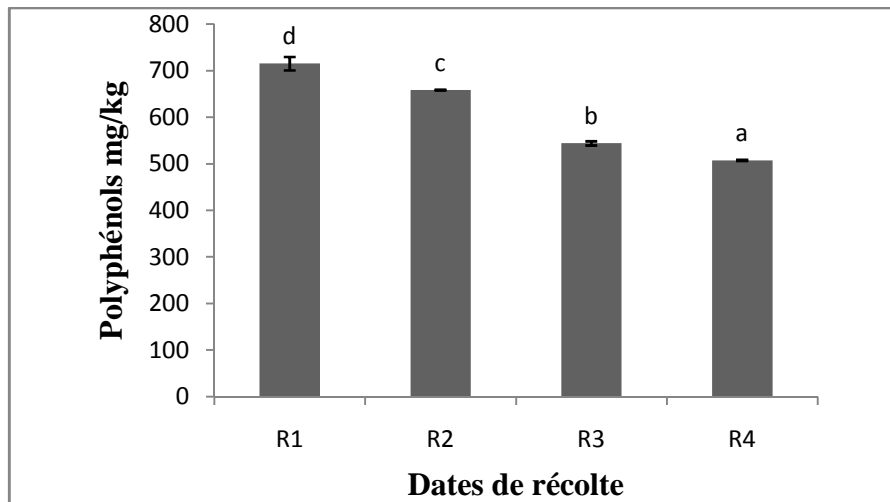


Figure 11 : Teneur en composés phénoliques des huiles issues des olives à différentes dates de récolte de la variété *Chemlal*.

* Les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différences significative ($p < 0,05$).

* Les barres verticales représentent les écarts –types avec $a < b < c < d$.

Cette diminution peut être également expliquée par l'activité de la peroxydase qui catalyse l'oxydation de ces composés par les systèmes peroxyde d'hydrogène-dichlorophénol (Gandual Roja *et al.*, 2004) ainsi qu'à l'activité des polyphénoloxydases (PPO) (Soler-Rivas *et al.*, 2000).

Les teneurs en polyphénols totaux enregistrées pour nos échantillons d'huile sont supérieures à celles obtenues par Esti *et al.*, (2009) sur quelques variétés italiennes (entre 118 et 448 mg/kg) à celles des variétés espagnoles (entre 108,51 et 444,26 mg/kg) enregistrées par Cerretani *et al.*, (2006).

3.4. *Ortho*-diphénols

Les résultats de la quantification des *ortho*-diphénols sont illustrés dans la figure 12

L'analyse statistique indique que les teneurs en *ortho*-diphénols des huiles analysées diffèrent significativement selon le degré de maturité ($p < 0.05$). Les résultats obtenus indiquent que les huiles de la deuxième et la quatrième récolte présentent par les teneurs plus élevées avec des concentrations de 45.31mg/kg et 44.70 mg/kg respectivement.

Les teneurs les plus faibles sont enregistrées pour les huiles de la première et la troisième récolte avec des teneurs de 35.85mg/kg et 41.54mg/kg respectivement.

La même évolution de la teneur en *ortho*-diphénols des nos échantillons d'huile au cours de la maturation à été obtenu par Laribi *et al.*, (2009) travaillant sur la même variété (*Chemlal*).

Les *ortho*-diphénols (comme l'hydroxytyrosol, l'acide caféique et oleuropéine), présents dans l'huile d'olive sont considérés comme des antioxydants naturels qui protègent l'huile contre l'oxydation. Ils lui confèrent une meilleure stabilité lors du stockage, une saveur amère et une sensation de piquant (Ollivier *et al.*, 2004).

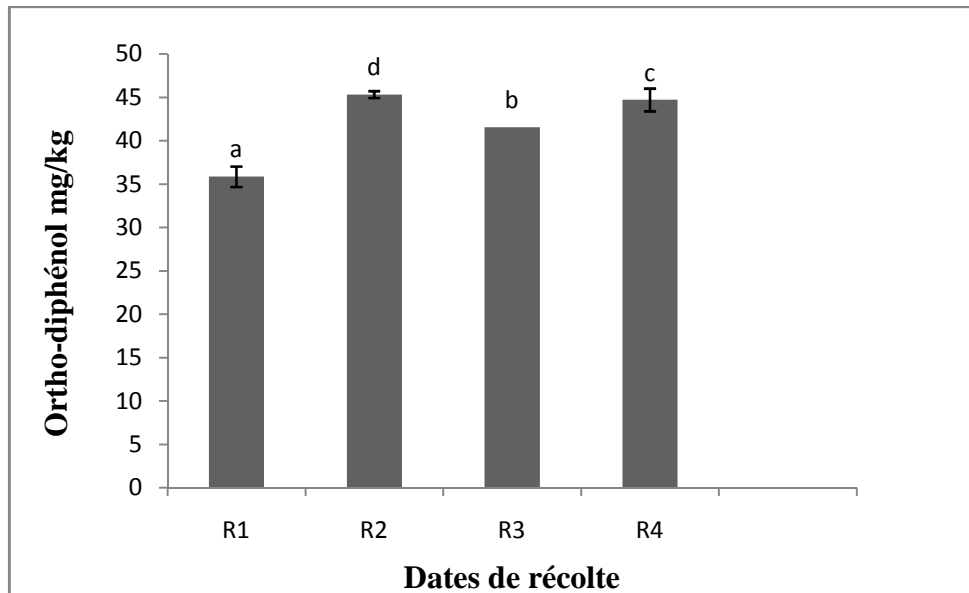


Figure 12 : Teneur en *ortho*-diphénols totaux des huiles issues des olives à différentes dates de récolte de la variété *Chemlal*.

* Les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différences significative ($p < 0,05$).

* Les barres verticales représentent les écarts-types avec $a < b < c < d$.

Nos échantillons d'huiles d'olive présentent des taux en *ortho*-diphénols proches de ceux des huiles de la variété turques (entre 5,03 et 76,89 mg/kg) analysées par Kiralan *et al.*, (2009), mais beaucoup plus faibles comparés aux huiles tunisiennes (entre 105 et 217,6 mg/kg) étudiées par Baccouri *et al.*, (2008).

