

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Abderrahmane MIRA de Bejaia
Faculté de Science 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

**Evolution des caractéristiques physico-chimiques
des huiles au cours de la maturation des olives
(*Blanquette de Guelma et Chemlal*)**

Présenté par :

M^{elle} : Azzouz Djemaa

M^{elle} : Ibaliden Lynda

Membres du jury :

Président : M^{me} MAOUCHE N.

Promotrice : M^{me} TAFININE Z.

Co promotrice : M^{me} LEHOUCHE R.

Examinatrices : M^{me} ABDELFATEH L.
M^{me} MAMOU F.

2013/2014



Remerciements

Nous remercions tout d'abord Dieu, le tous puissant de nous avoir accordé santé, courage et foie. Au terme de ce travail nous tenons à exprimer nos remerciements et nos sincères gratitudees à notre promotrice M^{me} Tabinine Zina qui a dirigé ce travail et nous a fait bénéficier de son expérience et de ses conseils et à remercier notre co-promotrice M^{me} Lehouche Rahima, pour ses conseils, ses efforts et son soutien. Nos remerciements vont également : à M^{me} Maouche F. Pour l'honneur qu'elle nous fait de présider notre jury et à M^{me} Deflaoui L. et M^{me} Mamou d'avoir accepté d'examiner notre travail.





DEDICACE

Avec l'aide de dieu, le tout puissant ce travail est achevé, je le dédie à tous ceux qui me sont très chers.

A mes parents, ceux qu'il j'ai tant aimé avec beaucoup d'affection et que jamais je ne saurais m'exprimé quant à L'éducation qu'ils m'ont prodigué avec tous les moyens et au prix de tous les sacrifices qu'ils ont consentis à mon égard. Que dieu vous protège, une longue vie inchallah.

A mes frères : Kherrdine, Adelghani et sa femme Nacira et son petit-fils Adme.

A mes sœurs : Najete, Nabila, Souad, Sonia.

A mes tantes et oncles : Dalila, Zahra, Amer, Saleh.

A mon fiancé : Nadjime.

A mes amis : Lynda , Zohra, Fatima, Samira.

A mes copines de chambre : Kaka, Zozo, Meri, Wardouche, Leila et Samira.



DJEMAA



Dédicace

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 Hamid 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 Hassina qui m'a appris à être une femme, je la remercie pour sa

Confiance, ses sacrifices et son éducation réussite

A mes frères adorés Khaled, Nassim et Lyass

Que j'aime et à qui je souhaite une

Vie pleine de bonheur, de santé et de réussite.

A ma petite sœur adorable Mina

A mes grands parents paternel et maternel

A mes tantes et oncles

A mes cousines et cousins

A m binôme Djemaa

A toutes mes amies surtout Kari, sousou, Karima, Wacila, Djamila, Salima

A mes copines de chambre Sonia, Sissi, Nacira

A tous ceux qui me connaissent et à toute la promotion CQA 2013/2014.

LYNDA



Sommaire

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction 1

Synthèse bibliographique

Chapitre I : L'huile d'olive

1. Définition de l'huile d'olive	2
2. Catégories et dénomination de l'huile d'olive	2
3. Composition chimique de l'huile d'olive	3
3.1. Composés majeurs.....	3
3.1.1. Acide gras.....	3
3.2. Composés mineurs	3
3.2.1. Polyphénols	3
3.2.2. Tocophérols	4
3.2.3. Hydrocarbures	4
3.2.4. Pigments	4
4. Qualité de l'huile d'olive.....	5
4.1. Acidité	5
4.2. Indice de peroxyde	5
4.3. Absorbance en spectrophotométrie ultraviolette.....	5
5. Propriétés organoleptiques	6
6. Propriétés antioxydantes	6
7. Propriété biologiques.....	7
7.1. Prévention des maladies cardiovasculaires	7
7.2. Prévention du cancer	7
7.3. Prévention de l'arthrite.....	8

7.4. Prévention du vieillissement	8
7.5. Contribution au développement de l'enfant	8
7.6. Renforcement des os	8
Chapitre II : Effet de la maturation des olives sur les caractéristiques de l'huile	10
1. Processus de maturation	10
2. Evolution du poids des fruits.....	10
3. Evolution de la teneur en matière grasse dans l'huile d'olive	10
4. Evolution de la composition chimique de l'huile d'olive	10
4.1. Acide gras.....	11
4.2. Stérols.....	11
4.3. Pigments	11
4.4. Tocophérols	11
4.5. Composés phénoliques	11
5. Evolution des paramètres de qualité de l'huile	12
5.1. Acidité	12
5.2. Etat d'oxydation	12
5.3. Caractéristiques organoleptiques.....	12
6. Facteurs influençant le processus de maturation.....	13
6.1. Facteurs de l'environnement	13
6.1.1. Climat	13
6.1. 2. Sol.....	13
6.2. Ravageurs et maladies	13
6.3. Variété	14
6.4. Pratiques culturales	14

Partie expérimentale

Chapitre I: Matériel et méthodes.....	15
1. Matériel végétal.....	15

2. Date de récolte et d'extraction.....	15
3. Extraction de l'huile	15
4. Analyse effectuées sur les olives.....	15
4.1. Poids moyen des olives	16
4.2. Humidité des olives	16
4.3. Indice de maturité.....	16
4.4. Détermination de la teneur en huile des olives	16
5. Analyse effectuées sur l'huile d'olive	17
5.1. Acidité	17
5.2. Indice de peroxyde	18
5.3. Absorbance dans l'UV	18
5.4. Dosage des chlorophylles et des caroténoïdes	19
5.5. Extraction et dosage des polyphénols totaux	19
5.6. Dosage des <i>ortho</i> -diphénols	20
5.7. Indice d'amertume.....	20
6. Etude statistique	20
Chapitre II: Résultats et discussion	21
1. Analyses effectuées sur les olives	21
1.1. Poids des olives	21
1.2. Humidité des olives	22
1.3. Indice de maturité.....	23
1.4. Rendement en huile.....	23
2. Analyses effectuées sur l'huile.....	24
2.1. Acidité	24
2.2. Indice de peroxyde	25
2.3. Extinction dans les UV.....	26
2.4. Chlorophylles	27

2.5. Caroténoïdes	29
2.6. Polyphénols totaux	30
2.7. <i>Ortho</i> -diphénols	31
2.8. Indice d'amertume.....	32
Conclusion	33

Références bibliographiques

Annexes

Liste des tableaux

Tableaux I : Différentes catégories d'huile d'olive (COI, 2003).....2

Tableaux II : Dates de récolte et d'extraction des différents échantillons.....18

Liste des tableaux en annexe

Tableaux I : Caractéristiques des variétés d'olive

Tableaux II : Résultats des différents paramètres mesurés pour la variété *Blanquette de Guelma* au cours de la maturation.

Tableaux III : Résultats des différents paramètres mesurés pour la variété *Chemlal* au cours de la maturation.

Liste des figures

N°	Titre	Page
01	Stades de maturation de l'olive	10
02	Poids moyen des olives.	24
03	Humidité des olives.	25
04	Indice de maturité d'olives.	26
05	Teneur en huile des deux variétés d'olive.	27
06	Acidité des échantillons d'huile.	28
07	Indice de peroxyde des échantillons d'huile.	29
08	Absorbance dans l'UV à 232 des échantillons d'huile (a) et (b).	30
09	Teneur en chlorophylles des différents échantillons d'huile.	31
10	Teneur en caroténoïdes des différents échantillons d'huile.	32
11	Teneur en polyphénols totaux des différents échantillons d'huile.	33
12	Teneur en <i>ortho</i> -diphénols des différents échantillons d'huile.	34
13	Indice d'amertume des différents échantillons d'huile.	35

Liste des figures en annexes

Figure 01 : Courbes d'étalonnage pour le dosage des composés phénoliques totaux (a) et des *ortho*-diphénols (b).

Introduction

L'huile d'olive est un produit très polyvalent connue de longue date dans le bassin méditerranéen où de nombreuses générations lui ont trouvé des vertus incomparables dans les domaines de la santé et de l'alimentation. Elle est aujourd'hui largement appréciée dans le monde pour ses qualités nutritionnelles, ses effets bénéfiques sur la santé et ses caractères organoleptiques (CE, 2003). La qualité de l'huile et sa composition dépend d'un ensemble de facteurs intrinsèques et extrinsèques telles que : la variété, la région de provenance de l'olive, la récolte et ses modalités, le stockage des olives et les procédés d'extraction (Jacotot, 1994).

La qualité de l'huile varie en fonction du stade de maturation au moment de la cueillette des olives. En effet, la maturité est un critère variétal dont l'évolution dépend d'un ensemble de facteurs. Le degré de maturité affecte la teneur en composants volatils qui confèrent à l'huile ses caractéristiques sensorielles particulières, sa teneur en composés mineurs et sa composition en acide gras, essentiellement les acides palmitique, oléique et linoléique. C'est ainsi que les fruits récoltés précocement donnent une huile de très bonne qualité et très fruitée, ayant un faible degré d'acidité et une couleur vert-franc. Par contre, l'huile obtenue à partir d'olives récoltées à une date plus tardive à une acidité légèrement plus élevée, présente une couleur jaune-pale, elle n'est pas fruitée mais plutôt douce et parfois elle a un goût sec ou même de moisi (Kammoun et *al.*, 1999).

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 portant sur la composition de l'huile d'olive, ainsi que l'évolution des caractéristiques et de la composition de l'huile au cours de la maturation des fruits.

Une partie expérimentale consacrée à la détermination des indices de qualité de l'huile d'olive, de la teneur en pigments (caroténoïdes, chlorophylles) ainsi que la teneur en composés phénoliques et *ortho*-diphénol des échantillons d'huile de deux variétés *Blanquette de Guelma* et *Chemlal* à quatre stades de maturation (vert, vert tacheté, violet, noir).

*Synthèse
bibliographique*

CHAPITRE I :

L'HUILE D'OLIVE

1. Définition de l'huile d'olive

Selon le conseil oléicole Internationale (2003), l'huile d'olive est une huile obtenue à partir du fruit de l'olivier par des procédés physiques sans intervention de solvant, à l'exclusion des huiles obtenues par extraction avec des solvants ou par n'importe quel mélange avec d'autres types d'huiles. A la différence des autres huiles végétales, l'huile d'olive ne requiert aucune étape de raffinage ni aucune transformation chimique.

2. Catégories et dénomination de l'huile d'olive

Une huile d'olive ne peut être obtenue que par des procédés physiques sans intervention des solvants. Cette définition est cependant incomplète et d'autres critères permettent de diviser les huiles en différentes sous-catégories.

Tableau I : Différentes catégories d'huile d'olive (COI, 2003).

Catégorie	Acidité (%)	Indice de peroxyde (meq O ₂ /Kg)	Extinction spécifique dans les UV			Caractéristiques organoleptiques	
			270nm	ΔK	232nm	Médiane du défaut	Médiane du fruité
1-Huile d'olive vierge extra	≤ 0,8	≤ 20	≤ 0,22	≤ 0,01	≤ 2,5	Me = 0	Me > 0
2-huile d'olive vierge fine	≤ 2,0	≤ 20	≤ 0,25	≤ 0,01	≤ 2,6	0 < Me ≤ 2,5	Me > 0
3-Huile d'olive vierge courante	≤ 3,3	≤ 20	≤ 0,3	≤ 0,01	–	2,5 < Me ≤ 6	–
4-Huile d'olive vierge lampante	> 3,3	Non limité	–	–	–	Me > 6	–

3. Composition chimique de l'huile d'olive

L'huile d'olive est composée de 98% à 99% de triglycérides (triacylglycérols). Elle contient également des acides gras libres, leur proportion est variable et dépend de l'ampleur de l'hydrolyse des triglycérides, Par ailleurs la composition en acides gras de l'huile d'olive varie selon la variété, les conditions climatiques et l'endroit de production. L'huile d'olive contient une proportion élevée en acides gras monoinsaturés (72%). Tandis que les acides gras polyinsaturés et saturés sont présents avec un pourcentage de 14% chacun (Barjol, 2013). Elle contient également des composants mineurs avec des propriétés biologiques importantes. Ainsi, la fraction non saponifiable de l'huile d'olive contient des composés fortement bioactifs qui sont présents à des concentrations mineures (Perona et Botham, 2013).

3.1. Composés majeurs (Saponifiables)

3.1.1. Acides gras

Selon Benlimlih et Ghanam. (2012), les acides gras présents dans l'huile d'olive sont: les acides palmitiques, palmitoléique, stéarique, oléique, linoléique, linoléique, myristique. Les heptadécanoïque et eicosanoïque se trouvent en quantités infimes. Scania *et al.* (1999) ont détecté des traces d'acides 11-cis-vaccénique et éicosénoïque dans l'huile d'olive.

3.2. Composés mineurs (Insaponifiables)

3.2.1. Polyphénols

Ce terme « polyphénol » est utilisé dans la littérature pour définir les substances qui possèdent un noyau benzénique portant un ou plusieurs groupements hydroxyle, y compris leurs dérivés fonctionnels (Harbon, 1989). Selon Ollivier *et al.* (2004), l'huile d'olive vierge est riche en composés phénoliques appartenant à diverses familles: (phénols et hydroxyphénols, acides et alcools phénoliques, sécoiridoïdes, lignanes, flavonoïdes,). Le contenu de l'huile en ces composés est influencé par la variété, l'endroit, le degré de maturité et le type de procédé d'extraction employé (Esti, 1998). Les polyphénols sont très importants pour la stabilité de l'huile d'olive (Mriacha *et al.*, 2010). Certains leur confèrent une saveur amère et une sensation de piquant comme l'oleuropéine et le ligstroside (Ollivier *et al.*, 2004).

3.2.2. Tocophérols

La vitamine E est le terme générique utilisé pour désigner les différents tocophérols qui se distinguent entre eux par le nombre et la position des groupements méthyles fixés sur le noyau aromatique. L'huile d'olive contient des tocophérols α , β , γ , δ . L' α -tocophérol est majoritaire

à plus de 88% avec une teneur moyenne d'environ 12 à 15mg/100g. Cette quantité dépend de la variété de l'olive, leur maturité, les conditions et la durée de la conservation, le transport et le procédé de traitement du fruit (Benabid, 2009).

3.2.3. Hydrocarbures

Deux hydrocarbures sont présents en quantités importantes dans l'huile d'olive, le squalène et le β -carotène. Le squalène est le métabolite précédant la formation du noyau des stérols. Sa présence est considérée comme partiellement responsable des effets bénéfiques de l'huile d'olive sur la santé et de son action chimio-préventive contre certains cancers (Smith *et al.*, 1998). Il est le constituant majeur de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive et représente plus de 90 % des hydrocarbures. Sa concentration est entre 200 à 7500 mg par Kg d'huile (Perrin, 1992). Cette quantité dépend du cultivar et de la méthode d'extraction de l'huile, de plus, elle est considérablement réduite au cours du processus de raffinage. La variation des concentrations peut être partiellement due aux différentes méthodes d'analyse utilisées. La fraction d'hydrocarbures de l'huile d'olive vierge contient aussi des diterpènes et des triterpènes, des polyoléfinés isoprénoidaux et des n-paraffines (Benlemlih et Ghanam, 2012).

