

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université A. MIRA – Bejaïa.



Faculté de technologie.
Département de génie des procédés.
Spécialité : génie alimentaire.



Mémoire de Fin de Cycle
En vue de l'obtention du diplôme

MASTER

Thème

**Impact de la trituration des olives
sur la qualité de l'huile d'olive, cas
d'une huilerie traditionnelle.**

Présenté par :

BRAHIMI Habiba & BELABAS Djamila.

Soutenu le : **06 Juillet 2019**

Devant le jury composé de :

Mr. BOUKERROU Amar
Mr. MADANI Khodir
Mme. ACHAT Sabiha
Mr. TOUATI Lounis

Professeur Président.
Professeur Promoteur.
MCA Examinatrice.
MAA Co-promoteur.

Année universitaire : 2018 / 2019

REMERCIEMENTS

Avant de commencer tout développement sur cette expérience, nous adressons nos remerciements les plus sincères tout d'abord au « Bon Dieu » le plus puissant de nous avoir guidé vers le chemin du savoir et de nous avoir donné le courage, la patience et la santé qui nous ont été utiles tout au long de notre parcours.

Nous remercierons aussi notre encadreur Mr. MADANI qui a contribué d'une façon ou d'une autre à la réalisation de ce mémoire, et Mr. TOUATI pour : son aide, sa sympathie et ses conseils tout au long de la préparation de ce travail.

Nous remercions également Mr. BOUKERROU.A. d'avoir accepté de présider le jury de notre soutenance, ainsi que Mme. ACHAT.S. d'avoir accepté d'examiner notre travail.

Nous remercions également le directeur de l'ITAF et tout le personnel de nous avoir accueillis au sein de l'institut.

Enfin, nous tenons également à remercier Mme TAZRART et tous les membres de laboratoire BBBS, ainsi que toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Dédicaces

A mon père

Mon plus haut exemple et mon modèle de persévérance pour aller toujours de l'avant et ne jamais baisser les bras.

A ma mère

Pour son affection, sa patience, sa compréhension, sa disponibilité, son écoute permanente et son soutien.

A mes grands-parents que dieu les protège et les garde.

A ma sœur : Zohra et mon frère Mohamed salah, pour leurs encouragements et leurs soutiens moral.

A "Younes" : Aucun mot ne saurait t'exprimer mon profond attachement et ma reconnaissance pour le soutien et la gentillesse dont tu m'as toujours entouré.

A ma binôme "Habiba" pour ce travail d'équipe, ces aventures et fous-rires.

A mes cousines et cousins, à mes amies, à ma famille et à ceux qui me sont chers.

BELABAS Djamila.

Dédicaces

*A mon cher père qui m'a élevé et qui m'a soutenu tout au long de mes études
A ma chère maman qui m'a bercé depuis que j'ai été enfant et qui n'a jamais cessé
de témoigner sa tendresse. Elle veille toujours à ce que je réussisse dans mes
études.*

Que Dieu protège mes parents

A mon cher frère Aziz et sa femme Souad

A mes chères sœurs Lamia, Kahina

A mes nièces et neveux

*A "Yazid" : Aucun mot ne saurait t'exprimer mon profond attachement et ma
reconnaissance pour le soutien et la gentillesse dont tu m'as toujours entouré.*

A ma chère grand-mère que dieu la protège et la garde

A mes tantes et oncles

A mes cousines et cousins

A ma chère binôme Djamilia ainsi que sa famille

A toutes mes amies.

BRAHIMI Habiba

Table des matières

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction 1

Partie bibliographique

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

I.1. Définition de l'olive 2

I.2.Principales variétés d'oliviers 3

I.3. L'oléiculture, production 5

I.3.1.Oléiculture dans le monde 5

I.3.2. Oléiculture en Algérie 6

I.4.Définition de l'huile d'olive 7

I.5.La composition de l'huile d'olive 8

I.5.1. La fraction saponifiable 8

I.5.1.1.Les acides gras 8

I.5.1.2.Les triglycérides 9

I.5.2.La fraction insaponifiable 9

I.5.2.1.Les stérols 10

I.5.2.2.Les tocophérols 10

I.5.2.3.Les composés phénoliques 10

I.5.2.4.Les pigments 10

I.5.2.5.Les hydrocarbures 11

I.5.2.6.Les substances aromatiques 11

Chapitre II: La trituration et les facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive

II.1.Les facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive	12
II.1.1.L'effet du climat	12
II.1.2.L'effet de l'altitude	12
II.1.3.L'effet du sol	12
II.1.4.L'effet des ravageurs	12
II.1.5.L'effet du cultivar	13
II.1.6.Effet de la récolte et du stade de maturation.....	13
II.1.7.Effet du Transport et du stockage des olives.....	13
II.1.8.L'effet du système d'extraction	14
II.2.Qualité de l'huile d'olive.....	14
II.3.La trituration des olives	15
II.3.1.huilerie moderne	15
II.3.1.1.Procédé continue à trois phases	17
II.3.1.2.Procédé continue à deux phases	17
II.3.2.Huilerie traditionnelle.....	17
II.4. Effet de l'huile d'olive sur la santé.....	20