4. Indice d'amertume

L'indice d'amertume est considéré comme un paramètre chimique corrélé avec l'évaluation sensorielle.

L'analyse statistique a révélé des différences significatives ($p < 0,05$) entre les échantillons. Les résultats que nous avons obtenus pour la variété *chemlal* de différentes date de récolte indiquent que les huiles issues des olives de la première récolte présentent un indice

élevé (0,912) par rapport à celui d'huile issue des olives de la dernière récolte qui présentent un taux faible (0,439). Les indices d'amertumes obtenus (voir figure 13) présentent une évolution similaire aux composés phénoliques totaux au cours de la maturation. Donc nos résultats obtenus sont en accord avec ceux de Morello *et al.*, (2004); Beltran *et al.*, (2005).

Une corrélation est établie entre les résultats de la teneur en composés phénoliques totaux des échantillons d'huile analysés est ceux de l'indice d'amertume (0,76). Beltran *et al.*, (2005) ont obtenu un facteur de corrélation de 0,89 pour la variété *Hojblanca*. En effet Dhifi *et al.*, (2006) ont constaté que la richesse en oleuropeine de l'huile de la variété tunisienne *Chetoui*, et à l'origine de son amertume prononcée par rapport aux autres huiles étudiées.

Selon Idrissi *et al.*, (2004), les acides phénoliques, l'oleuropeine glycoside et ses aglycones sont responsables du goût amer de l'huile d'olive.

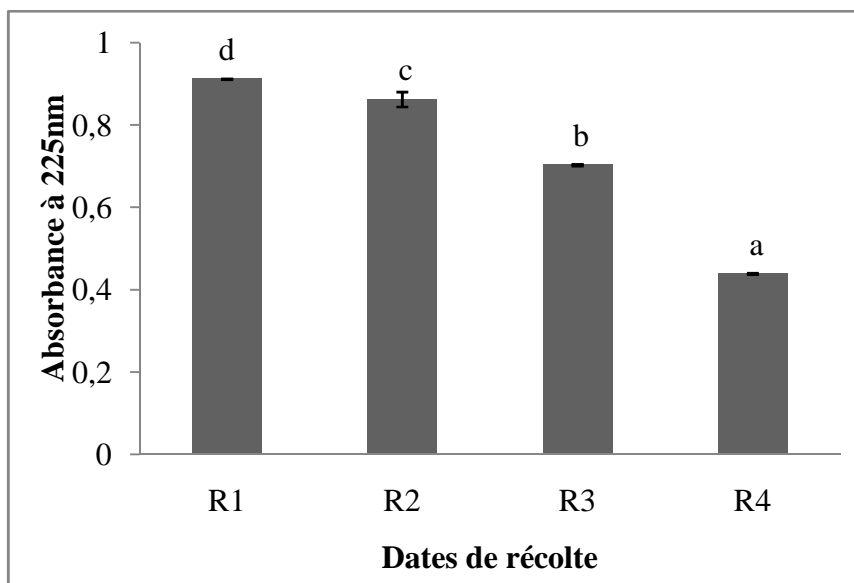


Figure 13 : Indice d'amertume des huiles issues des olives à différentes dates de récolte de la variété *Chemlal*.

*Les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ($p < 0,05$).

* Les barres verticales représentent les écarts-types avec $a < b < c < d$.

5. Test de Rancimat

La stabilité oxydative est un paramètre important en évaluant la qualité des corps gras, car elle donne une bonne évaluation de leur susceptibilité à la dégradation oxydative ; (Aparicio *et al.*, 1999).

Les courbes illustrées dans l'annexe 2 représentent les résultats de la stabilité à l'oxydation des huiles d'olives à différentes dates de récolte.

Tableau VI : Résultats de test rancimat

| Echantillons | Temps d'induction (heures) |
|--------------|-------------------------------|
| R1 | 39.01 |
| R2 | 43.52 |
| R3 | 42.20 |
| R4 | 29.53 |

A l'issue de ces résultats, nous pouvons dire que le processus d'oxydation se fait en deux périodes :

- La première : période d'induction ; se caractérise par une faible absorption de l'oxygène pendant laquelle les peroxydes se forment ;
- La deuxième : détérioration d'odeur et de flaveur ; se caractérise par une absorption rapide de l'oxygène pendant laquelle les peroxydes non seulement se forment mais se décomposent ensuite sous l'effet d'une température élevée. Au cours de cette période, se forment des produits tels que les aldéhydes, les cétones et les acides gras à chaîne courte. Ces substances sont à l'origine d'une altération de l'odeur et de la flaveur (Cheftel et Cheftel, 1977; Rahmani, 2007).

Le temps d'induction des huiles d'olives des différentes dates de récolte R1, R2, R3 et R4, sont respectivement équivalent à 39.01 h, 43.52 h, 42.20 h et 29.53h. De là, nous pouvons dire que dans la deuxième récolte présente la meilleure résistance à l'oxydation par rapport aux autres échantillons.

Bien que l'huile de la première récolte (R1) est plus riche en substances antioxydantes (polyphénols totaux, et caroténoïdes) avec un total (717,57 mg/kg) mais c'est l'huile issue des olives de la deuxième récolte qui présentent une meilleure stabilité. L'échantillon d'huiles

issues de la quatrième récolte (R4) présente le temps d'induction plus faible (29,53h) ceci peut être expliqué par sa faible teneur en antioxydants et ses acides gras insaturés.

En effet, cette huile se caractérise par l'acidité libre la plus élevée (0,21 mg/kg) apportant ainsi des substrats à l'oxydation (Frega *et al.*, 1999 ;Zanoni *et al.*, 2005 ;Paradiso *et al.*,2010).

Nos résultats sont en accords avec ceux de Matoes *et al.*,(2006).