3.2.4. Pigments

La couleur de l'huile d'olive est le résultat des teintes vertes et jaunes en raison de la présence des chlorophylles et des caroténoïdes, respectivement. Elle est influencée par le cultivar de l'olive, l'indice de maturation et la zone de production. Par conséquent, la couleur est considérée comme un indice de qualité. Les chlorophylles perdent leurs ions magnésium et se transforment en phéophytines qui sont des pigments verts olive jaunâtres. Parmi ces derniers, la phéophytine α est prédominante (Benlemlih et Ghanam, 2012).

4. Qualité de l'huile d'olive

4.1. Acidité

Sa mesure rend compte de l'altération hydrolytique et concerne principalement la matière première, l'olive. Lorsque le fruit atteint le stade de maturité, les triglycérides subissent une hydrolyse naturelle qui s'accroît avec le temps. Ce phénomène peut être amplifié par de mauvaises conditions de croissance (parasitisme du fruit), de récolte ou de stockage des olives. Ces phénomènes entraînent des lyses cellulaires dans la pulpe des olives et par conséquent provoquent la mise en contact de l'huile, initialement contenue dans les vacuoles, avec les enzymes et l'eau du cytoplasme. Cela conduit alors à la présence

anormalement élevée d'acides gras libres et donnant à terme des arômes désagréables à l'huile (Leroy, 2011)

4.2. Indice de peroxyde

Cet indice renseigne sur l'état d'oxydation de l'huile d'olive. L'autoxydation résulte de la réaction des lipides et de l'oxygène atmosphérique, aboutissant à terme à une altération du goût et de l'odeur de l'huile. Cette réaction est très lente, et les premières molécules de dégradation apparaissant sont des peroxydes. Ces molécules instables vont se décomposer par la suite en une série de produits, notamment des mélanges d'aldéhydes volatils (Lorey, 2011).

4.3. L'absorbance en spectrophotométrie ultraviolette

La détermination des coefficients d'extinction spécifiques dans l'ultraviolet pour une solution d'huile à 1 % apparaît comme un des plus sûrs moyens de caractériser l'état d'oxydation de l'huile d'olive. Les hydroperoxydes peuvent être appréciés par leur absorption spectrophotométrique dans la zone UV aux environs de 232 nm (Kiritsakis *et al.*, 2002). Ces peroxydes évoluent avec le temps et donnent lieu à la formation de produits divers tels que les cétones insaturés et les dicétones qui absorbent dans la zone UV vers 270 nm. Le degré et le stade d'oxydation d'une huile peuvent donc être évalués par des coefficients d'absorption de la lumière dans l'ultraviolet appelés absorbances spécifiques K_{232} et K_{270} (Boskou, 1996). Signalons que le raffinage des huiles d'olive provoque, par migration des doubles liaisons le long de la chaîne grasse, la formation de systèmes conjugués (triènes conjugués) qui absorbent également à la longueur d'onde de 270 nm. Les systèmes conjugués ont, cependant, un spectre UV qui comporte, en plus de la bande d'absorption à 270 nm, deux autres bandes d'absorption situées respectivement à 266 et à 274 nm; ces dernières sont utilisées pour distinguer entre l'absorption due aux produits d'oxydation et celle due aux systèmes conjugués (Kiritsakis *et al.*, 2002). L'indice de peroxyde et les absorbances dans l'UV sont significatifs de l'auto-oxydation de l'huile, ceci pouvant tenir à une matière première de qualité inférieure (olives piquées), un processus de fabrication défectueux, un stockage inadapté ou prolongé (Mordert *et al.*, 1997).

5. Propriétés organoleptiques

Les composés volatiles qui se développent au cours des procédés de fabrication de l'huile et puis pendant son stockage sont capables de modifier l'odeur et les saveurs de l'huile. Les attributs sensoriels d'une huile ont été classés en deux catégories : les attributs positifs et les défauts. Il existe 03 grands attributs positifs :

Amer : il est défini comme le goût caractéristique de l'huile obtenue d'olive vertes ou au stade de la véraison, perçu par les papilles caliciformes.

Fruité : ensemble des sensations olfactives caractéristiques de l'huile, dépendant de la variété des olives provenant de fruit sains et frais, perçues par voie directe ou rétro nasale. Le fruité vert correspond aux caractéristiques rappelant les fruits verts à l'inverse du fruit mur qui témoigne d'une récolte plus tardive des olives.

Piquant : sensation tactile de picotement, caractéristique des huiles produites au début de campagne, principalement à partir des olives encore vertes, pouvant être perçue dans toute la cavité buccale, en particulier dans la gorge.

Les principaux défauts sont :

chômé/ lies : flaveur caractéristique de l'huile stockée dans des conditions telles qu'elles se trouvent dans un état avancé de fermentation anaérobie, ou de l'huile restée en contact avec les boues.

Moisi / humide : flaveur caractéristique d'une huile obtenue d'olives attaquées par des moisissures et des levures par suite d'un stockage des fruits pendant plusieurs jours dans l'humidité.

Vineux/vinaigré ou acide/aigre : saveurs caractéristiques de certaines huiles rappelant le vin ou le vinaigre. Cette flaveur est due fondamentalement à un processus de fermentation aérobie des olives ou des restes de pâte d'olive qui donne lieu à la formation d'acide acétique, d'acétate d'éthyle et d'éthanol.

Métallique : flaveur qui rappelle les métaux. Elle est caractéristique de l'huile qui a demeuré longtemps en contact avec des surfaces métalliques, au cours du procédé de broyage, de malaxage et de stockage.

Rance : flaveur des huiles ayant subi un processus d'oxydation intense (Veillet, 2010).

6. Propriétés antioxydantes

Un antioxydant peut être défini comme étant toute substance qui, lorsque elle est présente à de faibles concentrations par rapport à celle d'un substrat oxydable, retarde considérablement ou empêche l'oxydation de ce substrat (Haiwell *et al.*, 1999). Les composés phénoliques de l'huile d'olive vierge ont des propriétés antioxydantes qui réduisent les risques de maladies cardiovasculaires, ceci varie pour les *ortho*-diphénols surtout comme l'hydroxytyrosol et l'oléuropéine aglycone (Ollivier *et al.*, 2004).

Les propriétés antioxydantes des *ortho*-diphénols sont dues à leur capacité à former une liaison hydrogène intramoléculaire entre l'hydrogène libre du groupement hydroxy et l'hydroxyle du radical phenoxy pour conduire à la formation d'une quinone (Ollivier *et al.*, 2004). Keceli et Gordon. (2001) ont comparé l'activité antioxydant de l' α -tocophérol et des composés phénoliques extraits à partir d'olives et d'huile d'olive au fil du temps. Il a été démontré que dans les premières 15 minutes, l'activité de l' α -tocophérol a été plus élevée, mais elle chute rapidement. L'extrait d'olives et d'huile d'olive continuent à réduire plus lentement la concentration des radicaux ; après 60 minutes de réaction, les extraits d'olive et d'huile d'olive ont été beaucoup plus actifs que l' α -tocophérol. Cette activité s'étend jusqu'au 6^{ème} jour.

7. Propriétés biologiques

L'huile d'olive est un produit ancestral largement reconnu pour ses effets bénéfiques sur la santé humaine. Sa consommation a été associée à une faible incidence de maladies cardiovasculaires, neurologiques et cancéreuses. Ces bienfaits ont été attribués aux éléments nutritifs et fonctionnels que l'on retrouve dans l'huile tels que l'acide linoléique, les vitamines et les antioxydants naturel (Matos *et al.*, 2007).

7.1. Prévention des maladies cardiovasculaires

La plupart des acides gras contenus dans l'olive et l'huile d'olive sont mono-insaturés. Ces deux produits ne contiennent pas de cholestérol. Par conséquent, l'huile d'olive n'augmente pas le taux de cholestérol mais au contraire en contrôle le taux. Pour cet intérêt, elle est recommandée pour les patients souffrant de maladie cardiovasculaire (maladies cardiaques et artérielles) puisqu'elle réduit le taux du mauvais cholestérol LDL (Lipoprotéines à basse densité) dans la circulation sanguine et augmente celui du cholestérol utile pour l'organisme HDL (Lipoprotéines à haute densité) (Harun, 2009). L'acide oléique réduit particulièrement le taux du cholestérol total et le LDL responsable de la formation de l'athérosclérose et augmente le HDL (Perez-Jimenez *et al.*, 2007). Il normalise également les paramètres membranaires détériorés en cas d'hypertension, en améliorant la fluidité membranaire et l'expression de protéines impliquées dans la régulation de la pression artérielle (Perona *et al.*, 2010).

7.2. Prévention du cancer

Des recherches ont montré que les femmes qui consomment une quantité élevée de graisses mono-insaturées ont un risque moins élevé de développer un cancer du sein (Anonyme, 1998). Une étude par l'Université d'Oxford a montré que l'huile d'olive a un effet

protecteur contre le cancer des intestins. En effet, l'huile d'olive réagit avec l'acide gastrique afin d'empêcher le développement d'un cancer des intestins. Au même moment, des chercheurs de cette même université ont réussi à établir que l'huile d'olive réduit le niveau de bile et augmente celui de la DAO (la diamine oxydase) (Anonyme, 1999).

7.3. Prévention de l'arthrite

Selon les rapports trouvés par Harun. (2009), les personnes qui consomment une grande quantité d'huile d'olive et de légumes cuisinés présenteraient un risque moins élevé de souffrir d'arthrite rhumatoïde, une maladie chronique des articulations.

7.4. Prévention du vieillissement

Etant donné que les vitamines contenues dans l'huile d'olive ont un effet de renouvellement sur les cellules, ils sont utilisés aussi dans le traitement des plus âgés, aussi bien que pour nourrir et protéger la peau. En effet, l'huile d'olive est riche en vitamine E, qui élimine les radicaux libres responsables de la destruction des cellules dans corps humain et provoquent ainsi le vieillissement (Harun, 2009).

7.5. Contribution aux développements de l'enfant

L'huile d'olive possède un composé polyinsaturé équilibré à un niveau similaire à celui du lait humain. L'huile d'olive est une source suffisante en acides gras, qui ne peuvent être produits par le corps mais qui sont essentiels pour celui-ci. Ces facteurs font de l'huile d'olive un aliment très important pour les nouveau-nés (Mercola, 2000). Etant donné qu'il contribue au développement naturel du cerveau du bébé ainsi que du système nerveux avant et après la naissance, l'huile d'olive est la seule huile recommandée à la mère par les experts. Tout en contenant des taux similaires d'acide linoléique que le lait maternel, lorsque l'huile d'olive est ajoutée à du lait de vache, sans graisse, elle devient une source de nourriture naturelle comme le lait maternel lui-même (Mercola, 2000).

7.6. Renforcement des os

Les vitamines E, A, D et K contenues dans l'huile d'olive sont particulièrement importantes car elles favorisent le développement des os chez l'adulte et l'enfant, et aident au renforcement des os à travers la fixation du calcium. Elle est aussi recommandée aux personnes âgées car facilement digérée et via les minéraux qu'elle contient et aide à l'utilisation des vitamines par l'organisme. Elle empêche aussi la perte en calcium en stimulant la minéralisation des os. Ces derniers sont le siège de la structure minérale de l'organisme et l'absence d'accumulation minérale dans les os peut entraîner des

complications très sérieuses tel le ramollissement des os. L'huile d'olive est, à cet égard, une source de bienfaits pour le squelette (Harun, 2009).

CHAPITRE II :

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

1. Processus de maturation

Joseph *et al.* (1989) considèrent qu'il ya trois phases dans la vie du fruit d'olive : une phase de croissance, une phase verte et une phase noire de maturation (figure 01). Cette maturation de l'olive est un lent et long processus qui dure plusieurs mois et varie selon la latitude, la variété, la disponibilité en eau, la température et les pratiques culturales (Ghanam et Benmlih , 2012). Durant ce processus, l'activité photosynthétique diminue et les concentrations des colorants de chloroplaste, chlorophylles et caroténoïdes, diminuent progressivement. À la fin du procédé de maturation, la couleur violette ou pourpre du fruit d'olive est due à la formation des anthocyanines (Motilva et Romero, 2010).

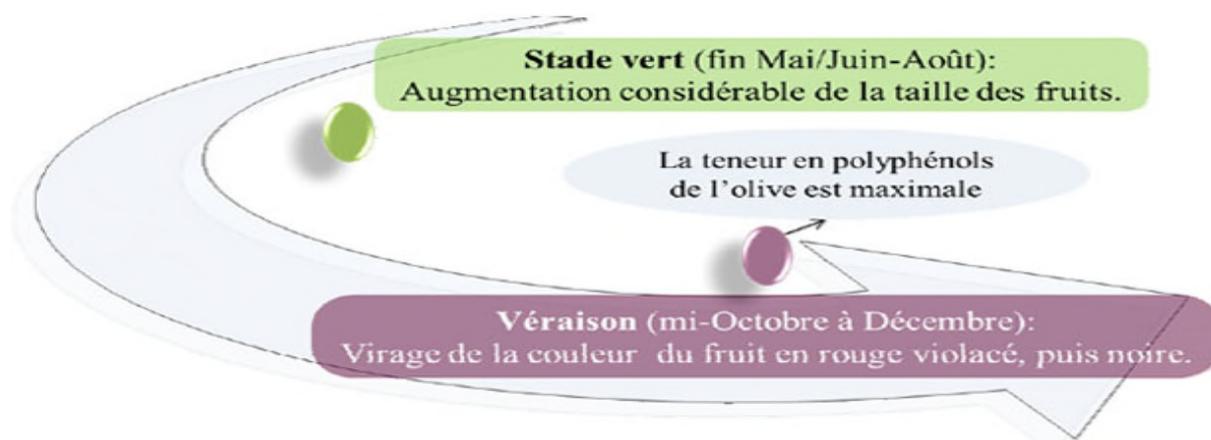


Figure 01 : Stades de maturation de l'olive (Ghanam et Benmlih, 2012).

2. Evolution du poids des fruits

L'évolution du poids montre d'abord une augmentation au cours du développement, ensuite une diminution durant la maturation (El Antari *et al.*, 2003a). Cette augmentation du poids du fruit est remarquable au cours des différentes phases jusqu'à octobre ou mi-novembre. Ensuite, le poids du fruit commence à diminuer, essentiellement en raison de la perte d'humidité (Ghanam et Benmlih, 2012).

3. Evolution de la teneur en matière grasse dans l'olive

Le phénomène d'accumulation des lipides au cours de la maturation des olives est accompagné d'une augmentation de l'insaturation suite à une baisse des taux des acides gras saturés en faveur des acides gras mono et polyinsaturés (Kamoune *et al.*, 1999). Les variations dans la composition en acides gras de l'huile d'olive dépendent essentiellement des variétés mais également du climat, de la latitude et du degré de maturation (Vossen, 2013).