Matériels et méthodes

I.1.Objectif du travail	21
I.2.Matériel végétal	21
II.2.1.Extraction des huiles.....	21
I.3.Détermination sur les olives	23
I.3.1.Indice de maturité	23
I.4.Détermination des indices de qualité de l'huiles	24
I.4.1.L'humidité.....	24
I.4.2.La densité.....	25

I.4.3.L'acidité	25
I.4.4.L'indice de peroxyde	26
I.4.5.Le coefficient d'extinction spécifique dans l'UV	27
I.5.Dosage des pigments.....	28
I.6.Extraction et dosage des composés phénoliques	28
I.6.1.Extraction	28
I.6.2.Dosage des polyphénols totaux.....	29
I.6.3.Dosage des flavonoides	30
I.7.Etude de l'activité antioxydante de l'huile d'olive.....	31
I.7.1.Activité antiradicalaire du radical DPPH.....	31
I.7.2.Pouvoir réducteur.....	32

Résultats et discussions

II.1.Détermination sur les olives	33
II.1.1.Indice de maturité	33
II.2.Détermination des indices de qualité de l'huiles	33
II.2.1.L'humidité	33
II.2.2.La densité.....	34
II.2.3.L'acidité.....	34
II.2.4.L'indice de peroxyde	35
II.2.5.Le coefficient d'extinction spécifique dans l'UV.....	36
II.3.Dosage des pigments	38
II.4.Dosage des composés phénoliques.....	39
II.4.1.Dosage des polyphénols totaux	39
II.4.2.Dosage des flavonoides	40
II.5.Etude de l'activité antioxydante de l'huile d'olive.....	41
II.5.1.Activité antiradicalaire du radical DPPH	41
II.5.2.Pouvoir réducteur	42

Conclusion..... 44

Références bibliographiques

Annexes

Résumé

Liste des figures

N°	Titre	Page
1	Représentation schématique de l'olive	2
2	Les variétés dominantes au niveau du parc oléicole de la wilaya de Bejaia	5
3	La production mondiale de l'huile d'olive	6
4	La production Algérienne de l'huile d'olive	7
5	Photographie de mauvaise pratique du stockage des olives.	15
6	la récolte des olives	17
7	Photographie des meules.	19
8	Photographie de la presse et des scourtins.	19
9	Photographie des bacs à décantation.	20
10	Systèmes d'extraction de l'huile d'olive.	21
11	Photographie des différents échantillons avant extraction.	22
12	Photographie d'un Oléodoseur.	22
13	Photographie du broyeur à marteau.	23
14	Photographie du malaxage de la pâte.	23
15	Photographie de la centrifugation verticale.	23
16	Photographie des différents stades de maturation des olives.	24
17	Détermination de taux d'humidité.	25
18	Détermination de l'acidité	26
19	Détermination de l'indice de peroxyde.	27
20	Détermination de Coefficient d'extinction.	28
21	Extraction liquide-liquide.	30
22	Dosage des polyphénols totaux.	31
23	Dosage des flavonoïdes	31
24	Détermination de DPPH.	32
25	Détermination du pouvoir réducteur.	33

26	Le taux d'humidité de différents échantillons d'huile.	34
27	Densité des différents échantillons d'huile d'olive.	35
28	Acidité des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées.	36
29	Indice de peroxyde des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées.	37
30	Coefficient d'absorption spécifique à 232 nm des différents échantillons d'huiles.	38
31	Coefficient d'absorption spécifique à 270 nm des différents échantillons d'huiles.	39
32	Teneurs en chlorophylles et caroténoïdes des différents échantillons d'huiles.	40
33	Teneurs en polyphénols totaux des différents échantillons d'huiles.	42
34	Teneurs en flavonoïdes des différents échantillons d'huiles.	43
35	Activité antiradicalaire des extraits des différents échantillons d'huiles.	44
36	Pouvoir réducteur des extraits des différents échantillons d'huile.	45

Figures en annexe

1	Courbe d'étalonnage pour le dosage des polyphénols totaux avec l'acide galique.	Annexe I
2	Courbe d'étalonnage pour le dosage des flavonoïdes avec la quercitine.	Annexe II
3	Courbe d'étalonnage pour le pouvoir réducteur avec l'acide ascorbique.	Annexe III

Liste des tableaux

N°	Titre	Page
I	Les principaux constituants des différentes fractions de l'olive	3
II	Orientations variétales de l'olivier en Algérie	4
III	Production de l'huile de 2013 au 2018	7
IV	Composition de l'huile d'olive en acide gras	9
V	Les différents échantillons utilisés	24

Liste des abréviations

DSA : Statistiques de la direction des services agricoles.

DSASI : Direction des Statistique Agricoles et des Systèmes d'information.

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

IM : Indice de maturité.

A% : Acidité.

IP : Indice de peroxyde.

CEE : Communauté Economique Européenne

COI : Conseil Oléicole International

DPPH : 2,2-Diphenyl-1-picrylhydrazyl.

Mg EQ: Milligramme Equivalent de la quercitine.

Mg E AG : Milligramme Equivalent de l'acide galique.

Mg E A A : Milligramme Equivalent de l'acide ascorbique.