Conclusion

Notre travail a été réalisé dans le but de faire une étude sur les caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive de la variété *Chemlal*, cultivées au niveau de la pépinière *I.T.A.F.V* (wilaya de Bejaia), à quatre dates de récolte.

Les résultats obtenus des analyses effectuées sur les olives des quatre stades de maturité indiquent que : la teneur en huile olive augmente au cours du processus de la maturation des olives. Le rendement le plus élevé est enregistré pour les olives de la quatrième récolte (39,70%).

La détermination des indices de qualité des huiles étudiées montrent que les valeurs obtenues d'acidité, d'indice de peroxyde et coefficients d'extinction spécifique (K_{232}) sont inférieures aux limites établies par le COI (2003) pour une huile d'olive extra vierge. Il est noté que les huiles issues des olives des deux premières récoltes présentent des coefficients K_{270} inférieurs à 0,25, ce qui nous mène à classer ces huiles dans la catégorie huile d'olive vierge fine. Pour ce qui est des huiles des deux dernières récoltes, les valeurs du coefficient K_{270} sont inférieures à 0,30, donc on peut classer ces échantillons d'huile dans la classe des huiles vierge courante.

La composition en acides gras, est influencée par le degré de maturité. L'acide oléique est l'acide gras, dominant de l'huile d'olive, toutes les huiles ont des proportions en acide oléique supérieures à 65% suivi par l'acide palmitique et linoléique. L'huile issue des olives récoltée en mois de janvier renferme le taux le plus élevé en acide oléique (66,89%).

Les teneurs en chlorophylles et en caroténoïdes diminuent considérablement au cours de la maturation des olives. Les huiles issues des olives de la première récolte présentent les teneurs en ces pigments les plus élevées.

Les résultats de la présente étude montrent également que les teneurs en polyphénols totaux diminuent au cours de la maturation. La teneur la plus élevée est enregistrée pour l'huile issue des olives récoltées en mois de décembre (715,31 mg/kg). Quant aux *ortho*-diphénols, le taux le plus important est noté pour l'huile issue des olives récoltées en de janvier (45,31 mg/kg).

La stabilité oxydative de nos échantillons montre que l'huile issue des olives récoltées en mois de janvier présente une meilleure résistance à l'oxydation par rapport aux autres échantillons (43,52h).

Au terme de cette étude, nous constatons que l'huile issue des olives récoltées en mois de janvier constitue une huile présentant une teneur importante en acide oléique ainsi qu'une meilleure stabilité oxydative vue sa richesse en antioxydants. Donc, pour obtenir des huiles de qualité, il est préférable de procéder à une récolte précoce et dans de bonnes conditions (cueillette à la main, temps réduit de stockage des olives...ect).

Et nous souhaitons ainsi que ce travail soit complété par d'autres analyses plus performantes tel que, dosage des stérols, composés volatils, analyse sensorielle, effet de stockage sur la qualité de l'huile d'olive ...ect.

A

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

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

Alais C., Linden G., and Miclo L. 2003. Lipides. In: Biochimie alimentaire. Ed Dunod. pp. 51-71.

Allalout A., Krichéne D., Methenni K., Taamali A., Ouselati I., Daoud D., Zarrouk M., 2009. Characterization of virgin olive oil from super Intensive Spanish and Greek varieties grown in northern Tunisia. *Scientia Horticulturae* 120:77-83.

Amirante P., Dugo G. and Gomez T. 2002. Influence of technological innovation in improving the quality of extra virgin olive oil. *Olivae*, 93 :34-42.

Amouretti C. and Comet G. 2000. Le livre de l'olivier. Edisud, 191.

Aparicio R., Roda L., Albi M. A. and Gutiérrez F., 1999. Effect of various compounds on virgin olive oil stability measured by rancimat. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, (47) : 4150–4155.

Assman A., and Wahburg U. 2000. Effet des composants mineurs de l'huile d'olive sur la santé. (2^{ème} partie)

B

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

Baccouri O., Cerretani L., Bendini A., Lercker G., Zarrouk M. and Daoud Ben Miled D. 2008b. Phenol content as correlated to antioxidant activity and gustative characteristics of

Tunisian monovarietal virgin olive oils. *La Rivista Italiana delle Sostanze Grasse*, 85 : 189–193.

Baccouri B., Ben Temine S., Campeol E., Cioni P.L., Daoud D. and Zarrouk M. 2007a. application of solid-phase microextraction to the analysis of volatile compounds in virgin olive oils from five new cultivars. *Food Chemistry*, 102(3): 850-856.

Bianchi . 1999. Extraction Systems and olive oil. *OCL*, 6: 49 - 55.

Beltran G., Paz Aguilera M., Del Rio C., Sanchez S. and Martinez L. 2005. Influence of fruit ripening process on the natural antioxidant content of *hojiblanca* virgin olive oils. *Food Chemistry*, 89:207-215.

Bendini A., Bonoli M., Cerretoni L., Bigguzi B. Lercker G. and Toschi T.G. 2003. Liquid-liquid and solid-phase extractions of phenols from virgin olive oil and their separation by chromatographic and electrophoretic methods. *Journal of chromatography A*. 985:425-433.

Boskou D. 1996. Olive oil: chemistry and technology. Champaign Illinois. American Oil Chemists Society, 69:552-556.

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.

Brenes M., Garcia A., Garcia P., Rios J.J. and Garrido A. 1999. Phenolic compounds in Spanish olive oils. *Journal of agricultural and Food Chemistry*, 47 : 3535-3539.

Bruni U., Cortesi N. and Fiorano P. 1994. Influence des techniques agronomiques, des cultivars et des zones d'origine sur les caractères de l'huile d'olive vierge et les niveaux de certains de ses composants « mineurs ». *Olivae*, 53 : 28-34.

Bouvier F. and Camara B. 2007. The role of plastids in ripening fruits. In. *The structure and Function of plastids*. Ed. Springer. PP. 419-432.

C

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., Chrétian P. 2006. De l'olivier à l'oléastre : origine et domestication de l'*Oléa Europaea* L. dans le bassin méditerranéen. Cahier d'études et de recherche francophone, Agriculture 15(4) : 32-36.