4. Evolution de la composition chimique de l'huile d'olive

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

4.1. Acides gras

Au début de la maturité des olives, l'huile présente des teneurs faibles en acide oléique. Selon Tamendjari *et al.* (2004) qui ont travaillé sur la variété *Chemlal*, ces teneurs augmentent au fur et à mesure de la maturité des olives. Les acides palmitique, 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).

4.2. 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 (Caseilli *et al.*, 1993; El Antari *et al.*, 2000). Cette chute est compensée 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).

4.3. 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 (Gaselli *et al.*, 1993; El Antari *et al.*, 2000). La chute est tellement importante que leur concentration tendent vers 0 mg /kg dans l'huile issue des olives noires (Cichelli et pertesana, 2004 ; Beltran *et al.*, 2005). 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 100mg/Kg (Cichelli et Pertesana, 2004).

4.4. Tocophérols

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

4.5. Composés 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).

D'après les résultats obtenus par Cerretani *et al.*, (2004), les concentrations en polyphénols varient de 400 à 600mg/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.

5. Evolution des paramètres de qualité de l'huile

5.1. Acidité

A la maturité, un équilibre entre les acides gras combinés sous forme de triglycérides et les acides gras libres s'établit (Haddad et Charrouf, 2011). Dans le cas des olives mûres et saines, cette acidité dépend des variétés et des conditions pédoclimatiques mais reste généralement inférieure à 1% (exprimée en acide oléique) (Hachimi et Soulhi, 2002). Cette libération évolue progressivement avec l'accumulation des lipides et l'intégration de leurs acides gras constitutifs au cours de la maturation des olives (Kamoune *et al.*, 1999). En effet, en maturité avancée, les barrières cellulaires internes du fruit deviennent moins résistantes, ce qui favorise le contact entre les enzymes et le substrat (triglycérides) (El Antari *et al.*, 2002).

5.2. Etat d'oxydation

La stabilité oxydative est un paramètre important pour l'évaluation de la qualité de l'huile d'olive. Elle se définit comme étant le temps nécessaire pour que l'huile d'olive commence à présenter des symptômes de rancissement suite à l'oxydation accélérée des acides gras insaturés (Benhassin *et al.*, 2010). Le taux de ces réactions est affecté par un facteur principal, la présence de l'oxygène dans l'air, qui cause la détérioration de la qualité de l'huile (Morales et Przybylski, 2013). 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; Beltran *et al.*, 2005)

5.3. Caractéristiques organoleptiques

Pour une qualité de l'huile d'olive maximale, la maturité organoleptique est le critère qui devient prioritaire. La période de récolte sera centrée sur l'huile présente le profil organoleptique le plus avantageux (Pinatel, 1999). Les caractéristiques négatives que l'huile d'olive est susceptible d'acquies pendant la maturation sont :

Terre : flaveur d'une huile obtenue à partir d'olives ramassées à terre, non lavées, terreuses ou boueuses. dans certains cas, l'huile est aromatisé au goût de moisi (Michelakis, 1992).

Ver : flaveur d'une huile obtenue à partir d'olives ayant subi, une forte attaque de mouches de l'olive (Dominique et Illustration ; 2006).

Sec : gout caractéristique de fruit très sec ou meurtris par le gel (Michelaks, 1992).

Rêche : goût caractéristique des huiles d'olive vertes, pas encore mures (Michelaks, 1992).

6. Facteurs influençant le processus de maturation

6.1. Facteur de l'environnement

6.1.1. Climat

La culture de l'olivier est une culture très sensible aux températures hivernales inférieures à 0°C, et même pour des températures inférieures à 10°C qui contribuent à l'arrêt du processus de fécondation pendant le période de floraison (Anonyme, 2006).

Demnati (2008) a pu démontrer que la composition en acides gras insaturés, et principalement en acide linoléique, augmentait avec la diminution de la température. Motilva *et al.*, 2010) ont trouvé que la basse altitude avec des hautes températures peuvent augmenter la polyinsaturation accrue de l'huile avec un bas pourcentage d'acide oléique. Dans des climats semblables, il n'y a presque aucune différence dans le profil d'acide gras en huiles produites à partir du même cultivar (Vossen, 2013).

6.1.2. Le sol

L'influence du sol sur la qualité de l'huile d'olive est un phénomène complexe : la nature du sol, le pH et la composition chimique peuvent influencer sur la qualité de l'huile. Ainsi, des terres grasses produisent des huiles moins aromatiques que les terres maigres. De plus, les huiles provenant des sols calcaires ont une acidité plus basse que celles des sols argileux (Demnati, 2008). L'olivier pousse mal dans les sols argileux (40%) à cause de l'asphyxie que subissent les racines qui engendrent un dessèchement des racines et les oliviers souffrent par la suite d'un manque d'eau (Anonyme, 2006).

6.2. Ravageurs et maladies

Les dégâts causés par les ravageurs et les maladies peuvent être estimés à près de 15% de la production oléicole mondiale. Ces dégâts concernent aussi bien les olives destinées à la trituration que celles destinées à l'élaboration des olives de table (Rahmani, 1999). La mouche de l'olive reste le ravageur le plus préoccupant dans l'oléiculture. Elle s'établit sur l'olivier cultivé et sauvage. *Eubyllura olivina* est un ravageur fréquent et spécifique de l'olivier dans tous les pays méditerranéens. Ses dégâts se manifestent essentiellement au printemps et sont causés par les larves les plus âgées qui entravent la fécondation des grappes florales en absorbant avidement la sève des organes

attaqués (Hmimina, 2009). L'Œil de paou est une maladie de l'olivier quand les conditions climatiques (humidité relativement élevée) permettent le développement du champignon, on assiste à une chute précoce des fruits. *Glocosporuim olivarum d'Aln* ce champignon qui sévit surtout dans les régions littorales de la méditerranée. Il pénètre dans les fruits dès le stade vert, et y cause des altérations quantitatives soit par un dessèchement des fruits avec une perte dans la production des olives. Les fruits infestés par ce champignon donnant lieu à des huiles très acide (Rahmani, 1999).

6.3. Variété

L'introduction variétale est une technique très utilisée dans les pays oléicoles méditerranéens car elle permet d'abrèger les phases préliminaires de l'obtention de nouvelles variétés (Boulouha, 2002). Les ressources génétiques de l'olivier sont au commencement représenté par les variétés cultivées dans le monde (Rallo, 2002). La quantité de variabilité vue dans la composition et les propriétés de différentes huiles d'olive est une interaction complexe entre l'environnement, les facteurs agronomiques et la génétique (Vossen, 2013). Le type de cultivar a bien sûr une influence importante sur les caractéristiques organoleptiques de l'huile d'olive vierge. Le degré de maturité des olives au moment de la récolte est un facteur important qui influe sur la qualité de l'huile d'olive obtenue. Il est souhaitable que la récolte des olives puisse être effectuée à une époque telle à permettre à la fois de tirer le rendement maximal à l'extraction et à assurer les meilleures caractéristiques qualitatives de l'huile produite (Demnati, 2008).

6.4. Pratiques culturales

Le système d'irrigation, le traitement phytosanitaire, etc. sont autant de facteurs pouvant influencer sur la qualité organoleptique de l'huile d'olive (Demnati, 2008). L'irrigation permet d'obtenir des olives à gros calibre et améliore la teneur en huile. Elle permet également d'agir sur la maturité des fruits, soit en l'avancé si la charge fructifère de l'arbre est faible ou en la retardant dans le cas inverse (El Antari *et al.*, 2000). Une irrigation avec une eau chargée en sel entraîne des variations qualitatives et quantitatives dans la composition lipidiques de l'olive, la teneur en acide linoléique augmente d'une manière régulière et importante lorsque la concentration en sel du milieu de culture croît (Chartzoulakis, 2005). 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).

Partie
Expérimentale

CHAPITRE I :

Matériel et Méthodes

Chapitre I : Matériel et méthodes

1. Matériel végétal

Notre étude a été réalisée sur deux variétés d'huile d'olive : *Chemlal* et *Blanquette de Guelma* issues de deux régions différentes de la wilaya de Bejaïa, la première provient de Tazmalt et la deuxième de l'Institut Technique de l'Arboriculture Fruitière et de la Vigne (I.T.A.F.V) situé à Takeriet. La récolte des fruits est réalisée à la main pendant quatre stades de maturité (vert, vert tacheté, violet et noir). Les olives sont transportées dans des caisses en plastiques aérées.

Les caractéristiques des deux variétés étudiés sont regroupées en annexe 1 (tableau I).

2. Dates de récolte et d'extraction

Le tableau ci-après regroupe les dates relatives à la récolte des olives et l'extraction de l'huile.

Tableau I : Dates de récolte et d'extraction des différents échantillons

Variétés	Origine	Stade de maturation	Date de récolte	Date d'extraction
<i>Blanquette de Guelma</i>	Sidi-Aich	Verte	28/11/2013	29/11/2013
	I.T.A.F.V.	Verte tacheté	16/12/2013	17/12/2013
		Violet	07/01/2014	09/01/2014
<i>Chemlal</i>	Tazmalt	Noir	29/01/2014	30/01/2014

3. Extraction de l'huile

Après effeuillage et lavage des olives, l'huile est extraite à l'aide d'un oléodoseur de type Levi-Dileon-Lerogsame, suivant les étapes citées ci après :

- ✓ Ecrasement avec un broyeur à marteau.
- ✓ Malaxage réalisé en deux temps successifs dans des bacs en inox :
 - 15 minutes sans eau.
 - 15 minutes après ajout de 50 ml d'eau tiède ($30 \pm 1^\circ\text{C}$) pour 920 g de pâte d'olive.
- ✓ Centrifugation de la pâte à 4845 tours/min via une centrifugeuse verticale.
- ✓ Les échantillons d'huiles ainsi obtenus, après décantation, ont été placés dans des bouteilles en verre fumés, remplies, étiquetés et conservés à une température de 4°C .

4. Analyses effectuées sur les olives

4.1. Poids moyen des olives

Le poids des fruits, qui permet d'évaluer la grosseur du fruit, a été déterminé par une pesée de 100 fruits frais à l'aide d'une balance de précision (El Antari *et al.*, 2003b).

4.2. Humidité des olives

Un échantillon de 70 g a été séché à l'étuve à 105°C pendant 48 h, celui-ci a été régulièrement pesé après refroidissement au dessiccateur jusqu'à l'obtention d'un poids constant (Tovar *et al.*, 2002).

Le contrôle de la teneur en eau est déterminé au moyen de la formule ci- après :

$$H\% = [(P - P_s) / (P - P_0)] * 100$$

H : humidité des fruits exprimée en pourcentage.

P et **PS** : poids du creuset plus la prise d'essai avant et après séchage, respectivement.

P₀ : poids du creuset vide

4.3. Indice de maturité

Cent fruits de chaque variété ont été choisis au hasard sur un lot d'un kilogramme d'olive. L'indice de maturité est déterminé par notation visuelle selon une échelle de coloration de 0 à 7 variant d'une peau verte intense jusqu'à une peau noire et une pulpe entièrement violette (Tovar *et al.*, 2002).

L'indice de maturité est donné par la formule suivante :

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

Où **n** est la fréquence sur cent olives et les chiffres de **0** à **7** représentent :

0 : épiderme vert intense, **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.

4.4. Détermination de la teneur en huile des olives

Le rendement en huile est déterminé selon la méthode décrite dans le règlement CEE/2568/91 relatif aux caractéristiques des fruits d'olives et des huiles de grignons d'olive ainsi qu'aux méthodes d'analyses y afférentes, par extraction sur soxhlet avec l'hexane, à

partir de la pâte d'olive préalablement séchée à l'étuve à 100°C. La teneur en huile est déterminée après évaporation du solvant, dans un premier temps au rota-vapeur ensuite à l'étuve jusqu'à obtention d'un poids constant.

La teneur en huile exprimée en pourcentage en masse de la matière sèche est donnée par la formule suivante :

$$R (\%m_s) = m_1 * 100 / m_0$$

R : rendement

m_s : matière sèche

m₀ : avant séchage.

m₁ : après séchage.

5. Analyses effectuées sur l'huile d'olives

5.1. Acidité

Selon la méthode décrite dans les NF. T.03-906-1983, une prise d'essai d'huile de 5g a été dissoute dans 40 ml d'un mélange d'oxyde di éthylique-éthanol à 95% (V/V).

Le mélange a été titré à l'aide d'une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium (0,02N) en présence de phénolphtaléine jusqu'à coloration rose persistant une dizaine de secondes. Un essai à blanc a été réalisé dans les mêmes conditions.

L'acidité est exprimée en pourcentage d'acide oléique comme suit :

$$A(\%) = (V - V_0) * (56,1 * N / 2m) = 0,5 * I_a$$

V : volume en millilitre de KOH nécessaire à la neutralisation de l'échantillon

V₀ : volume en millilitre de KOH nécessaire à la neutralisation du blanc

N : normalité de la solution de KOH (0,02N).

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

56,1 : masse molaire du KOH

I_a : Indice d'acide qui est exprimé par cette formule :

$$I_a = V * 56,1 * N / 2m \text{ (mg de KOH/g)}$$

5.2. Indice de peroxyde

Selon la méthode décrite dans le règlement CEE/2568/91, un échantillon de 2 g d'huile filtrée est mis en solution dans 10 ml de chloroforme dans une fiole. 15 ml d'acide acétique et 1ml 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 à température ambiante. 75 ml d'eau distillée ont été ajoutés au mélange.

L'iode libéré a été titré après avoir ajouté quelques gouttes d'empois d'amidon (indicateur colorimétrique) par une solution de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) à 0,01N tout en maintenant le mélange en agitation vigoureuse. Parallèlement, un essai à blanc a été effectué de la même façon.

L'indice de peroxyde (IP) 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.

5.3. Absorbance dans l'UV

Le coefficient d'extinction spécifique est déterminé selon la méthode officielle décrite par le COI (1996). Après avoir filtré les échantillons d'huiles via le sulfate de sodium anhydre, une solution à 1% d'huile dans le cyclohexane a été préparée. La lecture s'est faite aux longueurs d'onde de 232 et 270 nm, en employant comme blanc le solvant utilisé. Les extinctions spécifiques rapportées aux différentes longueurs d'onde sont calculées comme suit

$$E = A_\lambda / C * L$$

E : extinction spécifique à la longueur d'onde λ .

A λ : absorbance mesurée à la longueur d'onde λ .

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

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

5.4. Dosage des chlorophylles et des caroténoïdes

Les caroténoïdes et les chlorophylles ont été déterminés suivant la méthode décrite par Minguez-Mosquera *et al.* (1991). 3g d'huile ont été dissous dans le cyclohexane et portés à un volume final de 10 ml. Les teneurs des caroténoïdes et chlorophylles ont été déterminées respectivement, par la mesure de l'absorbance à 470 et 670 nm.

Les valeurs des coefficients d'extinction spécifiques appliquées sont : $E_0 = 613$ pour la phéophytine, une composante majeure des pigments chlorophylliens, et $E_0 = 2000$ pour la lutéine, un élément majeur des caroténoïdes. Les teneurs en pigments ont été calculées comme suit:

$$\text{Chlorophylls (mg/kg)} = (A_{670} * 10^6) / (613 * 100 * I)$$

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

A λ : absorbance à la longueur d'onde λ .