Rpm : Rotation par minute.

H.O : Huile d'olive.

H.P : Huile de pâte.

H.F : Huile finale.

Introduction

Introduction :

La culture de l'olivier en Algérie date de la plus haute antiquité, ses produits ont été l'une des activités fondatrices économiques essentielles des populations rurales et la culture a été largement gérée par les systèmes agricoles traditionnels (**Alloum, 1974; Oulebsir, 2008**). L'extraction des huiles d'olive a durant les dernières années connues des séries de transformations techniques et organisationnelles qui ont atteint un taux de développement appréciable (**Labdaoui, 2017**).

Les hydrocarbures sont des énergies fossiles non renouvelables et limitées dans le temps, l'Algérie, étant un pays dépendant exclusivement de ses richesses naturelles, doit diversifier son économie si elle veut s'immuniser contre les chocs pétroliers et échapper à une grave crise après la fin des hydrocarbures, qui d'ailleurs, s'annonce proche. L'oléiculture peut être une des alternatives prometteuses d'une indépendance économique aux hydrocarbures.

L'huile d'olive est la composante de base de régime méditerranéen. C'est une huile de table directement issue d'un fruit sans recourir à des étapes de raffinage. En effet, selon les normes officielles, l'huile d'olive ne peut être obtenue qu'à partir du fruit de l'olivier et uniquement par utilisation de procédés physiques. L'absence d'étape de raffinage permet à l'huile d'olive de conserver tous ses antioxydants car ils ne vont pas être éliminés lors de ce procédé (**Veillet, 2010**).

L'huile d'olive occupe une place importante dans l'alimentation humaine et dans l'utilisation médicinale grâce à sa teneur élevée en acide gras et ses composés mineurs tels que les composés phénoliques. L'intérêt nutritionnel des composés phénoliques réside dans leur forte capacité antioxydante qui pourrait prévenir ou ralentir l'apparition de certaines maladies dégénératives ainsi que les maladies cardiovasculaires (**Gigno et Jeune, 2010**).

La trituration des olives pendant de longues durées et dans quelques conditions, peut contribuer à la dégradation de la qualité des huiles. Ces faits sont le résultat de l'incapacité des huileries à traiter de grandes quantités d'olives à la fois ou l'inverse.

L'objectif de cette étude est la détermination de la qualité des huiles d'olives issue des différentes étapes de la trituration d'olives dans une chaîne de transformation traditionnelle (MAASRA).

Pour mener à bien ce travail, il nous a semblé important, dans un premier temps, de consacrer la première partie à une synthèse bibliographique. La seconde, fera l'objet d'analyses physicochimiques. Enfin, la dernière portera sur les résultats obtenus et leurs interprétations.

Partie
bibliographique

L'olive et l'huile d'olive



I.1.Définition de l'olive :

L'olive fruit de l'olivier, est une drupe à mésocarpe charnu, riche en lipides, indéhiscente, à noyau. Sa forme est ovoïde ou ellipsoïde. Contenant une importante quantité d'huile. Ses dimensions sont très variables suivant les variétés. Elle se compose de trois parties : la cuticule (épicarpe), la pulpe (mésocarpe) et le noyau (endocarpe) (Niaounakis *et al.*, 2006; Benlemlih et Ghanama, 2016).

L'épicarpe: c'est la peau de l'olive, qui est solidement attaché à la pulpe. A maturation, l'épicarpe passe de la couleur vert tendre (olive verte), à la couleur violette ou rouge (olive tournante) puis à la coloration noirâtre (olive noire) (Bianchi, 2003; Van der Vossen et Mkamilo, 2007).

Mésocarpe: c'est la pulpe du fruit. Elle représente 70 à 80% du poids du fruit, elle est constituée de cellules dans lesquelles sont stockées les gouttes de graisses qui formeront une grande partie d'huile environ 98% (Boskou, 2006; El Antari *et al.*, 2003).

Endocarpe: c'est un noyau fusiforme, très dur, sa forme et sa dimension varient suivant la variété. Il est formé de deux types de cellules, d'enveloppe et de graine appelée « amandon » à l'intérieur du noyau. L'albumen de la graine est très riche en huile (Bianchi, 2003; Rodriguez *et al.*, 2008).

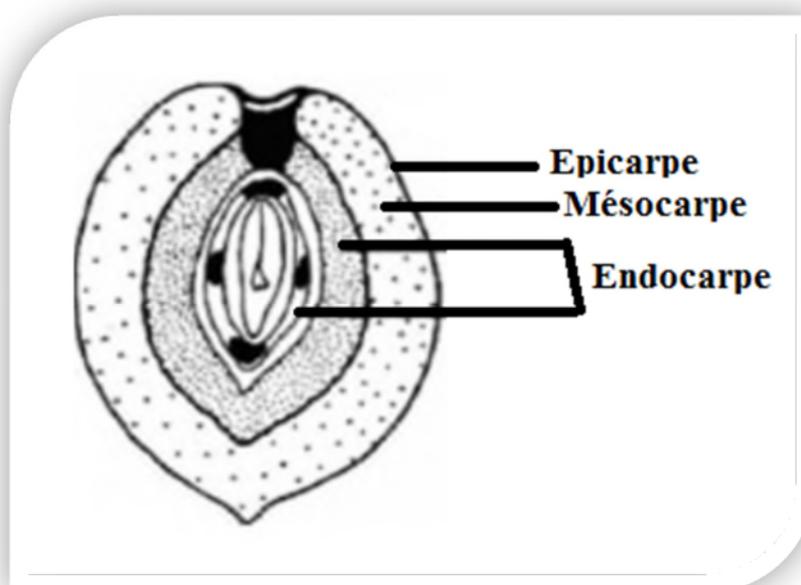


Figure 1: Représentation schématique de l'olive (Bandino et Dettori, 2001).