Çavusoglu A., Otkar 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.

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

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

Cerretani L., Bendini A., Del Caro A., Piga A., Vacca V., Caboni M.F. and Toschi T.G. 2006. Preliminary characterization of virgin olive oils obtained from different cultivars in Sardinia. *European Food Research Technology*, 222: 1251-1258.

Cerretani L., Motilva M-J., Romero M-P., Bendini A. and Lercker G. 2008. Pigment profile and chromatic parameters of monovarietal virgin olive oils from different Italian cultivars. *European Food Research Technology*, 226:1251-1258.

Chartzoulakis K.S. 2005. salinity and olive : Growth, salt tolerance, photosynthesis and yield. *Agricultural Water Management*, 78:108-12.

Cheftel J.C. and Cheftel H. 1977. In : « Oxydation des lipides ». Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. 1 : 303-331

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

Cimato A. 1990. Effect of agronomic factors on virgin olive oil quality. *Olivae*, 31: 20-31.

Clodoveo M., Delcuratolo D., Gomes T. et Colelli G. 2007. Effet de la différentes températures et atmosphères de stockage sur *Coratina* huile d'olive qualité. *Food Chemistry*, 102: 571-576.

C.O.I.1996 Analyse spectrophotométrique dans l'ultraviolet. Conseil Oléicole international : T20 : Doc 19 6juin 1996,Madrid.Espagne.

C.O.I.2003.Classification des huiles d'olives. Normes internationales applicables à l'huile d'olive et à l'huile de grignon d'olive. Conseil Oléicole International.

C.O.I.2003. Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. Conseil oléicole international, 5 décembre 2003COI/T.15/NC N° 3. 1

COI, Décembre 2004: Huile d'olive et santé.

Conde C., Dltrot S. and Gero's H. 2008. Physiological, biochemical and molecular changes occurring during olive development and ripening. *Journal of Plant Physiology*, 165: 1545-1562.

Criado M.N., Motilva M.J., Goni M. and Romero M.P. 2007. Comparative study of the effect of 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.

Cuhna S.S., Fernandes J.O. and oliveira M. B.P.P. 2006. Quantification of free and esterified sterols in Portuguese Olive of chromatography A. 1128:220-227.

D

De Faveri., Aliaklarian B., Avagadro M., Perego P. and Convertis A. 2008. Amélioration d'huile d'olive composés phénoliques contenus par le biais de formulations enzymatiques : *Biochemical Engineering Journal*, 41 : 149-156.

Dhifi W., Malaoui B., Zitoun B.et Marzouk B.2002. Influence du système d'extraction sur la quantité organoleptique de l'huile d'olive de Tunisie .*Riv.It.Sost. Grasse*, LXXIX ,245.249

Di Giovacchino L. 1991. L'extraction de l'huile d'olive par le système de la pression, de la centrifugation et de la percolation: incidence des techniques d'extraction sur les rendements en huile. *Olivae*, 36:14-40.

Douzane M.and Bellal M.M. 2005. contribution à la caractérisation des huiles de quelques variétés, populations d'olive algériennes : étude de quelques composés mineurs de la fraction insaponifiable. *Olivae*, 103. 33-41

Dugo G., Lo Turco V., Pollicino D., Mavrogeni E. and Pipitone F. 2004. Caractérisation d'huile d'olive vierges siciliennes. Variation qualitative des huiles des fruits des cultivars « *Biancillilla* », « *Nocellara del Belice* », « *Cerasuola* », « *Tonda Iblea* » et « *Crastu* » en fonction des technique et de l'époque de récolte des olives. *Olivae*, 101:44-52.

E

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

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

El Antari A., El Moudni A., and Ajana H. 2003a. Evolution comparative de la qualité et de la composition acide de l'huile d'olive chez quelques variétés méditerranéennes cultivées au Maroc. *Olivae*, 95 :20-28.

El Antari A., El Moudni H., Ajana H. and Cert A. 2003b. Etude de la composition lipidique de deux compartiments du fruit d'olive (pulpe et amande) de six variétés d'oliviers cultivées au Maroc. *Olivae*, 98 : 20-28.

Esti M., Ciquanta L. 1998 . phenolic compounds in different olive varieties *Agric. Food Chemistry*,46:1-32.

Esti M., Contini M., Moneta E., and Sinsio F. 2009. Phenolics compounds and temporal perception of bitterness and pungency in extra-virgin olive oils: Changes occurring throughout storage. *Food Chemistry*, 113: 1095-1100.

F

Famiani F.,Proietti P., Farinceli D. and Tompesi A. 2002. Oil quality in relation to olive ripening.*Acta Horticulturae*, 586,671-674.

Favati F., Caporale G. and Bertuccioli M. 1994. Rapid determination of phenol content in extra virgin olive oil. *Grasas Y Aceites*, 45 :68-70.

Fedeli E .1997. Technologie de la production et de la conservation de l'huile .in encyclopédie mondiale de l'olivier.Barcelne.Plaza.pp.253-273.

Frega N., Mozzon M.and Lercker G.1999. Effects of free fatty acids on oxidative stability of vegetable oil. Journal of American Oil Chemist's Society, 76, 325-329.

G

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 J.M., Sella S. and Perez-Camino C. 1996. Influence of fruit ripening on olive oil quality. Journal of Agricultural Food Chemistry,44:3516-3520.

Garcia J.M., Gutiérrez F., Castellano J.M., Perdiguero S., Morilla A. and Albi M.A. 1996.

Influence of storage temperature on fruit ripening and olive oil quality. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 44: 264-267.

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, α -tocopherol, β -carotene) in virgin olive oil. Food Chemistry, 78:207-211.

Gomez-Caravaca A.M., Cerratani L., Bendini A., Seguera-Carretero A., Fernandez-Gutierry A., Del Carlo M., Compagnone D., and Cechelli A. 2008. Effect of fly attack (*Bactrocera oleae*) on the phenolic profile and selected chemical parameters of olive oil. Journal of Agricultural Food Chemistry,56: 4577-4583.