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

5.5. Extraction et dosage des polyphénols totaux

a) Extraction

L'extraction des polyphénols est réalisée suivant le protocole de Favati *et al.* (1994). 1g d'huile filtrée a été dissous dans 10 ml d'hexane. La solution a été introduite dans une colonne d'octadécyle C18, puis lavée avec 2x5 ml d'hexane. La fraction polaire est éluée avec 2x4 ml du méthanol.

b) Dosage

La teneur en polyphénols totaux a été déterminée selon la méthode décrite par Favati *et al.* (1994). 5 ml de l'eau distillée ont été ajoutés à 2 ml de l'élué suivi de 0,5 ml de réactif de Folin-Ciocalteu. Après 3 min d'incubation à température ambiante, le mélange a été 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, la préparation est filtrée puis analysée à 760 nm contre un blanc dont l'élué est remplacé par le même volume du méthanol.

La concentration en polyphénols totaux est calculée grâce à une courbe d'étalonnage réalisée avec de l'acide gallique comme standard. Les résultats sont exprimés en mg d'équivalents d'acide gallique par Kg d'huile d'olive (annexe 2).

5.6. Dosage des *ortho*-diphénols

La teneur en *ortho*-diphénols a été déterminée par la méthode de Bendini *et al* (2003) 4 ml de l'élua a été additionnés à 1ml de la solution de molybdate de sodium dihydraté à 5% dans l'éthanol-eau (v/v). Le mélange est agité vigoureusement au vortex pendant 1 minute, Après 15 min d'incubation à l'obscurité, la préparation est filtrée. L'absorbance est mesurée à 370 nm contre un blanc réactif contenant 4ml d'extrait et 1ml d'éthanol-eau.

La concentration en *ortho*-diphénols est calculée grâce à une courbe d'étalonnage réalisée avec l'acide caféique et les résultats sont exprimés en mg d'équivalents d'acide caféique par Kg d'huile d'olive (annexe2).

5.7. Indice d'amertume

L'indice d'amertume (K_{225}) a été déterminé par spectrophotométrie à 225 nm selon la méthode décrite par Morello *et al.* (2004). 1g d'huile est solubilisé dans 4 ml d'hexane. La solution a été introduite dans une colonne d'octadecyle C18 préalablement activée celle-ci est lavée avec 10 ml d'hexane afin d'éliminer tout résidu apolaire. L'élution des composés amers a été réalisée par 25 ml d'un mélange méthanol-eau (1/1: V/V). L'absorbance est mesurée à 225 nm. Les résultats sont exprimés en termes d'absorbance.

6. Etude statistique

Chaque analyse a été réalisée en trois reprises et les résultats représentent la moyenne des trois mesures. Une étude statistique a été réalisée pour la comparaison des résultats et voir l'effet de la maturation, et ce, pour chaque paramètre en appliquant une analyse de la variance (ANOVA) suivie du test de LSD à l'aide d'un logiciel STATISTICA 5.5. Le degré de signification des résultats est pris à la probabilité $p < 0,05$.

CHAPITRE II :

Résultats et Discussion

1. Analyses effectuées sur les olives

1.1. Poids des olives

D'après les résultats obtenus, le poids moyen des fruits augmente avec l'évolution de la maturation et il est fortement influencé par la variété (figure 02). Ce paramètre montre une variation significative ($p < 0,05$).

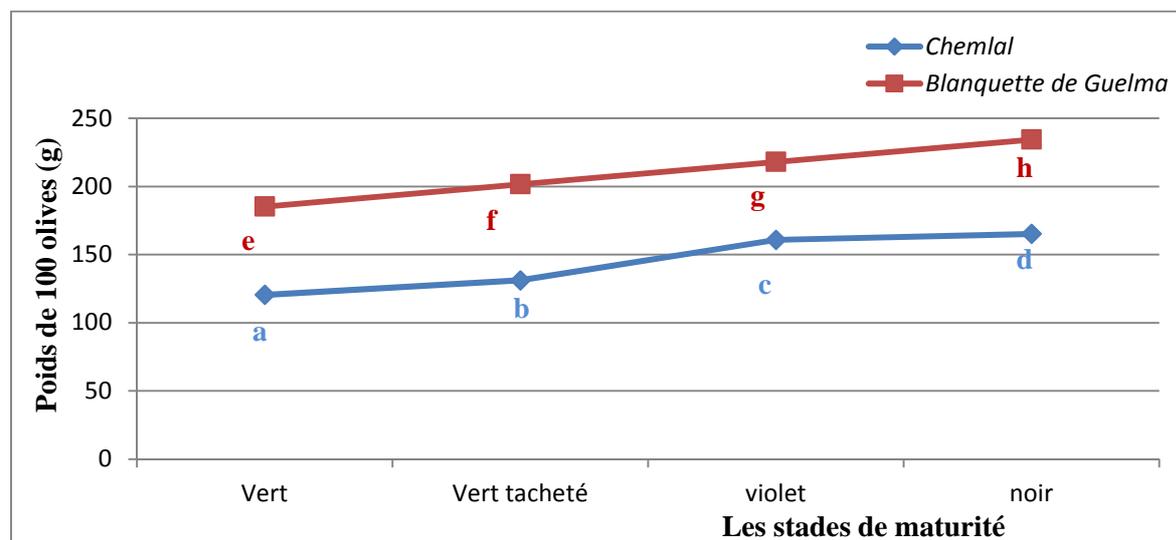


Figure 02 : Poids moyens des olives.

*Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative ($p < 0,05$).

*Les barres verticales représentent les écarts types.

Les valeurs enregistrées oscillent entre 185 et 234,61 g pour 100 olives pour la variété *Blanquette de Guelma*. Concernant les olives de la variété *Chemlal*, le poids varie de 120,51 à 165,25 g.

Selon Cimato (1990), l'héritage génétique de chaque variété à une incidence significative sur le poids. Les conditions culturales peuvent également intervenir en modifiant ce paramètre jusqu'à une certaine limite sans modifier les caractéristiques variétales d'origine (Cimato, 1990; Michelakis, 1995).

Selon Maria *et al.* (2003), la période de croissance et du développement de l'olive se distingue par trois phases : la phase I est caractérisée par la croissance rapide du fruit. Au cours de cette période, le poids du mésocarpe augmente et l'endocarpe atteint son poids final, ces tissus atteignent leur pleine maturité avec la division cellulaire qui s'achève. Pendant la deuxième phase, la croissance du mésocarpe est très lente. Dans la phase finale de croissance, il augmente considérablement suite à l'augmentation de la taille des cellules de la

pulpe. À la fin de cette période, la dimension du fruit est fixe, la couleur épidermique commence à changer et la graine atteint sa maturité.

1.2. Humidité des olives

La teneur en eau des fruits diminue avec l'avancement de la maturité pour les deux variétés (figure 03). Les valeurs obtenues varient entre un maximum de 23,72 % enregistré au stade vert pour la variété *Chemlal* et un minimum de 18,72 % noté pour la variété *Blanquette de Guelma* au stade noir.

Les valeurs de l'humidité des deux échantillons sont proches, néanmoins, certaines différences significatives ($p < 0,05$) sont observées. Cette différence peut être attribuée aux conditions environnementales, car les variétés d'olives ne proviennent pas de la même région. Peut être aussi justifiée par l'effet de maturation qui est d'après Cimato (1990) réduit l'humidité des fruits de manière significative le long de la date de récolte, ce qui coïncide avec nos résultats où les olives de *Blanquette de Guelma* avec un degré de maturité plus élevé étaient moins humides de ceux de la variété *Chemlal*. Par ailleurs ces fluctuations de valeurs peuvent être reliées au processus métabolique qui pourrait survenir à l'intérieur des fruits qui est d'après Leonardi *et al.* (2002) caractéristique pour chaque variété.

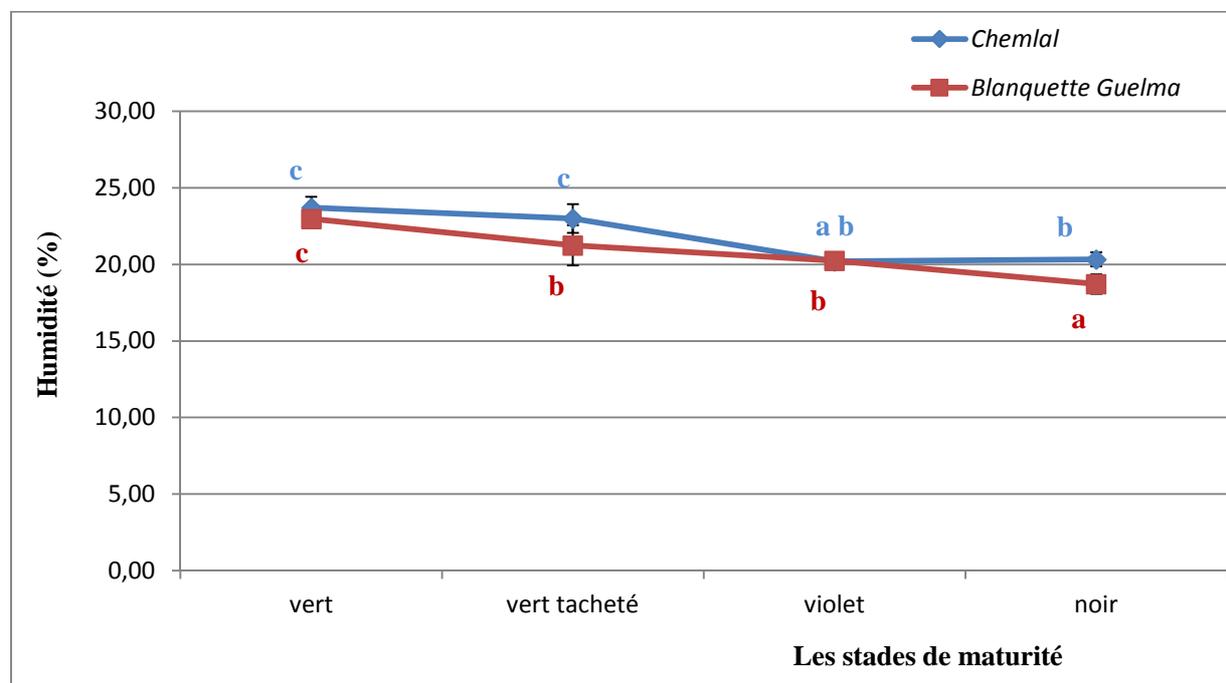


Figure 03 : Humidité des olives.

*Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative ($p < 0,05$).

*Les barres verticales représentent les écarts types.

1.3. Indice de maturité

Les résultats obtenus montrent que l'indice de maturité augmente significativement ($p < 0,05$) avec l'avancement de la date de récolte, ces valeurs sont comprises entre 1,14 et 4,86 pour la variété *Blanquette de Guelma* et entre 1,39 et 4,71 pour la variété *Chemlal* (figure 04).

L'indice de maturité est un facteur important de qualité, d'après Boukachabine *et al.* (2011), cette indice est spécifique pour chaque variété et constitue un indicateur de maturité des fruits.

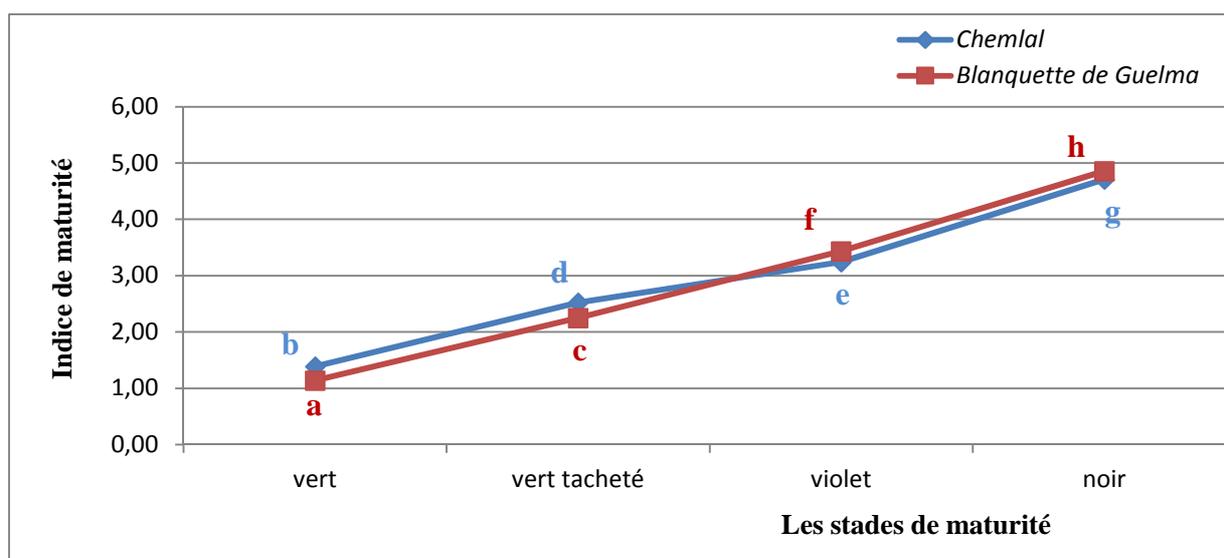


Figure 04 : Indice de maturité des olives.

*Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative ($p < 0,05$).

*Les barres verticales représentent les écarts types.

1.4. Rendement en huile :

Les résultats obtenus pour la teneur en huile sont évolutifs au cours de la maturation (figure 05), ils varient un minimum de 27,11% pour la variété *Chemlal* et un maximum de 50,61% pour la variété *Blanquette de Guelma*. Des différences significatives ($p < 0,05$) sont enregistrées entre les deux cultivars.

Selon la classification faite par Abaza *et al.* (2002), on peut classer les échantillons comme suite : *Blanquette de Guelma* est considérée comme une variété présentant un rendement élevé ($>46\%$), tandis que *Chemlal* comme une variété présentant un rendement faible ($<38\%$).