Les principaux constituants de l'olive sont l'eau, les polysaccharides et les triglycérides en plus d'autres constituants présents en petites quantités qui confèrent à l'huile d'une part, une partie de ses qualités gustatives et nutritionnelles et d'autre part sa stabilité oxydative

(Zamora et al., 2001; Gomez-Rico et al., 2008

Les principaux constituants de l'olive sont représentés dans le **tableau I**:

Tableau I: Les principaux constituants des différentes fractions de l'olive **(Ryan et Robards, 1998)**.

Fractions Constituants	Mésocarpe (%)	endocarpe (%)	La graine (%)
Eau	50-60	9,3	30
Triglycérides(Huile)	15-30	0,7	27,3
Sucres	3-75	41	26,6
Cellulose	3-6	38	1,9
Cendre	1-2	4,1	1,5
Composés phénoliques	2-2,5	0,1	0,5-1
Matière azotée	2-5	3,4	10,2
Autres composés	/	3,4	2,4

I.2. Principales variétés d'oliviers:

➤ En Algérie:

Les principales variétés d'oliviers cultivées en Algérie sont présentées sur le **tableau II**.

Tableau II: Orientations variétales de l'olivier en Algérie (COI, 2015b)

Variétés	Aire de culture	Destination
Sigoise	Ouest Algérien (Oranie, Tlemcen)	Table + Huile
Cornicabra	Ouest Algérien (Oranie, Tlemcen)	Table + Huile
Sevillane	Ouest Algérien (Plaine d'Oran)	Table
Chemlal	Centre Algérien Kabylie	Huile
Azeradj	Centre Algérien	Table+Huile
Bouchouk	Centre Algérien	Table+Huile
Boukhenfas	Centre Algérien	Huile
Limli	Est Algérien	Huile
Blanquette	Est Algérien	Table+Huile
Rougette	Est Algérien	Huile
Neb Djmel	Sud Est Algérien	Table + Huile
Frontoio	Centre et Est	Huile
Coratina	Centre et Est	Huile
Longue de Miliana	Centre et Ouest	Table+Huile
Ronde de Miliana	Centre et Ouest	Table+Huile
Ascolana	Ouest	Table
Hamma de Constantine	Est Algérien	Table
Bouricha	Est Algérien (Collo-Oued El Kebir)	Huile

➤ **A Béjaia:**

Les principales variétés d'oliviers cultivées à BEJAIA sont présentées sur la **figure 2**.

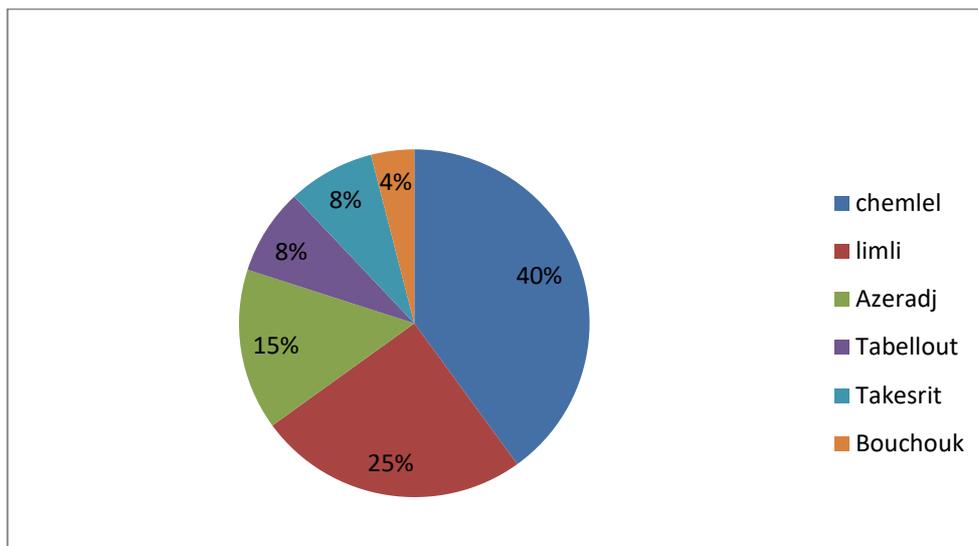


Figure 2: Les variétés dominantes au niveau du parc oléicole de la wilaya de Bejaia (DSA, 2018).

I.3.L'oléiculture, production:

I.3.1.L'oléiculture dans le monde :

La production d'huile d'olive a toujours été concentrée dans les pays méditerranéen tel que l'Espagne, la Grèce, le Maroc, la Tunisie et l'Algérie.