Gomez-Rico A., Fregapane G. and Salvador M.D.2008. Effectof cultivar and ripening on minor components in Spanish olive fruits and their corresponding virgin olive oils. Food Research International, 41: 433-440.

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

Guirda D, Francesco S. 2005. Pigment composition in monovarietal virgin olive oils from various silician olive varieties. *Journal of Agricultural and Food chemistry*. 28:11-15.

Gutierrez F. and Izquierdo J.R.1994. Les critères de qualité applicable à l'huile d'olive : méthodes d'analyse physico-chimique et organoleptique. Cours international, 123-156.

Gutierrez F., Jimenez B., Ruiz A. and Albi M. A. 1999. Effect of olive ripeness on the oxidative stability of virgin olive oil extracted from the varieties picual and hojiblanca and on the different components involved. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47: 121-127.

J

Idrissi I.J., Rahmani M. and Souzi A.A. 2004. Essais de désamérisation biologique des olives de table à échelle industrielle. *Olivae*, 101 : 34-37.

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

ISO 660 ,1996. Corps gras d'origines animales et végétales d'acide et de l'acidité. Détermination de l'indice d'acide et d'acidité.

ISO Norme Internationale.2006. Méthode ISO 6886:2006 (F). Corps gras d'origines animale et végétale – détermination de la stabilité à l'oxydation (essai d'oxydation accéléré). Ed : 2.

J

Jacotot B.1993. L'huile d'olive de la gastronomie à la santé. Edition Artulen, 224p.

Jacotot B. 1997. Nutrition: intérêt nutritionnel de la consommation de l'huile d'olive. *Oléagineux, corps gras, lipides*, 5: 4-373.

Jacotot, B.2003 . Conférence internationale sur les bénéfices santé de l'alimentation méditerranéenne.Crète.05-08.

K

Kalua C.M, Allen M.S, Bedgood D.R. 2007.Olive oil volatile compounds, flavour development and quality: critical review. *Food chemistry*.**100**:273-286.

Kiralan M., Bayrak A .and Taha ozkaya M.2009. Oxidation Stability of Virgin Olive Oils from Some Important Cultivars in East Mediterranean Area in Turkey. *Journal of American Oil Chemists' Society*,**86**:247 -252.

Kiritsakis A. K. 1998. Composition de l'huile d'olive et son effet alimentaire et de santé. *Food and Nutrition press*. **502** : 6p

Kiritsakis A. K. 1998. Flavor components of olive oil - a review. *American Oil Chemists' Society*, **75**(6): 673-681.

Koutsaftakis A., Kotsifaki F. and Stefanoudaki E. 2000. La caractérisation des huiles d'olive vierges extra crétoises obtenues à partir de la variété *Koroneité*. Influence du site d'origine sur plusieurs paramètres chimiques. *Olivae*, **81**:20-25.

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

L

Lecoq R.1965.Manuel d'analyse alimentaire et expertises usuelles. Ed. Doin. Paris.

M

Mariani C , and fedeli E. 1993. La chromatographie en phase gazeuse pour l'analyse de l'huile d'olive oliveae, **45**, **34**, **39**.

Matos L.C., Pereira J.A., Amaral J.S., Cunha S.C., Andrade P.B., Seabra R.M. and Oliveira B.P.P. 2007a. Chemometric characterization of three varietal olive oils (Cvs. *Cobrancosa*, *Madural* and *Verdeal Transmontana*) extracted from olives with different maturation indices. *Food Chemistry*, **102**:976-983.

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., Amaral J.S., Cunha S.C., Andrade P.B., Seabra R.M. and Oliveira B.P.P. 2007a. Chemometric characterization of three varietal olive oils (Cvs. *Cobrançosa, Madural and Verdeal Transmontana*) extracted from olives with different maturation indices. *Food Chemistry*, 102:976-983.

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

Michaelakis N. 1992. L'amélioration de la qualité de l'huile d'olive en Grèce. Passé, présent et avenir. *Olivae*, 47 :24.

Minguez-Mosquera M.I., Gandul-Rojas B., Garrido-Fernandez J. and Gallardo-Guerrero L. 1990. Pigments present in virgin olive oil. *Journal of American Oil Chemistry Society*, 67(3) :192-196.

Morelló JR., Motilva MJ., Tovar MJ. and Romero MP. 2004. Changes in commercial virgin olive oil (cv *Arbequina*) during storage, with special emphasis on the phenolic fraction. *Food Chemistry*, 85:357-364.

O

Ollivier D, Boubault E, Pinatel C. 2004. Analyse de la fraction phénolique des huiles d'olive vierges. *Annales des falsifications, de l'expertise chimique et toxicologique*. N°965:169-196.

Oueslati I., Anniva C., Daoud D., Tsimidou M.Z and Zarrouk M. 2009. Virgin olive oil (VOO) production in Tunisia: The commercial potential of the major olive varieties from the arid Tataouine zone. *Food Chemistry*, 112:733-741.

Ollivier D, Boubault E, Pinatel C. 2004. Analyse de la fraction phénolique des huiles d'olive vierges. *Annales des falsifications, de l'expertise chimique et toxicologique*. N°965:169-196.

Owen R W, Spiegelhalter B, et Bartsch H.2000. Phenolic compounds and squalene in olive oils: the concentration and antioxidant potential of total secoiridoids, lignans and squalene. *Food and chemical Toxicology*. **38**: 647-559.

P

Papadopoulos and Boskou. 1991 : antioxydant effect of natural phenols on olive oil. *Journal of American oil chemist's society*; 68: 669-671.

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

Philips K.M., Ruggio D.M., Toivo J.I., Swank M.A. and Simpking A.H. 2002. Free and esterified stérol composition of edible oil and fats. *Journal of Food Composition and Analysis*, 15:123-142.

Piacquadia P., De Stefano G. and Sciancalepore V. 1998. Quality of virgin olive oil extracted with the new centrifugation system using a two-phase decanter. *Lipids*, 100: 472-74.