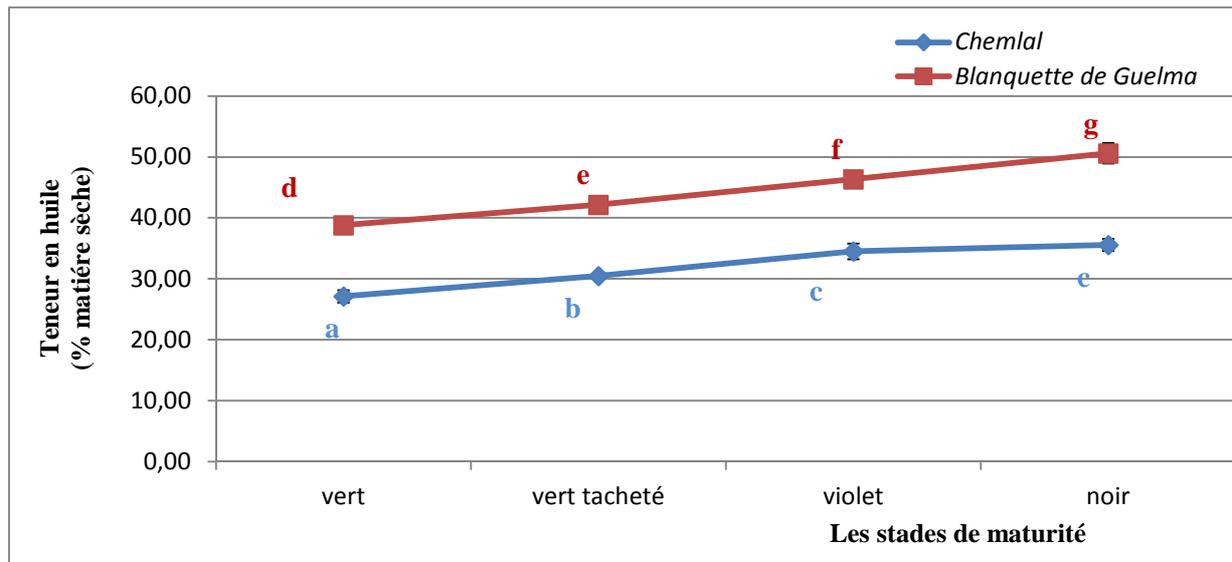


Figure 05 : Teneur en huile des deux variétés d'olive.

*Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative ($p < 0,05$).

*Les barres verticales représentent les écarts types.

2. Analyses effectués sur l'huile

2.1. Acidité

Selon Tanouti *et al.* (2011), l'acidité libre est un paramètre qui permet de contrôler le niveau de dégradation hydrolytique, enzymatique ou chimique des chaînes d'acides gras des triglycérides, ceci est à l'origine d'acide gras libres et de glycérides partiels (mono et di glycérides).

Les résultats obtenus pour ce paramètre présentent une différence significative entre les deux variétés (figure 06). L'acidité de *Chemlal* augmente au cours de la maturation pour atteindre une valeur maximale de 0,61%. Par contre, la variété *Blanquette de Guelma* a enregistré une augmentation au stade vert tacheté (0,66%), suivi d'une diminution. Les pourcentages de l'acidité des huiles restent inférieurs aux limites de la catégorie extra vierge établies par le COI (2003) et qui est de 0,8%.

Mendoza *et al.* (2013) expliquent l'augmentation de l'acidité par l'activation progressive de l'activité lipolytique et par le fait que les olives soient de plus en plus sensibles aux infections pathogènes et aux dommages mécaniques au cours de la maturation.

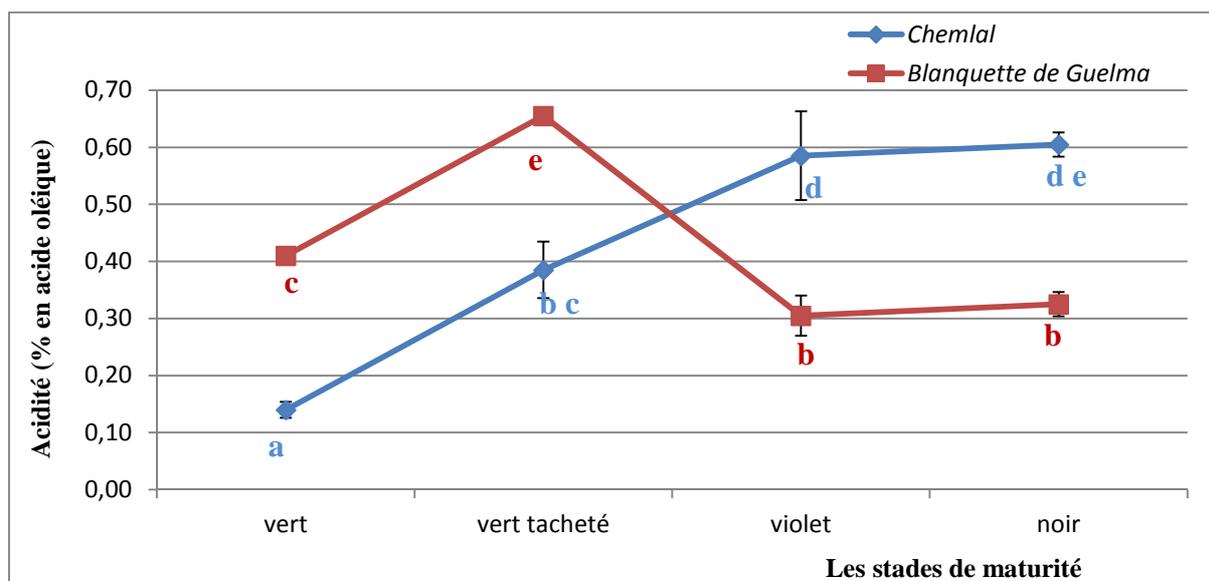


Figure 06: Acidité des échantillons d'huiles.

*Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative ($p < 0,05$).

*Les barres verticales représentent les écarts types.

2.2. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est utilisé en tant que révélateur de la détérioration de l'huile par oxydation (Barone *et al.*, 1994). Il est également utilisé pour surveiller tout problème de production, qui pourrait survenir après la récolte et pendant le traitement (Kiritsaki et Markakis, 1984).

Les résultats rapportés dans la figure 07 montrent que l'indice de peroxyde n'est pas vraiment influencé par la variété d'olive. Ils sont au dessous de la limite fixée par la norme du COI (2003) pour la catégorie d'huile d'olive extra vierge (20 meq d'O₂/ Kg d'huile). L'échantillon du stade vert tacheté est le seul qui présente une différence significative ($p < 0,05$) par rapport à l'ensemble des résultats.

Ces valeurs sont comprises entre un minimum de 2,83 meq d'O₂/Kg pour la variété *Blanquette de Guelma* et un maximum de 7,33 meq d'O₂/kg pour la variété *Chemlal*. D'après Bengana (2013), l'évolution de ce paramètre peut être liée à l'activité enzymatique de la lipoxygénase.

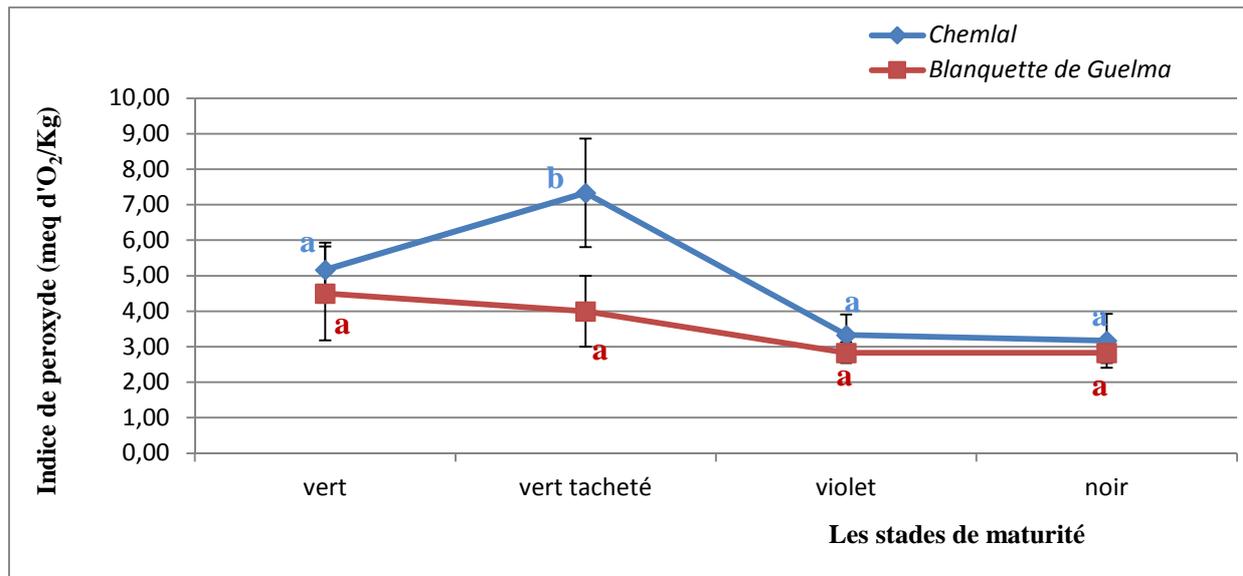


Figure 07: Indice de peroxyde des échantillons d'huile.

* Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative ($p < 0,05$).

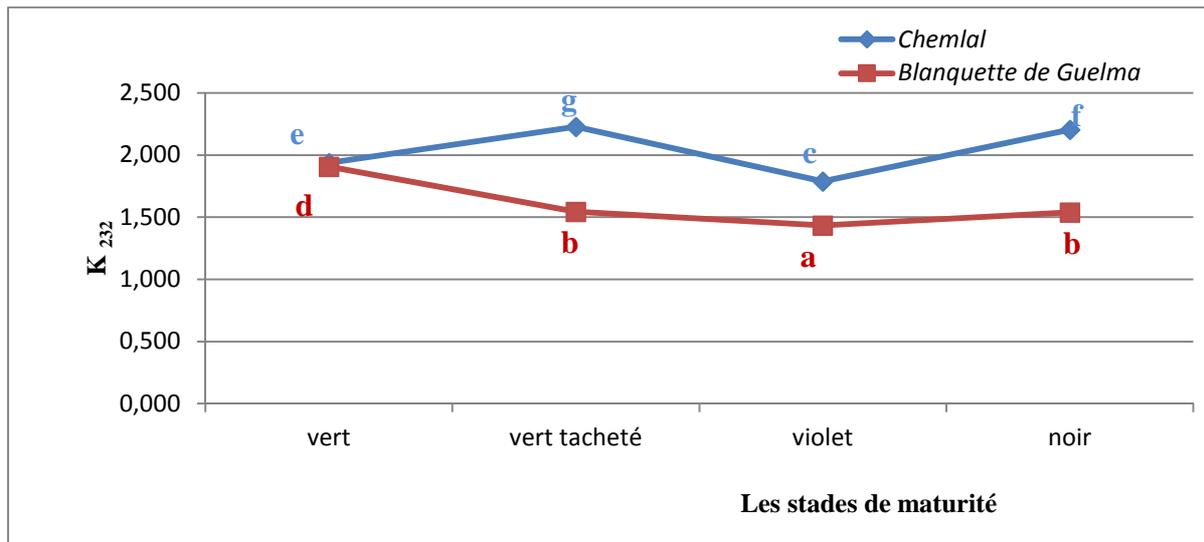
*Les barres verticales représentent les écarts types.

2.3. Extinction dans les UV

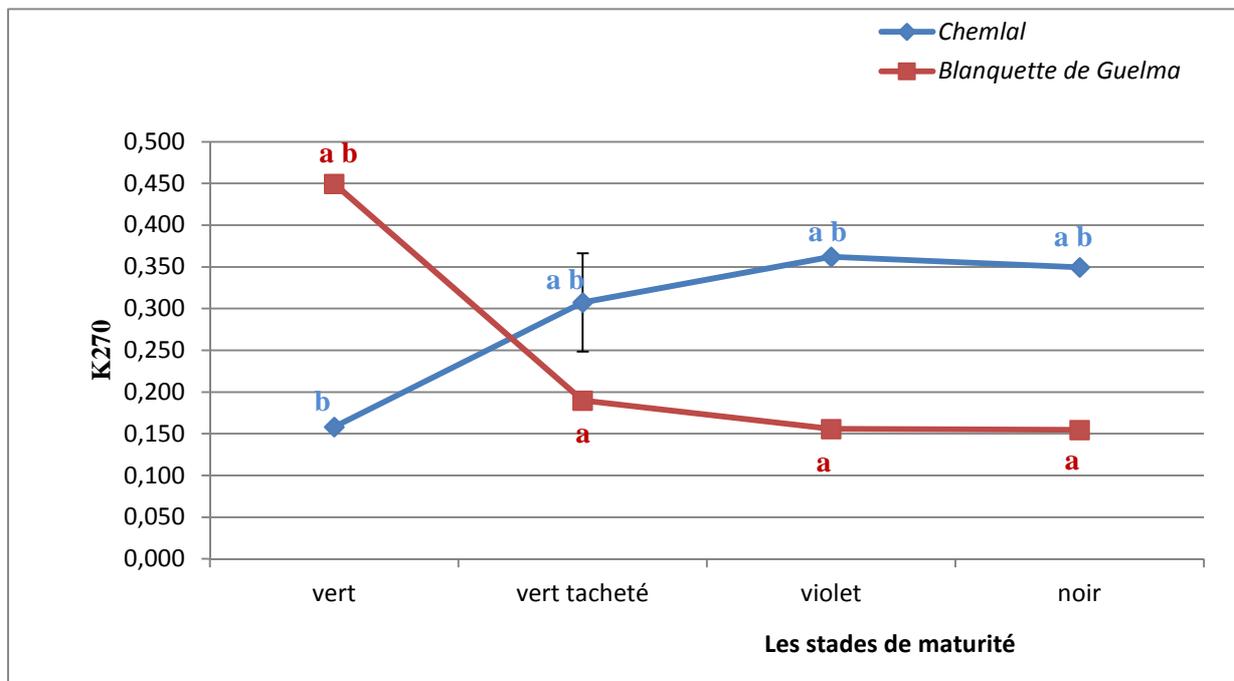
D'après Almek *et al.* (2008), le coefficient d'extinction à 232 nm (K_{232}) mesure la quantité des diènes conjugués tandis qu'à 270 nm, il mesure l'évolution des composés secondaires d'oxydation des huiles.

L'analyse des résultats des absorbances spécifiques (K_{232}, K_{270}) montre une différence significative ($p < 0,05$) entre les huiles des deux variétés (figures 08 a et b, respectivement). Les valeurs du coefficient K_{232} sont comprises entre 1,433 et 2,228 pour la variété *Blanquette de Guelma* au stade violet et pour la variété *Chemlal* au stade vert tacheté respectivement. Ces valeurs ne dépassent pas la limite établie par le COI (2003) pour une huile extra vierge qui est $< 2,5$. On remarque que les olives moissonnées au stade noir montrent une évolution de ce paramètre qui peut être liée à l'activité enzymatique de la lipoxygénase.

Les résultats obtenus pour le coefficient K_{270} sont comprises entre un minimum de 0,155 (stade noir) et un maximum de 0,450 (stade vert) notée pour la variété *Blanquette de Guelma*. Les valeurs élevées de ce paramètre se justifient par la décomposition des hydroperoxydes, ceci est confirmé par des indices de peroxyde élevés.



(a)



(b)

Figure 08 : Absorbance dans l'UV : K_{232} (a) et K_{270} (b) des échantillons d'huiles.

* Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative ($p < 0,05$).

*Les barres verticales représentent les écarts types.

2.4. Chlorophylles

La quantification des chlorophylles présentés dans les échantillons d'huile analysés à donné les résultats illustrés dans la figure 09.

Les teneurs en chlorophylles montrent une augmentation au stade vert tacheté des deux variétés *Blanquette de Guelma* et *Chemlal*. L'analyse statistique indique que les teneurs en chlorophylles des huiles analysées diffèrent significativement ($p < 0,05$) selon la variété, à l'exception du stade noir.