La production mondiale de la campagne 2017/18 d'huile d'olive pourrait, Selon les données communiquées par les pays, atteindre 3 315 000 t, soit une augmentation de 28 % par rapport à la campagne précédente. Par contre pour la campagne 2018/19 les pays membres du COI prévoient une production globale de 2 882 000 t, soit une diminution de 8 % par rapport à la campagne précédente. (COI, 2018).

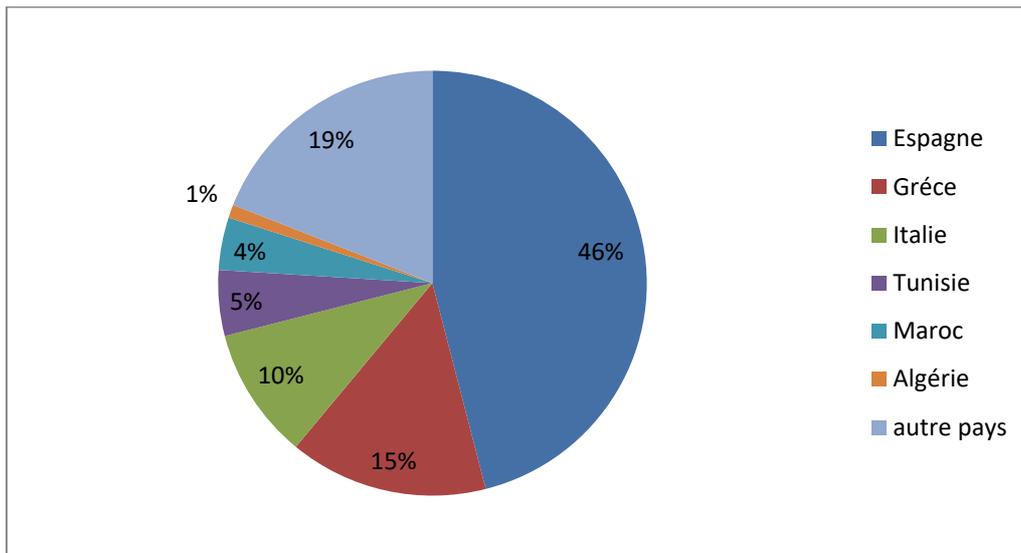


Figure 3: La production mondiale de l'huile d'olive (COI, 2016).

I.3.2. Oléiculture en Algérie :

L'Algérie se positionne après l'Espagne, l'Italie, la Grèce et la Tunisie qui sont par ordre d'importance les plus grands producteurs d'huile d'olive au monde (Benrachou, 2013).

L'oléiculture est la première richesse arboricole de l'Algérie, c'est la source de subsistance pour plusieurs familles. La production de l'huile d'olive a enregistré le niveau le plus élevé des 15 dernières années en atteignant plus de 900 000 hl à travers le territoire national, trois régions principales partagent sa production : la grande Kabylie (Tizi Ouzou), petite Kabylie (Bejaia, Bouira, Boumerdes) et une partie de l'Est (Jijel, Skikda, Sétif et Guelma). L'Algérie, veut développer son secteur oléicole, en augmentant les surfaces plantées et en modernisant les industries d'extraction d'huile d'olive, et ainsi se placer parmi les premiers producteurs d'huile d'olive (Slaimia, 2018).

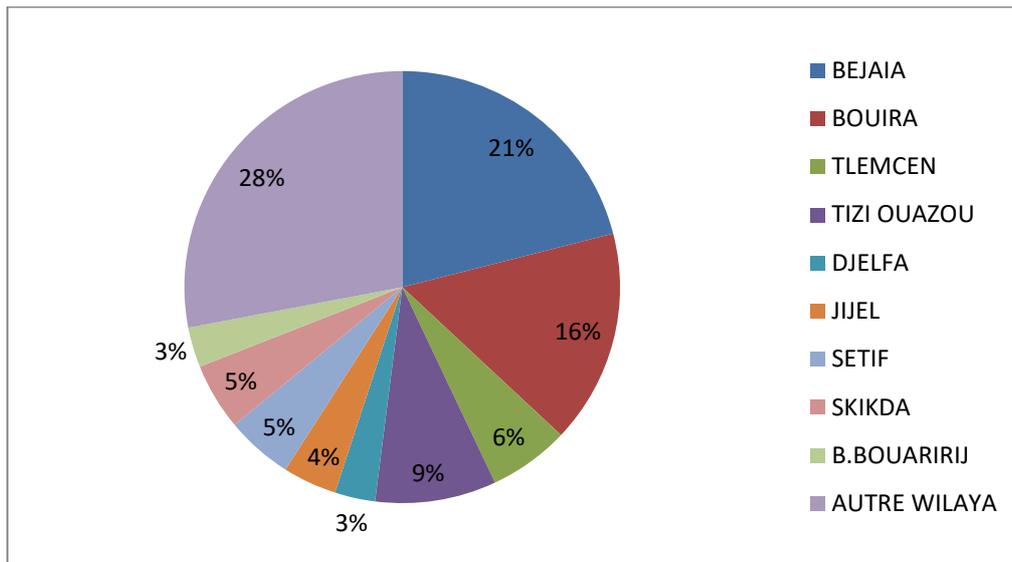


Figure 4: La production Algérienne de l'huile d'olive (DSASI, 2015).