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

Psomiadou E. and Tsimidou M. 2002. Stability of virgin olive oil. Autoxidation studies. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 50:716-721.

R

Rahmani M. 1996. Critères d'évaluation de l'époque optimale de récolte des olives. 9^{ème} cour international sur l'amélioration de la qualité de l'huile d'olive, Espagne :1-8.

Rahmani M. 2007. Méthodes d'évaluation de la stabilité oxydative des lipides. *Les technologies de laboratoire*. 2 : 18-21.

Ranalli A., Tompesi A., Ferrante M.L. and De Mattia G. 1998. Respiratory rate of olive drupes during their ripening cycle and quality of oil extracted. *Journal of the Science of Food and Agriculture*,77:359-367.

Roca M. and Minguéz-Mosquera M.I. 2001. Changes in Chloroplast Pigments of Olive

Varieties during Fruit Ripening. *Journal Agricultural and Food Chemistry*, 49: 832-939.

Ruiz-Gutiérrez V, Morgado N, Parada J.L. 1998. Composition of human VLDL triacylglycerol after ingestion of olive oil and high oleic sunflower oil. *The Journal of Nutrition* .128:570-576.

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

Ryan D., Antolovich M., Prenzler P., Robards K. and Lavee S. 2002. Biotransformations of phenolic compounds in *Olea europaea L.* *Scientia Horticulturae*, 92: 147-176.

S

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.

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.

Sanchez Casas J.J., De Miguel Gordillo C and Marin Exposito J. 1999. La qualité de l'huile d'olive provenant de variétés cultivées en Estrémadure en fonction de la composition et de la maturation de l'olive. *Olivae*, 75 :31-36.

Soler Riva C., Espin J.C. and Wichers H.J. 2000. Oleuropein and related compounds. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 80 : 1013-1023.

T

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

Tanouti K., El Amrani A., Serghihini-Caid H., Khalid A., Bahetta Y., Benali A., Harkous M and Khair M. 2010. Caractérisation d'huile d'olive produites dans les cooperatives pilotes (*Lakaram et kenine*) au niveau du Maroc Oriental. *Les technologies de laboratoire*, 5(18) :18-26.

Taous J., and Remero A. Culture and location effects on olive oil quality in Catalonia. Spain ,*ACTA Horti* ,323-326.

Tuck K.L.et Hayball P.T .2002.Major phenolic compounds in olive oil: metabolism and health effect. *Journal of Nutritional Biochemistry*.**13**:636-644.

V

Veillet S.2010.Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : Entre tradition et innovation .thèse de doctorat en sciences de l'université d'Avignon et des pays de vaucluse.PP.-130.

Y

Yousfi K., Cert R.M. and Garcia J.M.2006. changes in quality and phenolic compounds of virgin olive oils during objectively described fruit maturation. *European Food Research Technology*, 233:117-124.

Z

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

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

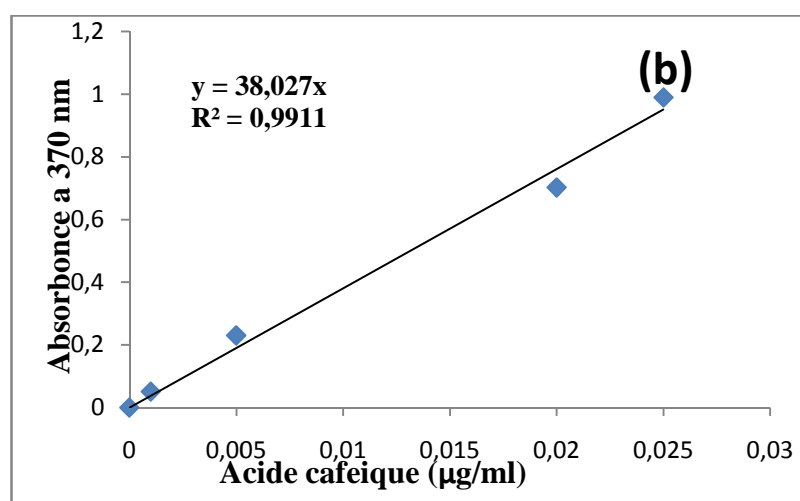
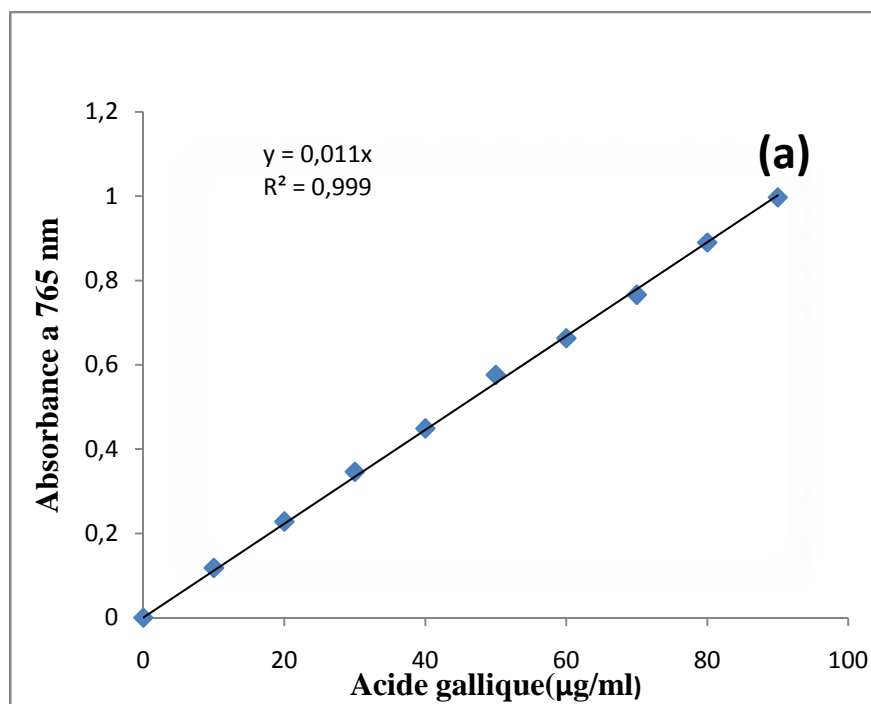
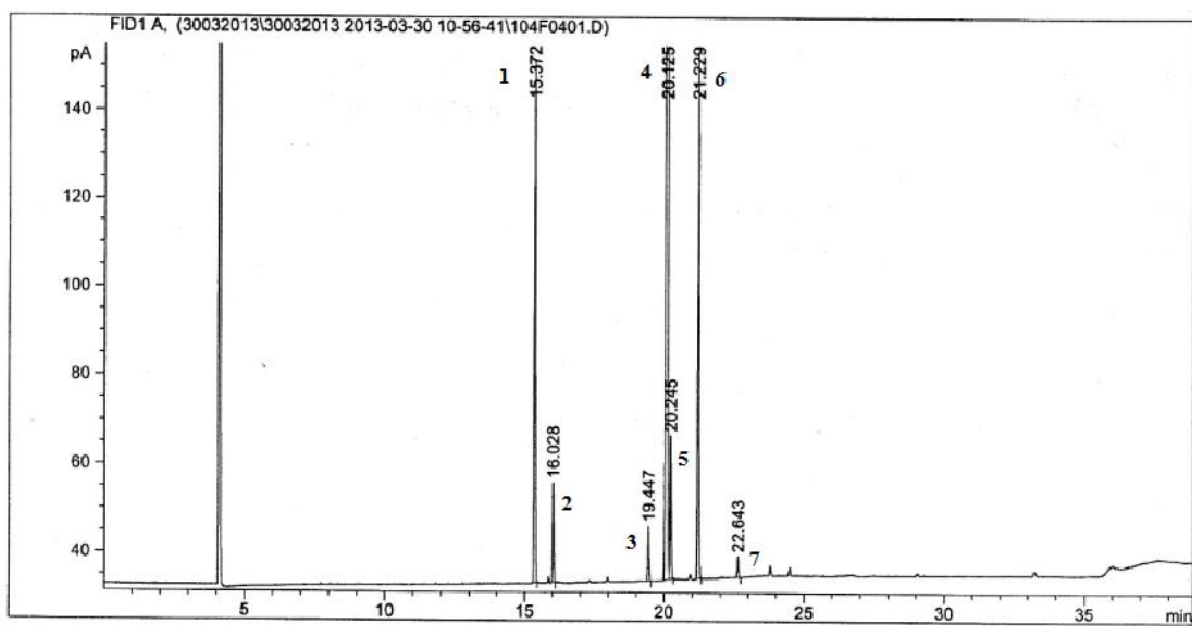