La variété *Chemlal* enregistre une teneur en chlorophylle (0,962 mg/Kg) faiblement située dans la gamme définie par la norme COI (1999) pour les huiles d'olives extra vierges qui est de 1 à 10 mg/Kg. Cependant, la variété *Blanquette de Guelma* montre une richesse en ces pigments (2,147mg/Kg). D'après Sanelli (1981), l'huile d'olive particulièrement riche en chlorophylles est plus sensible à l'oxydation.

Selon Baccouri *et al.* (2000), le changement de l'huile d'olive durant le processus de maturation est expliqué par la formation d'autres pigments tels que 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). En outre, la perte de pigmentation pendant le processus d'extraction de l'huile affecte la fraction des chlorophylles davantage que les colorants jaunes (Criado *et al.*, 2007).

Pendant l'exposition à la lumière, la chlorophylle capte l'énergie de la lumière qui sera ensuite transférée à l'oxygène qui passe à l'état excité (oxygène singulet) réagissant alors avec les acides gras insaturés, pendant que la chlorophylle est réduite. La réduction des chlorophylles a pour conséquence visible la perte de coloration de l'huile (Almek *et al.*, 2008).

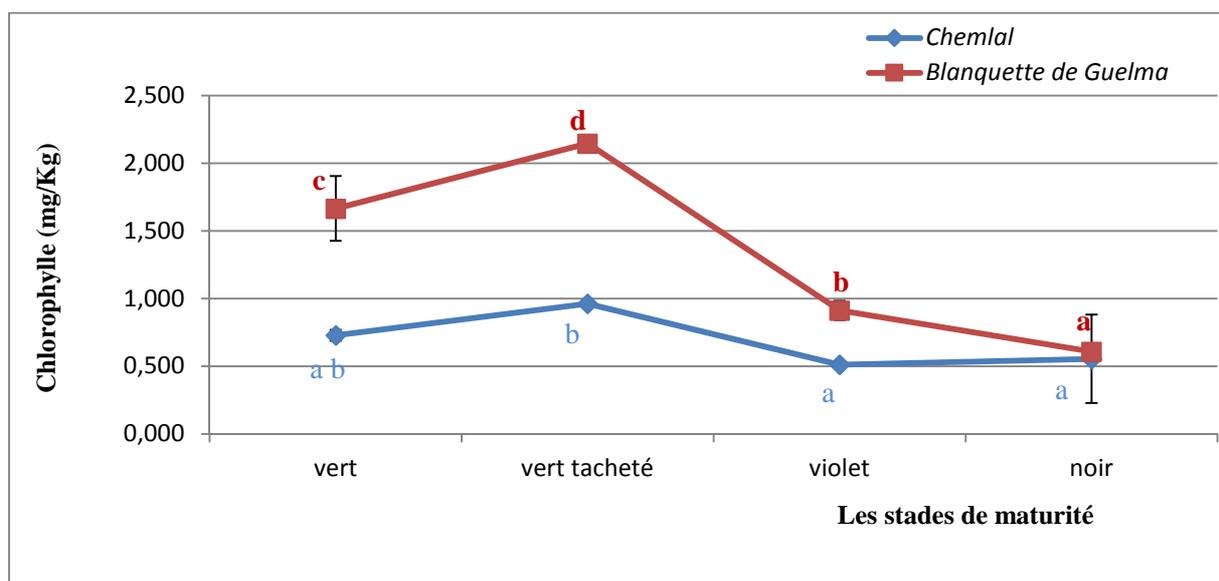


Figure 09 : Teneur en chlorophylles des différents échantillons d'huile.

* Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative ($p < 0,05$).

*Les barres verticales représentent les écarts types.

2.5. Caroténoïdes

Les teneurs en caroténoïdes des échantillons d'huile d'olive analysées sont indiquées dans la figure 10. L'analyse statistique indique que les teneurs en caroténoïdes des huiles analysées diffèrent significativement ($p < 0,05$), selon la variété.

Ces teneurs montrent une diminution au cours de la maturation pour les deux cultivars. Les huiles issues des olives vertes contiennent des teneurs plus élevées en caroténoïdes, tandis que l'huile de la variété *Blanquette de Guelma* est la plus riche (1,80 mg/Kg). Les huiles issues des olives noires montrent les teneurs plus faibles avec un minimum pour la variété *Chemlal* de 0,22 mg/Kg.

Cette diminution s'accompagne par l'augmentation de la synthèse des anthocyanes (Roca et Minguez- Mosquera, 2001). Elle peut être également due à l'oxydation de ce pigment comme second substrat durant la peroxydation lipidique sous l'action des lipoxygénases (Minguez-Mosquera *et al.*, 1990). L'étude faite par Psomiadou et Tsimidou (2002) a révélé que la teneur en caroténoïdes dépend du mode d'extraction de l'huile et des conditions de stockage. Criado *et al.* (2007) indique qu'il y a un effet clair du cultivar d'olive sur le contenu des caroténoïdes dans l'huile.

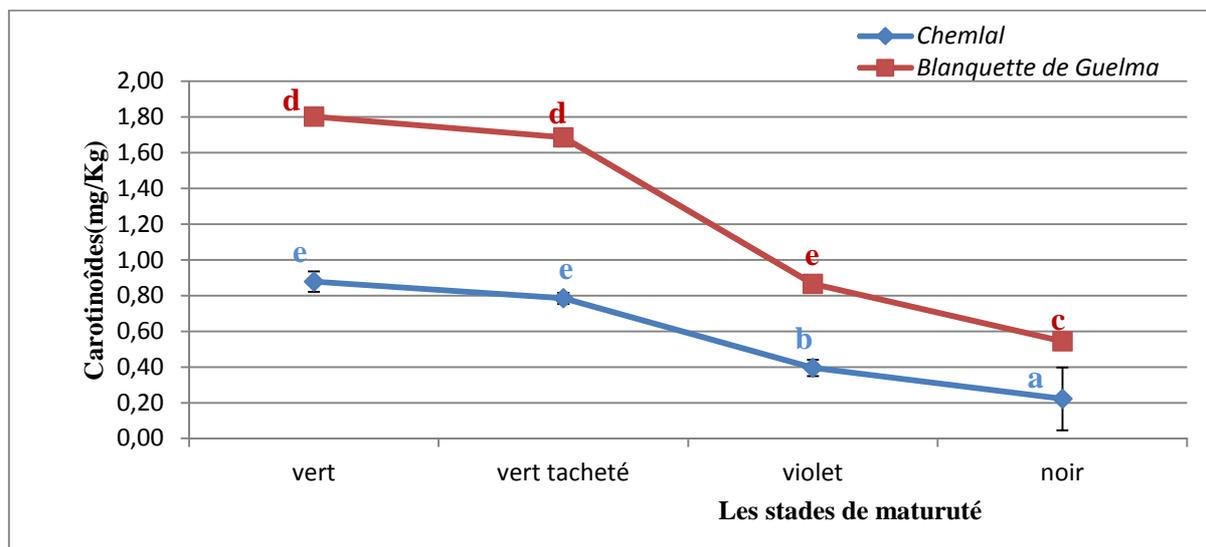


Figure10 : Teneur en caroténoïdes différents échantillons d'huile.

* Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative ($p < 0,05$).

*Les barres verticales représentent les écarts types.

2.6. Polyphénols totaux

Les polyphénols sont des composants biologiquement actifs avec des propriétés antioxydantes qui affectent la saveur et la qualité de l'huile (Hadj Taeb, 2012).

L'huile de la variété *Blanquette de Guelma* au stade violet est la plus riche en polyphénols totaux (449,94 mg/Kg). En revanche, la variété *Chemlal* au stade noir donne une huile à teneur inférieure (63,73 mg/Kg). Des différences significatives ($p < 0,05$) sont relevées entre les deux variétés étudiées.

La variété *Blanquette de Guelma* a enregistré la teneur maximale en composés phénoliques au stade violet, alors que pour la variété *Chemlal*, elle a été notée au stade vert tacheté.

Selon Mendouza *et al.* (2013), la teneur en polyphénols des huiles d'olive varie entre 50 et 1000 mg/Kg, selon des facteurs tels que le cultivar, le climat, le sol, le degré de maturité et le processus d'extraction de l'huile.

La diminution de la teneur en composés phénoliques au cours de la maturation est peut être due à la diminution de l'activité de la PAL (L-phénylanine ammonia-lyase) ; enzyme responsable de la synthèse des composés phénoliques (Tovar *et al.*, 2002).

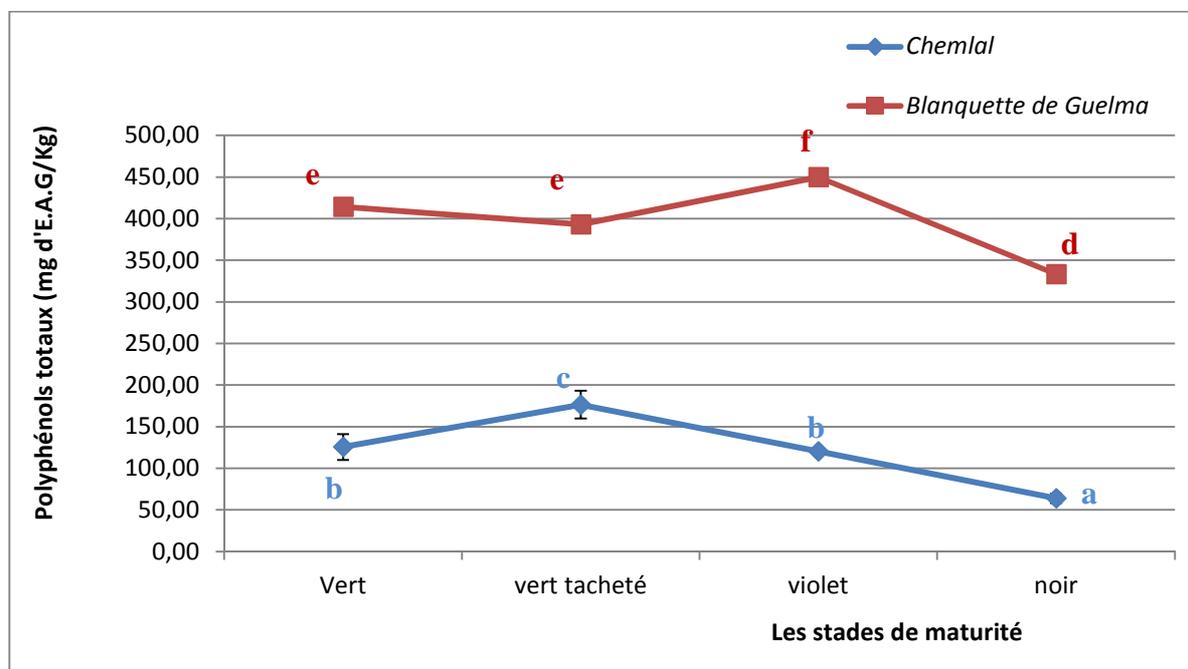


Figure 11 : Teneur en polyphénols totaux des différents échantillons d'huile.

* Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative ($p < 0,05$).

*Les barres verticales représentent les écarts types.

2.7. *Ortho*-diphénols

L'analyse des teneurs en *ortho*-diphénols des différentes huiles étudiées (figure 12) montre des différences significatives ($p < 0,05$) entre les deux variétés durant le même stade de maturité.

L'évolution de la teneur en *ortho*-diphénols au cours de la maturation est fonction de la variété. D'après nos résultats, la variété *Blanquette de Guelma* présente une quantité plus élevée au stade vert tacheté (73,116 mg/Kg), alors que la variété *Chemlal* montre des teneurs plus faibles et qui sont comprises entre 10,60 et 35,29 mg/Kg.

La diminution des *ortho*-diphénols au cours de la maturation, telle que noté pour la variété *Blanquette de Guelma* est expliquée par l'augmentation de l'activité des enzymes hydrolytique (estérases) ainsi que la diminution de l'activité de l'enzyme PAL (Artajo Medina, 2006).

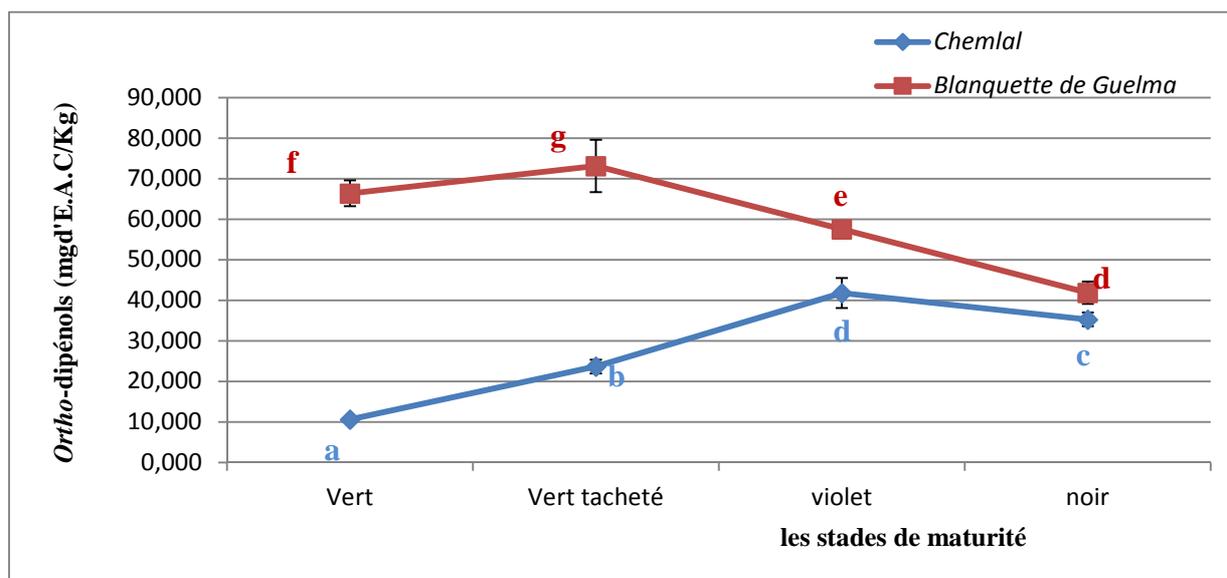


Figure 12 : Teneur en *ortho*-diphénols des différents échantillons d'huile.

* Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative ($p < 0,05$).

*Les barres verticales représentent les écarts types.

2.8. Indice d'amertume

D'après les résultats représentés dans la figure 13, l'huile de la variété *Blanquette de Guelma* s'avère être plus amère que la variété *Chemlal*, elle enregistre les indices d'amertume les plus élevés (1,56 à 2,33 au stade noir et vert respectivement). Tandis que la variété *Chemlal* donne une huile avec l'indice d'amertume le moins élevé, avec des valeurs qui oscillent entre 1,02 et 1,32.

L'analyse de l'indice d'amertume montre qu'il y a une différence significative ($p < 0,05$) entre les variétés testées.