Le tableau ci-dessous représente la production de l'huile d'olive des cinq dernières années à Bejaia.

Tableau III: production de l'huile de 2013 au 2018 (DSA, 2018).

Année	2013/2014	2014/2015	2015/2016	2016/2017	2017/2018
Production d'huile (hl)	123317,24	193310	212896,21	120523,59	181363,45

I.4. Définition de l'huile d'olive:

L'huile d'olive est une composante unique de régime méditerranéen (Tripoli *et al.*, 2005; Covas *et al.*, 2009). Elle provient uniquement du fruit de l'olivier. C'est un jus de fruit naturel extrait par des moyens mécanique, cependant sa qualité et ses caractéristiques organoleptiques dépendent d'un grand nombre de facteurs qui interviennent tout au long du processus de production, depuis la création des plantations et leur entretien jusqu'à l'extraction des olives pour l'obtention de l'huile (Ikhelif, 1992).

L'huile d'olive est quasiment la seule huile végétale à être consommée en l'état en gardant ainsi son patrimoine naturel en vitamines, en acides gras essentiels et en d'autres éléments naturels importants pour l'alimentation humaine (Cossentini et Khlif, 1997).

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

I.5.1.La fraction saponifiable :

La fraction saponifiable est constituée essentiellement de triglycérides et d'acides gras. Elle représente plus de 98 % de la composition des huiles d'olive (**Lazzez et al., 2006**).

I.5.1.1.Les acides gras:

Les acides gras sont des paramètres de qualité et d'authenticité des huiles d'olives. Ils peuvent se présenter à l'état saturé, mono-insaturé ou polyinsaturé. Comparée à d'autres huiles végétales, l'huile d'olive est caractérisée par sa richesse en acides gras mono-insaturés principalement l'acide oléique qui représentent 55% à 83%. (**Ajana et al., 1998; Salas et al., 2000; Keceli et Gordon, 2001**). L'huile d'olive est constituée aussi d'un pourcentage modéré d'acides gras polyinsaturés essentiels tels que l'acide linoléique et l'acide linoléique et d'acides gras saturés comme les acides palmitique et stéarique (**Baccouri et al., 2006**).

La teneur en acide gras de l'huile d'olive varie en fonction de la zone de production, l'altitude, le climat, la variété et le stade de maturation du fruit. Les limites de la composition en acides gras fixée par le **COI** sont représentées dans le **tableau IV**.

Tableau IV: Composition de l'huile d'olive en acide gras (COI, 2015a)

Acides gras	Formule brute	Limite de variabilité (%)
Acide myristique	C14:0	≤0,03
Acide palmitique	C16:0	7,5-20
Acide palmitoléique	C16:1n-7	0,3-3,5
Acide héptadécanoïque	C17:0	≤ 0,3
Acide héptadécénoïque	C17:1n-8	≤ 0,3
Acide stéarique	C18:0	0,5-5
Acide oléique	C18:1n-9	55-83
Acide linoléique	C18:2n-6	2,5-21
Acide α -linoléique	C18:3n-3	≤ 1,0
Acide arachidonique	C20:0	≤ 0,6
Acide gadoléique	C20:1n-9	≤ 0,4
Acide béhénique	C22:0	≤ 0,2
Acide lignocérique	C24:0	≤ 0,2

I.5.1.2. Les triglycérides:

Les triglycérides sont des esters d'acides gras et du glycérol. Les glycérides constituent le principal composant de huile d'olive, environ 98% (Ollivier *et al.*, 2004). Les principaux triglycérides présents dans l'huile d'olive et par ordre d'importance quantitative on trouve, la trioléine 'OOO' dont le taux est très élevé (47,54 à 58,34%), la dioléopalmitine 'POO' (18,72 à 21,81%), la dioléolinoléine 'OOL' (15,10 à 20,96%), la palmitooléolinoléine 'POL' (3,16 à 6,94%) et la dioléostéarine 'SOO' (2 à 5%) (Tanouti *et al.*, 2011).

I.5.2. La fraction insaponifiable:

L'insaponifiable correspond à l'ensemble des constituants d'un corps gras qui, après saponification, sont peu solubles dans l'eau et solubles dans les solvants des graisses. Les composants mineurs de l'huile d'olive représentent environ 2 % du poids de l'huile d'olive. Elle est constituée d'hydrocarbures, de stérols, de tocophérols, de composés phénoliques, et de pigments (chlorophylle, caroténoïdes) (Jacotot, 1993).

I.5.2.1. Les stérols:

Les stérols sont des lipides nutritionnellement importants, associés à la qualité de l'huile (**Rodríguez *et al.*, 2015**). Elles représentent les constituants majeurs de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive. Ils sont présents sous forme libre ou estérifiée avec les acides gras (**Philips *et al.*, 2002**).