Figure 1 : Courbes d'étalonnage pour le dosage des composés phénoliques (a), des *ortho*-diphénols (b).



- | | |
|-------------------------|---------------------------|
| 1 : Acide palmitique ; | 5 : Acide oléique trans ; |
| 3 : Acide stéarique ; | 6 : Acide linoléique ; |
| 4 : Acide oléique cis ; | 7 : Acide linoléique ; |

Figure 2 : Chromatogramme des acides gras d'un échantillon d'huile d'olive de la variété *chemlal*.

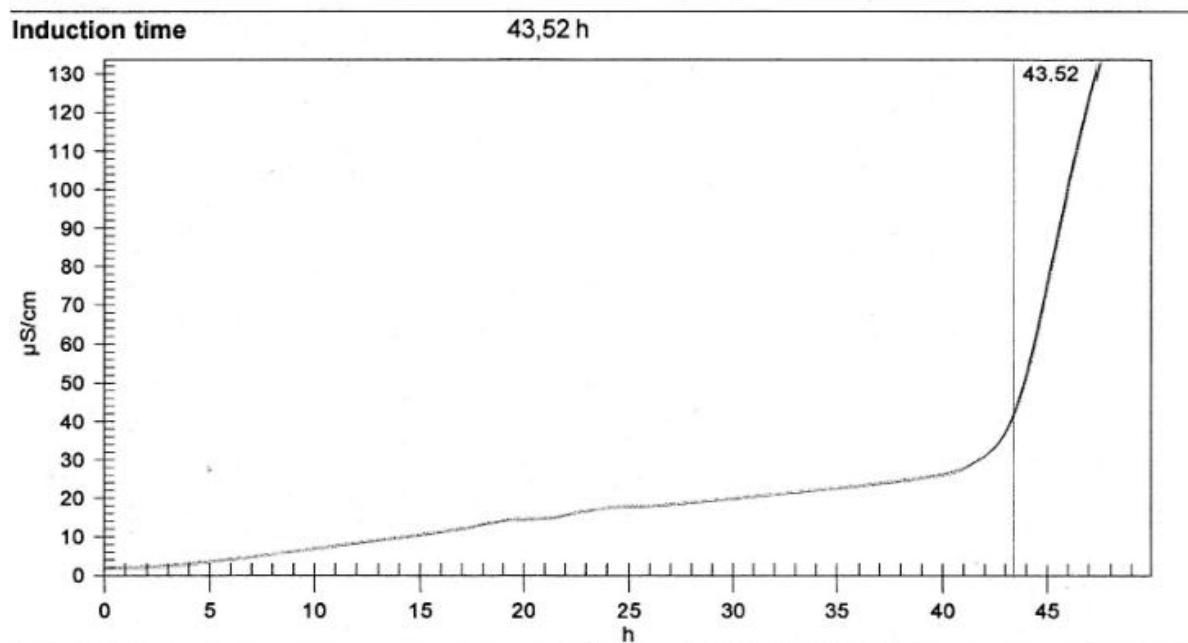


Figure 3 : Courbe de conductivité d'un échantillon d'huile d'olive de la variété *chemlal*.