D'après Morello *et al.* (2006), il existe une corrélation positive entre cette amertume et la teneur en composés phénoliques totaux. En effet, les composés phénoliques sont les principaux composés responsables de l'amertume de l'huile d'olive. Selon Berra (1998), le goût amer de l'huile d'olive est attribué à l'oleuropéine glucoside et ses aglycones et aux acides phénoliques.

L'intensité de l'indice d'amertume est liée à l'activité de certaines enzymes notamment les glucosidases et les estérases responsables de l'hydrolyse de l'oleuropéine durant l'extraction de l'huile d'olive et qui augmente aussi au cours de la maturation des olives (Baccouri *et al.*, 2008).

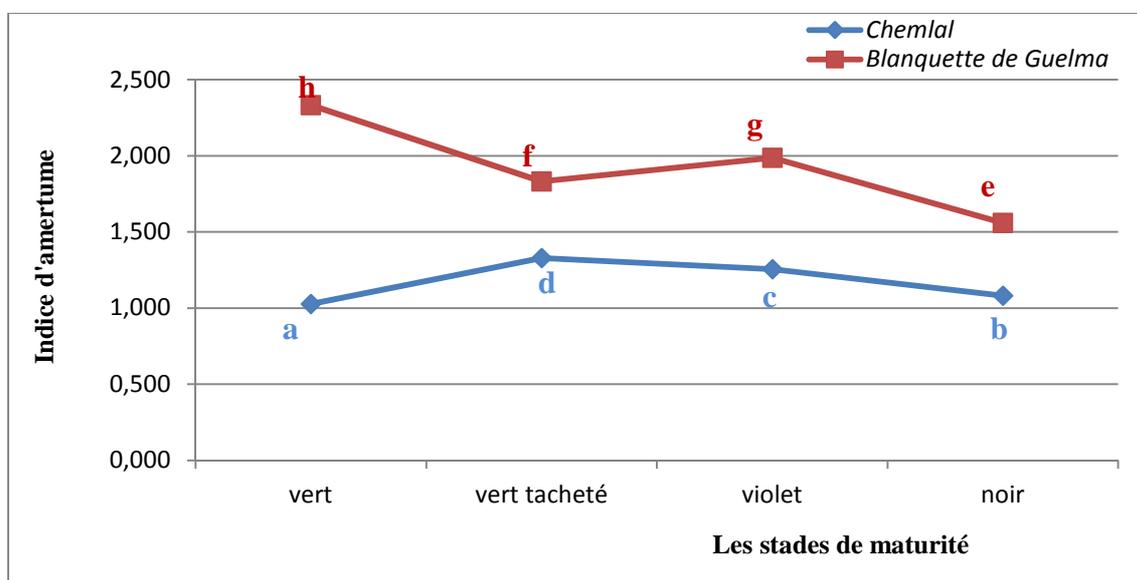


Figure 13 : Indice d'amertume des différents échantillons d'huile.

* Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative ($p < 0,05$).

*Les barres verticales représentent les écarts types.

Conclusion

Le travail réalisé est consacré à l'évolution de quelques paramètres de qualité de l'huile de deux variétés d'olives (*Blanquette de Guelma* et *Chemlal*) à quatre stades de maturité (vert, verte tacheté, violet et noir). L'étude des caractéristiques physico-chimiques a montré que les résultats obtenus peuvent être synthétisés comme suit :

- Le poids moyen, l'humidité et la teneur en huile des olives varient en fonction de la variété ainsi que du degré de maturité.
- Tenant compte de la classification de l'huile d'olive par le COI (2003), il est clair que les valeurs des paramètres de qualité enregistrés pour les deux variétés correspondent à la catégorie des huiles extra vierges, toutefois, de faibles réactions d'hydrolyse et d'oxydation sont établies au cours de la maturation.
- La diminution des composés phénoliques pendant la maturité des deux cultivars étudiés est observée. L'huile d'olive de la variété *Blanquette de Guelma* se caractérise par une amertume prononcée et par des teneurs appréciables en composés phénoliques et *ortho*-diphénols. Quant à la variété *Chemlal*, les résultats montrent un faible taux en composés phénoliques pour cette variété.
- Les teneurs en chlorophylles et en caroténoïdes diminuent proportionnellement au cours de la maturation des olives, et ce, pour l'ensemble des variétés, la variété *Blanquette de Guelma* présente en ces pigments des quantités élevées par rapport à celle de la variété *Chemlal*. Les huiles issues des olives vertes tachetées renferment la plus grande concentration en chlorophylles.

Pour améliorer nos huiles et valoriser notre oléiculture, la variété *Blanquette de Guelma* serait à recommander pour des coupages permettant de corriger la composition chimique des huiles d'autres variétés.

D'après l'ensemble des résultats obtenus, nous pouvons conclure que pour le suivi de l'évolution des caractéristiques des huiles étudiées, la maturité des olives est un facteur déterminant de la qualité de l'huile.

Enfin, il serait intéressant d'élargir cette étude à plusieurs variétés et d'effectuer d'autres analyses tels que la détermination du profil en acides gras et le dosage des autres composés de l'huile d'olive (stérols, tocophérols...).

*Références
Bibliographiques*

A

Abaza L., Msallem M., Daoud D. et Zarrouk M. (2002). caractérisation des huiles des sept variétés d'olivier tunisiennes. OCL.9(2) : 174-149.

Ait Yacine Z., Serhrouchni M. et 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.

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

Anonyme., (1998). Archives of Internal Medicine , 158 : 41-45. ([http://www.miracles du coran.com/scientifique_67.html#144](http://www.miraclesducoran.com/scientifique_67.html#144)).

Anonyme., (1999). American Journal of Clinical Nutrition, 70:1077-1082. ([http://www.miracles du coran.com/scientifique_67.html#145](http://www.miraclesducoran.com/scientifique_67.html#145)).

Anonyme., (2006). Guide de bonnes pratiques de fabrication des huiles d'olive: 11_31

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

B

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

Barjol J-L. (2013). Aparicio and J. Harwood (eds.), Handbook of Olive Oil: Analysis and Properties, 1 DOI 10.1007/978-1-4614-7777-8_1.

Barone E., Di Marco L., Motisi A. et Caruso T. (1994). The Sicilian olive germplasm and its characterization by using statistical methods. Acta Horticulturae, 356:66-69.

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

Beltran G., Paz Aguilera M., Del Rio C., Sanchez S. et Zarrouk M. (2007). Application of solid-phase microextraction to the analysis of volatile compounds in virgin olive oils from new cultivars. Food Chemistry, 102(3):850-856.

Benabid H. (2009).Caracterisation de l'huile d'olive algérienne,Apportes des methods chimiométrique.

Bendini A., Bonoli M., Cerretoni L., Bigguzi B. Lercker G. et Toschi T.G.(2003).
Liquidliquid

and solid-phase extractions of phenols from virgin olives oil and theirseparation by chromatographic and electrophoretic methods.Journal of chromatography A. 985:425-433.

Bengana M., Abdelhakim Bakhouché., Jesús Lozano-Sánchez., Youcef Amir .,Ahcene Youyou., Antonio Segura-Carretero-Carretero.et Alberto Fernández-Gutiérrez.(2013). Influence of olive ripeness on chemical properties and phenolic composition of Chemlal extra-virgin olive oil. Foode Research International 54(2013)1868-1875.

Benhassin K., Bouchoucha S.et Kamoun N.(2010). Impact de la variété et de système d'extraction de l'huile d'olive sur les préférences consommateurs.

Benmlih M et Ganam J.(2012). Les polyphénol d'huile d'olive, trésors sante.

Berra B.(1998). Les composants mineurs de l'huile d'olive: aspects biochimiques et nutritionnels. *Olivea*, 73:29-30.

Boskou D.(2006). Olive Oil, Chemistry and Technology, *AOACS Press, Champaign.*

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

Boulouha. B.(2002). Quelques Aquis de l'amélioration varietale au maroc.

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.

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

Bruni U., Cortes N. et 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.

Caseilli S., Modi G., Nizzi Grifi F. et Fiorino P.(1993). Variabilité de la composition en acide gras, en stérols et en alcools de l'huile d'olive de cultivars de la toscane. *Olivae*, 47 :46-50.

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

Cichelli A. et pertesana G.P.(2004). High-performance liquid chromatographic analust 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.

Commession européenne.(2003). le secteur de l'huile d'olive dans l'union européenne.

Conseil Oléicole International. (1996). Analyse spectrophotometrique dans l'ultraviolet. T20/Doc 19 6 juin 1996, *Madrid. Espagne.*

Conseil Oléicole International.(2003). Classification des huiles d'olive. Normes internationales applicables à l'huile d'olive et à l'huile de grignon d'olive.

Criado M .N., Motilva M.J., Goni Mr.,et Romero M.P. (2007). Comparative study of the effect of the process of maturation of fruit olive on the fraction of chlorophyll and carotenoid of the drupes and unrefined olive oils of the cultivars of arbequina and farga.*Food chemistry* 100:748-755.

Cunha S.S., fernandes J.O. et Oliveira M.B.P.P.(2006). Quantification of free and esterified sterols in Portuguese Olive of chromatography A. 1128:220-227.

D

Deflaoui L. (2009).Influence de la maturation des olives sur les caractéristiques physico-chimiques et le pouvoir antioxydant de l'huile.

Demanati D. (2008). Facteurs affectant la qualité d'une huile d'olive vierge.

Dominique I., Illustration C. (2006). Promenades Mythologiques ISBN : 2-9526408-0-7.

E

El Antari A., Hilal A., Boulouha. et El Moudni A.(2000). Etude de l'influence de la variété, de l'environnement et des techniques culturales 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. et Ajana H. (2002). Influence de la variété et de l'environnement sur la composition chimique de l'huile d'olive vierge extra au Maroc.

El Antari A., El Moudni H., Ajana H. et Cert A. (2003)a. 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.

El Antari A., El Moudni H., Ajana H. et Cert A. (2003)b. 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. (1998). Luciano Cinquanta, and Ennio La Notte Phenolic Compounds in Different Olive Varieties *J. Agric. Food Chem.* 46, 32-35.

F

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

Fuentes M., Gordillo ., Expósito J.M., Casas J.S., Cano M.M., Vertedor D.M. et Baltasar M. (2013). Chemical composition of virgin olive oils according to the ripening in olives. *Food Chemistry* 141 : 2575–2581.

G

Garcia J.M., Gutiérrez F., Castellanno J.M., Perdiguero S., Morilla A. et 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-Raveno R.M., Torre M.C. et Sabater M.C.(2002).The effects of harvest and extraction methods on the antioxidant content (phenolic, α -tocopherol, B-carotene) in virgin olive oil. *Food Chemistry*, 78:207-211.

Gomez A.M., Cerretani L., Bendini A., Crretero S. A., Gutierry F. A., Del Carlo M., Compagnone D. et 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.

H

Hachimi L. et Soulhi A .(2002). Caracteristiques physico-chimiques et normes de qualité de l'huile d'olive.

Hadj T.N., Gratib N., Ayadib M., Attia I ., Houda Bensalema,b.et Ali Gargouria (2012), Optimisation of olive oil extraction and minor compounds content of Tunisian olive oil using enzymatic formulations during malaxation ,*Biochemical Engineering Journal* 62 : 79– 85.

Haiwell B.et Gutteridge C .(1999). "Free Radicals in Biology and Medicine." Oxford University Press, Oxford.

Harborne J.B., Dey PM.et Methods in Plant Biochemistry. (1989). AcademicPress, London (UK).

Harun Yahia.(2009). L’huile d’olive, ses bienfaits sur notre organisme.

Hmimina M.(2009). les principaux ravageurs de l’olivier

I

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

J

Jacotot B., 1994. L’huile d’olive aliment médicament. *Olivae* n°54, p 40-41.

Joseph A.M., Annie Fleuriet. Et Jacques M.J. (1989). Accumulation of derived from oleuropéine during the olive maturation. Plc of press of Pergamon. 0031-9422/89.

K

Kamoun N.G., Khelif M., Ayadi M., Rekike H., Rekik B., et Hamidi M.T.(1999). Evolution des caracteristiques chimiques de l’huile au cours de la maturation des olives. *Revue Ezzaitouna* 5 (1 et 2).

Keceli T.et Gordon M.H.(2001). The antioxidant activity and stability of the phenolic fraction of green olives and extra virgin olive oil. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. 81: 1391–1396.

Kiritsakis A. et Markakis. (1984). Effect of olive collection regime on olive oil quality.*Journal of Science and Food Agricultural*, 35:677-680.

Kritsakis A., Kanavouras A. et Kritsakis K.(2002). Chemical analysis, quality control and packaging issues of olive oil. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 104:628-638.

Koutsaftakis A., Kotsifaki F. et 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.

L

Leonardis A. et Macciola V.2002.Catalytic effet of the Cu (II) and (III) cyclohanebutyrates on olive oil oxidation measured by rancimat .*European Journal of Lipids and Science*, 156-160.

Leroy I. (2011) .L'huile d'olive dans tous ses états.

M

Roca M., Isabel M.et Mosquera M.(2003). Carotenoid levels during the period of growth and ripening in fruits of different olive varieties (Hojiblanca, Picual and Arbequina).*Journal of plant physiology*,160.451-459.

Matos L.C., Cunha S.C., Amaral J.S., Pereira J.A., Andrade P.B., Seabra R.M. et Oliveira B.P.P. (2007). Chemometric characterization of three varietal olive oils (Cvs.*Cobrançosa, Madural* and *Verdeal Transmontana*) extracted from olives with different maturation indices. *Food Chemistry*, 102:406-414.

Mercola J.(2000). "Infant Formula Fortification Protocol.

Michaelakis N.(1992). l'amélioration de la qualité de l'huile d'olive en Grece :passé,present et avenir. *Olivae*,42 :22-30.

Michelakis N.(1995). Effet des disponibilités en eau sur la croissance et le rendement des oliviers. *Olivae*, 56 : 29-39.

Minguez-Mosquera I., Rejano J.L., Gandul B., Higinio A. et Garrido J. (1990). Pigments present in the olive oil. *Journal of American Oil Chemist's Society*, (3):192-196.

Minguez-Mosquera I., Rejano J.L., Gandul, B., Higinio A. et Garrido J. (1991).Colour pigment correlation in virgin olive oil. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 68: 669-671.

Morales .M.T. et Przybylski .R.(2013). Olive Oil Oxidation. R. Aparicio and J. Harwood (eds.), *Handbook of Olive Oil: Analysis and Properties*,10.1007/978-1-4614-7777-8_13.

Morderet F .et Luchetti F. (1997). L'huile d'olive vierge: un aliment de qualité sous haute surveillance. *Food Authenticity - Issues and Methodologies. Euroconférence La Baule*, 4-6.

Morelló J.R., Motilva M.J., Tovar M.J. et Romero M.P.(2004). Changes in commercial virginolive oil (cv Arbequina) during storage, with special emphasis on the phenolic fraction. *Food Chemistry*, 85:357-364

Morello J.R., Romero M.P. et Motilva M.J.(2006).Influence of seasonal conditions on the composition and quality parameters of monovarietal virgin olive oils. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 83(8):683-690.