Le principal stérol est le β -sitostérol qui représente jusqu'à 90 à 95 % de tous les stérols présents. L'huile d'olive est la seule huile qui contient un taux particulièrement élevé en ce type de stérols (**Viola, 1997**).

I.5.2.2. Les tocophérols:

Les tocophérols sont reconnus pour leur double action Bénéfique. En effet, ils ont tout d'abord l'atout d'être une vitamine liposoluble (vitamine E) et ils ont également une forte activité antioxydant (**Boskou *et al.*, 2006; Haddam *et al.*, 2014**). La teneur totale en tocophérols dans les huiles d'olive est très variable (**Gutierrez *et al.*, 1999 ; Boskou *et al.*, 2006**).

L'alpha-tocophérol représente à lui seul 90% de la totalité des tocophérols, mais on trouve également un peu de beta et gamma tocophérols, alors que le delta tocophérol n'est présent qu'à l'état de traces (**Psomiadou, 2000**).

I.5.2.3. Les composés phénoliques:

L'une des caractéristiques les plus importantes de l'huile d'olive est sa richesse en composés phénoliques. La teneur de ces composés varie d'un composé à un autre. Parmi les phénols libres qui se trouvent dans l'huile d'olive, nous pouvons citer le tyrosol et l'hydroxytyrosol. Les quantités présentes dans des huiles d'olive dépendent du degré de maturité des olives (**Talhaoui *et al.*, 2016**). Ces composés phénoliques contribuent fortement au goût piquant, à l'astringence et à l'amertume des huiles. D'autre part, ces composés contribuent largement à la stabilité de l'huile (**Haddam *et al.*, 2014**).

5-2-4- Les pigments:

L'huile d'olive contient essentiellement deux types de pigments colorés qui sont responsables de sa couleur caractéristique.

➤ **Les chlorophylles:**

Les chlorophylles sont des substances responsables de la nuance verdâtre caractéristique des huiles d'olive. Elle se trouve sous deux formes a et b (**Ben Mohamed *et al.*, 2015**).

Elles possèdent une action pro-oxydante en présence de la lumière. En absence de la lumière, ces composés jouent un rôle antioxydant (**Aparicio et Harwood, 2013**).

➤ **Les caroténoïdes:**

Les Caroténoïdes sont des composés terpéniques très conjugués. Ils sont impliqués également dans les mécanismes d'auto oxydation. Ils sont responsables des colorations rouge, orange et jaune des fruits et légumes. Le pigment caroténoïde le plus retrouvé dans l'huile d'olive est le β -carotène (Provitamine A), qui présente une action vitaminique et antioxydante (**Kataja-Tuomola, 2008; Nieves Criado *et al.*, 2008**).

I.5.2.5. Les hydrocarbures:

Le squalène est l'hydrocarbure prédominant dans l'huile d'olive. Il représente 40% des composés insaponifiables présents dans l'huile d'olive. L'huile d'olive contient aussi des hydrocarbures aromatiques à l'origine du parfum et du goût de l'huile d'olive. Ces substances aromatiques sont des composés volatils polaires présents en très faibles quantités. Ce sont le plus souvent des aldéhydes saturés comportant 7 à 12 atomes de carbone (**Olwivier *et al.*, 2005**).

I.5.2.6. Les substances aromatiques:

Il existe plus de cent composés responsables de l'arôme caractéristique de l'huile d'olive, ces composés proviennent des fruits et sont formés durant le broyage et le malaxage des olives (**Salas *et al.*, 2000**). Ces composés sont majoritairement des produits d'oxydation des acides gras. D'une manière générale, les enzymes endogènes présentes dans l'olive, dégradent les acides gras par des voies de lipoxygénase et ces produits de dégradation sont associés aux perceptions positives des arômes de l'huile (**Kalua *et al.*, 2007**).

*La trituration et les
facteurs influençant la
qualité de l'huile
d'olive*



II.1. Les facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive :

Les propriétés organoleptiques de l'huile d'olive vierge dépendent de divers facteurs à savoir la variété, les conditions climatiques, les techniques culturales et les facteurs technologiques. Toutes ses opérations reflètent sur les produits finals et justifient le prix de l'huile d'olive de qualité.

II.1.1. L'effet du climat:

Le climat délimite les zones de culture de l'olivier. Elles exercent une influence sur la maturation du fruit et donc sur la composition chimique et la qualité de l'huile (Aparicio *et al.*, 1994). Les précipitations affectent la composition en acides gras et des composés phénoliques dont le rôle sur les caractéristiques organoleptiques et la qualité de l'huile est significatif (Ben Mohamed *et al.*, 2015).

II.1.2. L'effet de l'altitude :

Les olives cultivées dans différentes zones géographiques présentent des caractéristiques différentes. Ainsi, la qualité de l'huile d'olive affectée par l'altitude, notamment sa composition en acide gras. De même, elle présente un effet sur l'acidité, l'indice de peroxyde et la teneur en polyphénols (Aparicio et Harwood, 2013).

II.1.3. L'effet du sol :

L'environnement physique d'implantation, la nature du sol, son PH et sa composition chimique peuvent avoir une incidence sur la qualité de l'huile résultante. En général, les terres grasses produisent des huiles moins aromatiques que les terres maigres avec des arbres moins productifs. De plus, les huiles provenant des sols calcaires ont une acidité plus base que celles des sols argileux (Ouaouich et Chimi, 2007).