Tableaux N° I : Coefficients de corrélation de la variété *Chemlal*.

| | Absorbance a 232 | Absorbance a270 | Acidité | Indice de peroxyde | Indice d'amertume | Indice de maturité | Teneur en huile | Polyphénols | Orth-diphénols | Chlorophylle | Caroténoïde |
|--------------------|------------------|-----------------|---------|--------------------|-------------------|--------------------|-----------------|-------------|----------------|--------------|-------------|
| Absorbance a 232 | 1,00 | | | | | | | | | | |
| Absorbance a270 | 0,49 | 1,00 | | | | | | | | | |
| Acidité | - 0,84 | - 0,58 | 1,00 | | | | | | | | |
| Indice de Peroxyde | - 0,95 | - 0,62 | 0,85 | 1,00 | | | | | | | |
| Indice d'Amertume | 0,65 | 0,10 | - 0,78 | - 0,64 | 1,00 | | | | | | |
| Indice de Maturité | - 0,89 | - 0,80 | 0,88 | 0,94 | - 0,51 | 1,00 | | | | | |
| Teneur en huile | - 0,88 | - 0,71 | 0,96 | 0,93 | - 0,65 | 0,96 | 1,00 | | | | |
| Polyphénols | 0,93 | 0,62 | - 0,94 | - 0,96 | 0,76 | - 0,94 | - 0,97 | 1,00 | | | |
| Orth-diphénols | 0,03 | - 0,34 | 0,46 | 0,00 | - 0,18 | 0,20 | 0,33 | - 0,17 | 1,00 | | |
| Chlorophylle | 0,81 | 0,74 | - 0,87 | - 0,86 | 0,48 | - 0,95 | - 0,93 | 0,89 | - 0,34 | 1,00 | |
| Caroténoïde | 0,91 | 0,53 | - 0,93 | - 0,94 | 0,79 | - 0,90 | - 0,93 | 0,98 | - 0,16 | 0,85 | 1,00 |

Les valeurs en rouge indiquent une corrélation significative ($p < 0,05$).

Tableau N°II : Résultats des différents paramètres mesurés au cours de la maturation.

| | Stades de maturation | | | |
|--|----------------------|-------------|-------------|-------------|
| | R1 | R2 | R3 | R4 |
| Indice de maturité | 3,67±0,13 | 4,63±0,06 | 5,24±0,10 | 6,59±0,10 |
| Rendement (%) | 29,14±0,22 | 33,75±0,62 | 36,81±0,53 | 39,70±0,21 |
| Acidité (% d'acide oléique) | 0,11±0,01 | 0,17±0,00 | 0,21±0,00 | 0,21±0,00 |
| Indice de peroxyde (meq d'O₂/Kg) | 0,54±0,05 | 0,75±0,13 | 1,63±0,16 | 2,24±0,24 |
| Absorbance à 232nm | 2,38±0,09 | 2,33±0,02 | 2,04±0,01 | 1,89±0,15 |
| Absorbance à 270nm | 0,23±0,01 | 0,25±0,00 | 0,27±0,01 | 0,28±0,01 |
| Chlorophylle (mg/Kg) | 2,61±0,18 | 1,96±0,11 | 1,87±0,09 | 1,21±0,03 |
| Caroténoïde (mg/Kg°) | 2,26±0,10 | 2,00±0,16 | 1,32±0,07 | 1,21±0,03 |
| Polyphénols (mg/Kg) | 715,31±14,41 | 658,55±0,90 | 544,14±4,50 | 507,50±1,37 |
| Ortho-diphénols (mg/Kg) | 35,85±1,81 | 45,31±0,40 | 41,54±0,00 | 44,70±1,31 |
| Indice d'amertume absorbance à 225nm | 0,91±0,00 | 0,86±0,02 | 0,70±0,00 | 0,44±0,00 |
| Rancimat | 39,01 | 43,52 | 42,20 | 29,53 |

Résumé

La présente étude a pour objectif d'évaluer les paramètres physicochimiques de l'huile de la variété *Chemlal* à quatre dates de récolte différentes et de déterminer la période optimale de récolte.

La composition en acide gras est influencée par le degré de maturité. Toutes les huiles ont des proportions en acide oléique supérieures à 65% dont l'huile issue des olives de la deuxième récolte renferme la teneur la plus élevée (66,89%). L'huile issue des olives de la première récolte est la plus riche en pigments (chlorophylles et caroténoïdes : 2.61 mg/kg et 2.26 mg/kg, respectivement) et en polyphénols totaux (715, 31 mg / kg); les teneurs en ces substances diminuent considérablement au cours de la maturation. Alors que la teneur la plus élevée en *ortho*-diphénols est enregistrée dans l'huile issue des olives de la deuxième récolte 45,31 mg / kg. Donc une récolte précoce permettrait de produire des huiles de qualité contenant des teneurs appréciables en antioxydants ainsi qu'une meilleure stabilité oxydative.

Mots clés : Huile d'olive; maturation; qualité; acides gras; pigments ; stabilité oxydative.

Abstract

The present study aims to evaluate physicochemical parameters of oil, variety *Chemlal*, on four different dates of harvest and to determine the optimal period of harvest.

The composition of fatty acid is influenced by the varieties and ripening periods. Oil resulting from olives of first harvest is richest in pigments (chlorophyll pigments and carotenoids with following values: 2.61 mg/kg and 2.26 mg/kg, respectively) and in total polyphenols (715, 31 mg / kg). Their content decreased significantly during ripening periods. Whereas the highest content of *ortho*-diphénols is recorded in the olive oil exit of the second harvest 45, 31 mg/kg. Therefore an early harvest would produce quality oils containing appreciable levels of antioxidants that improved oxidative stability.

Keywords: Olive oil, maturation, quality, fatty acids, pigments, oxidative stability.

Introduction

Synthèse bibliographique

CHAPITRE I
L'Olive et
L'huile d'olive

*CHAPITRE II effet
de la maturation des
olives sur les
caractéristiques de
l'huile d'olive*

Partie expérimentale

Matériel et Méthodes

Résultats
et
Discussion

Conclusion

*Références
Bibliographiques*

Annexes