Motilva.M.J et Romero.M.P.(2010). The Effect of the Ripening Process of the Olive Fruit on the Chlorophyll and Carotenoid Fractions of Drupes and Virgin Oils. *Olives and Olive Oil in Health and Disease Prevention*.ISBN: 978-0-12-374420-3.

Mraicha F., Ksantini M., Zouch O., Ayadi M., Sayadi S. et Bouaziz M.(2010). Effect of olive fruit fly infestation on the quality of olive oil from Chemlali cultivar during ripening.

N

Nkondjock A., Shatenstein B., Maisonneuve P. et Ghadirian P. (2003). Assessment of risk associated with specific fatty acids and colorectal cancer among French-Canadians in Montreal : a case-control study. *International Journal of Epidemiology*, 32 (2):200-209.

O

Ollivier D.1., Boubault E.1., Pinatel C., Souillol S., Guérère M.et Artaud Jacques.(2004). Analyse de la fraction phénoliques des huiles d'olive vierges.

Oliveira B.P.P.(2007). Chemometric characterization of three varietal olive oils (Cvs. Cobrançosa, Madural and Verdeal Transmontana) extracted from olives with different maturation indices. *Food Chemistry*, 1012:976-983.

P

Panza F., Solfrizzi V., Colacicco A.M., D'introno A., Capurso C., Torres F., Del Parigi A., Capurso S. et Capurso A. (2004). Mediterranean diet and cognitive decline. *Public Health Nutr.* 7: 959–963.

Perona J.S., Alonso A .et Gonzalez M .(2010).Virgin olive oil and blood pressure in hypertensive elderly subjects. *Olives and Olive Oil in Health and Disease Prevention*, 85:807-812.

Perona.J.S. and Botham.K.M.(2013).R.Aparicio and J. Harwood (eds.), Handbook of olive oil: Analysis and Properties,DOI 10.1007/978-1-4614-7777-8_18.

Perrin J. 1992. Minor Components and Natural Antioxidants of Olives and Olive *Oils*. *Rev. Franç.*

Perez-Jimenez F., Ruano J., Perez-Martinez P., Lopez-Segura F. et Lopez-Miranda J. (2007). The influence of olive oil on human health: not a question of fat alone. *Molecular Nutrition Food Research*, 51:1199-1208.

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. et 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.(1999). Influence des ravageurs et des maladies de l'olivier sur la qualité des huiles d'olive vierges.

Rallo R.L.(2002). La mejora varietal del olivo en Espana.

Roca M. et Minguez-Mosquera M. I. 2001. Change in the natural ratio between chlorophylls and carotenoids in olive fruit during processing for virgin olive oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 78: 133-138.

S

Scania P., Casu M. et Lai A.(1999). Recognition and Quantitation of Cis-vaccenic and Eicosenoic Fatty Acids in Olive Oils by C-13 Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy. *Lipids*. 34: 757759.

Scano ., Savador M.D., Aranda F., Gomez-Alonso S. et Fregapane G.(1999). Influence of extraction system, production year and high oleiv sunflower oil. *The Journal of Nutrition* .128:570-576.

Smith T., Yang G. et Seril D .(1998). Inhibition of 4-(methylnitrosamino)-1-(3-pyridyl)-1-butanone-induced Lung Tumorigenesis by Dietary Olive Oil and Squalene. *Carcinogenesis*. 19: 703-706.

Singleton V. I., Othofer R. et Lamuela-Raventos R. M. (1999). Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of Folin-Ciocalteu reagent. *Methods in enzymology*, 299:152-178.

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

T

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

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

Tovar M.J., Paz Romero M., Girona J. et Moltiva M.J. (2002). L-Phenylalanine ammonialyase activity and concentration of phenolic in developing olive (*Olea europaea* L cvArbiquina) fruit grown under different irrigation regimes. *Journal of Science of Food and Agriculture*, 82:892-898.

V

Veillet S. (2010). Enrichissement nutritionnelle de l'huile d'olive entre tradition et innovation.

Vossen P. (2013). Growing Olives for Oil. R. Aparicio and J. Harwood (eds.), *Handbook of Olive Oil: Analysis and Properties*, 19 .DOI 10.1007/978-1-4614-7777-8_2.

Annexes

Tableaux I : Caractéristiques des variétés d'olive

Caractéristiques	<i>Blanquette de Guelma</i>	<i>Chemlal</i>
Poids	Moyen	Faible
Forme	Ovoïde	Allongée
Symétrie	Légère asymétrique	Asymétrique
Position du diamètre transversal maximal	Centrale	Centrale
Sommet	Pointu	Pointu
Base	Arrondie	Arrondie
Mamelon	Absent	Absent
Présence de lenticelles	Nombreuses	Nombreuses
Dimension de lenticelles	Petites	Petites
Début de la véraison	Uniformément	Uniformément
Couleur en pleine maturation	Noire	Noire
Origine	Guelma	Kabylie
Synonymes	Pas de synonymes connus	<i>Chamlal</i> <i>Achamli</i> <i>Achemlal</i>
Diffusion	Assez répandue dans le Nord-Est constantinois	Occupe 40 du verger oléicole algérien
Utilisation	Huile	Huile
Rendement en huile	18 à 22	18 à 22
Rapport pulpe/ noyau moyen	05,58	/
Productivité	Moyenne et alternante	Elevée et peu alternante
Variété	Tardive	Rustique et tardive

Tableau II : Résultats des différents paramètres mesurés de la variété *Chemlal* au cours de la maturation.

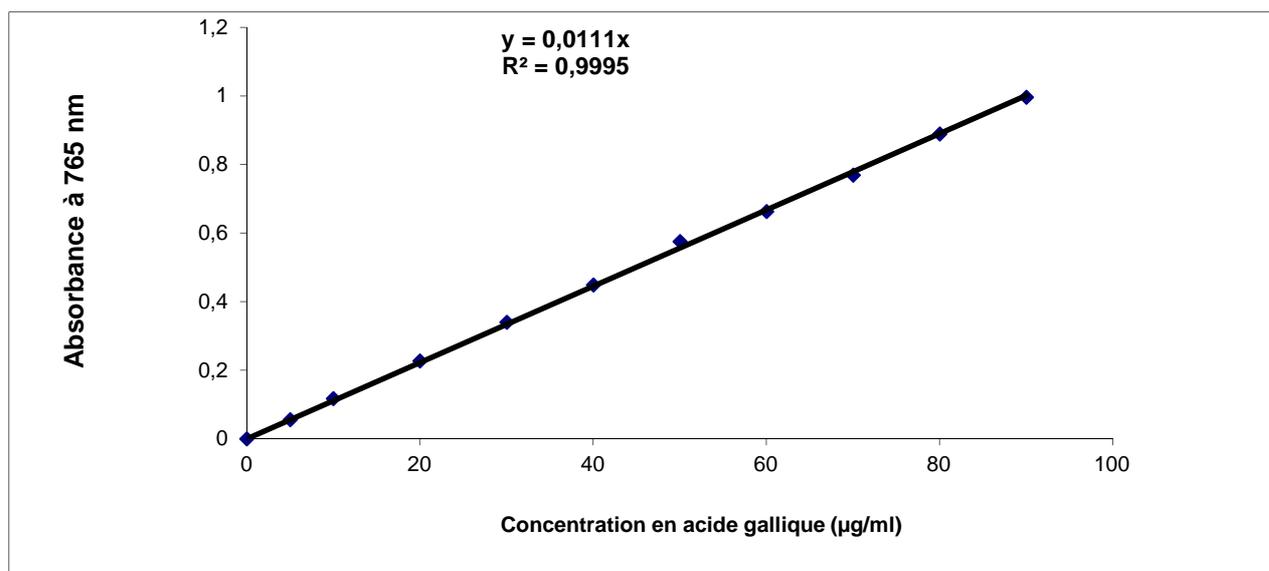
	Stades de maturité			
	Vert	Verte tacheté	Violet	Noir
Indice de maturité	1,39±0,01b	2,52±0,02d	3,24±0,04e	4,71±0,03g
Rendement (%)	27,11±1,04a	30,51±0,17b	34,50±1,27c	35,56±0,98e
Poids (g)	120,51±1,35a	131,1±1,2b	160,86±0,51c	165,25±0,70d
Humidité (%)	23,72±0,71c	23,00±0,93c	20,21±0,48ab	20,33±0,46b
Acidité (%)	0,14±0,01a	0,39±0,05be	0,59±0,08d	0,61±0,02de
Indice de peroxyde (meq d'O₂ /Kg)	5,17±0,76a	7,33±1,53b	3,33±0,58a	3,17±0,76a
Absorbance à 232nm	19,383±0,04e	22,277±0,05g	17,877±0,03e	22,050±0,05f
Absorbance à 270nm	1,935±0,04b	2,807±1,05ab	3,620±0,03ab	3,493±0,04ab
Chlorophylles (mg/Kg)	0,728±0,041	0,962±0,016	0,511±0,025	0,555±0,327
Caroténoïdes (mg/Kg)	0,88±0,06d	0,79±0,03d	0,40±0,05b	0,22±0,18a
Polyphénols (mg/Kg)	125,58±0,149b	176,48±0,223c	120,48±0,164b	63,76±0,095a
Ortho-diphénols (mg/Kg)	10,403±0,044a	23,660±0,106b	41,780±0,158d	35,292±0,157c
Indice d'amertume	1,027±0,004a	1,329±0,002d	1,254±0,008c	1,081±0,004b

- Les valeurs suivies par des lettres différentes présentent des différences significatives (p<0,05).

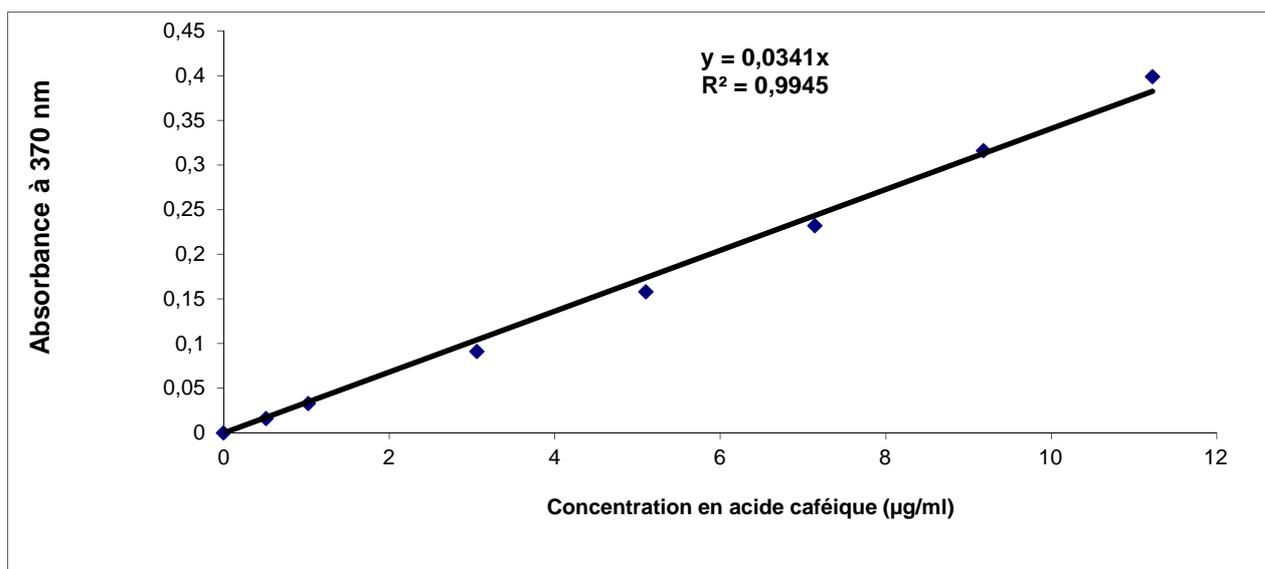
Tableau III : Résultats des différents paramètres mesurés de la variété *Blanquette de Guelma* au cours de la maturation.

	Stades de maturité			
	Vert	Verte tacheté	Violet	Noir
Indice de maturité	22,99±0,46a	21,25±1,32c	20,36±0,51f	18,72±0,64h
Rendement (%)	38,82±0,66d	42,15±1,27e	46,36±0,38f	50,617±1,68g
Poids (g)	185,425±0,16e	201,823±0,65f	218,221±0,58g	234,619±0,23h
Humidité (%)	22,99±0,46c	21,25±1,32b	20,26±0,51b	18,72±0,64a
Acidité (%)	0,41±0,01c	0,66±0,01c	0,31±0,04b	0,33±0,02b
Indice de peroxyde (meq d'O₂ /Kg)	4,507±1,32a	4,00±1,00a	2,83±0,29a	2,83±0,29a
Absorbance à 232nm	19,057±0,04d	15,443±0,04b	14,333±0,03a	15,393±0,08b
Absorbance à 270nm	4,497±0,04ab	1,900±0,00a	1,557±0,03a	1,547±0,03a
Chlorophylles (mg/Kg)	1,666±0,239c	2,147±0,025d	0,913±0,071b	0,608±0,057a
Caroténoïdes (mg/Kg)	1,80±0,01e	1,69±0,03e	0,87±0,05d	0,54±0,01c
Polyphénols (mg/Kg)	414,397±0,581e	392,97±0,55e	449,94±0,624f	333,09±0,46d
Ortho-diphénols (mg/Kg)	66,390±0,293f	73,116±0,279g	57,527±0,238e	41,860±0,163d
Indice d'amertume	2,333±0,007h	1,832±0,002f	1,987±0,011g	1,560±0,008e

- Les valeurs suivies par des lettres différentes présentent des différences significatives (p<0,05).



(a)



(b)

Figure 01 : Courbes d'étalonnage pour le dosage des composés phénoliques totaux (a) et des *ortho*-diphénols (b)

Résumé

Cette étude a pour but d'évaluer les caractéristiques physico-chimiques des huiles d'olive issue des deux variétés (*Blanquette de Guelma*, *Chemlal*) à quatre stades de maturité (vert, vert tacheté, violet, noir). Ces résultats ont montré l'influence de la variété et le degré de maturité sur la composition de l'huile d'olive extra vierge. En effet, des différences significatives ont été révélées pour tous les paramètres analytiques. Dans ce contexte, les huiles issues des olives vertes tachetées sont les plus riches en pigments chlorophylliens et caroténoïdes avec un maximum pour la variété *Blanquette de Guelma*. Les teneurs en polyphénols et *ortho*-diphénols diminuent considérablement au cours de la maturation des deux cultivars étudiés.

Mot clés : huile d'olive, maturation, qualité, composition, variété.

Abstract

The purpose of this study is to evaluate the physicochemical characteristics of the olive oils resulting from the two varieties (*Blanquette of Guelma*, *Chemlal*) at four stages of maturity (green, mottled, purple, black green). These results showed the influence of the variety and the degree of maturity on the composition of the extra virgin olive oil. Indeed, significant differences were revealed for all the analytical parameters. In this context, oils resulting from mottled green olives are richest in chlorophyllian and carotenoid pigments with a maximum for *Blanquette of Guelma*. The contents of polyphenols and *ortho*-diphenols decrease considerably during the maturation of both cultivars studied.

Key word: olive oil, maturation, quality, composition, variety.