II.1.4. Effet des ravageurs :

Les insectes ravageurs tel que *Bactrocera oleae* ont une action nuisible qui peut intervenir sous différentes formes et notamment par la destruction ou la détérioration des olives. Ces insectes ravageurs peuvent affecter l'huile d'olive et les olives (Malheiro *et al.*, 2015).

II.1.5. Effet du cultivar:

Le cultivar joue un rôle important sur la qualité de l'huile d'olive. Il agit sur les caractéristique du fruit (taille, rapport pulpe/noyau, cycle de maturation) et sur les constituants principaux et secondaires de l'huile (**cimato, 1990**). Chaque variété donnera une huile d'olive avec un profil sensoriel qui lui est propre.

II.1.6. Effet de la récolte et du stade de maturation :

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.

Le stade de maturation des olives influence la qualité de l'huile et sa composition, à stade vert, les olives sont peu riches en huile et en composés phénoliques (**El Antari et al., 2000**). A stade noir favorise la chute des olives, ces derniers donnent des huiles moins aromatisées, moins riches en composés phénoliques à activité antioxydante.

Les olives ont tendance à être plus acides en fonction du temps de séjour sur le sol, et absorbent des odeurs étrangères (**Ouaouich et Chimi, 2007**).

L'époque optimale de récolte doit être déterminée pour chaque variété d'olive et par région oléicole. La méthode de cueillette est l'un des facteurs ayant une incidence sur la qualité de l'huile; la récolte au sol des olives tombées subissent des lésions qui facilitent la pénétration et le développement des microorganismes ce qui conduit à la dégradation de la qualité de l'huile d'olive qui se traduit par une augmentation de l'acidité (**chimi, 2001**).

II.1.7. Effet du Transport et du stockage des olives :

Les olives sont généralement logées dans des sacs en jute ou en nylon, l'entassement des sacs les uns sur les autres, provoque des blessures des olives ce qui conduit au déclenchement de processus biologiques responsables de la détérioration de la qualité de l'huile (**Ouaouich et Chimi, 2007**). Plus le temps de stockage est long et plus l'acidité libre tend à augmenter, ce qui agit sur la qualité organoleptique des huiles produites, après la récolte et avant le broyage, les olives ne doivent pas être stockées pendant plus de 24 à 48 heures (**COI, 2016; gharbi et al., 2015**).



Figures 5: Photographie de mauvaise pratique du stockage des olives.

II.1.8. Effets du système d'extraction :

Le système d'extraction constitue un paramètre déterminant pour juger de la bonne qualité de l'huile d'olive (**Dhifi et al., 2006**). deux systèmes d'extraction sont utilisés : système traditionnelle et système moderne. Dans le cas du premier système, l'emploi de scourtins sales ou l'usage de disques métalliques peuvent avoir des effets négatifs sur la qualité de l'huile. Dans le second systèmes, des températures élevées peuvent altérer la qualité des huiles produites (**Di Giovacchino et al., 1994**).

Mise à part le choix du système d'extraction pour l'obtention d'une huile d'olive de qualité, chaque étape de fabrication de l'huile, depuis l'effeuillage et le lavage, jusqu'à la séparation de l'huile, doit être menée dans les meilleures conditions pour empêcher l'altération de l'huile et l'apparition de défauts dans le produit fini.

I.2. Qualité de l'huile d'olive:

Pour avoir une bonne qualité d'huile d'olive vierge avec des caractéristiques répondant aux normes du conseil oléicole international, il faut veiller à toutes les opérations (production, transformation, conditionnement et emballage) de manière qu'elles soient effectuées avec soins par des techniques culturales convenables qui sont les suivantes :

- Effectuer la récolte des olives à maturité appropriée ;
- Cueillir les olives sur l'arbre, à la main ou par secouage mécanique ;
- Transporter les olives au plus vite à l'unité pour l'extraction de l'huile dans un délai ne dépassant pas 72 heures ;
- Travailler à l'huilerie dans des conditions de propreté maximales et observer les règles

strictes d'hygiène pour éviter tout type de contamination ;

- Appliquer la conduite technologique de trituration des olives en respectant les normes appropriées pour chaque opération ;
- Séparer le plus possible l'huile d'olive du moût et stocker dans les cuves ou citernes ;
- Eviter toute altération de l'huile au cours de stockage et la protection contre la lumière, l'air et la chaleur ;
- Nettoyage générale des installations et des machines
- Utilisation des bouteilles en verre fumé pour la conservation des huiles (**Chimi, 2006**).

II.3.La trituration des olives:

II.3.1.Huilerie moderne :

❖ La récolte des olives:

Il existe plusieurs techniques de récolte des olives: à la main, avec des supports mécaniques (une sorte de râteau automatique), des machines qui balance l'arbre faisant tomber les olives.

La méthode la plus respectueuse est la récolte à la main, c'est l'opération qui convient le mieux pour obtenir une meilleure qualité de l'huile vierge car les olives sont cueillies sélectivement selon leur degré de maturité (**Ouaouich et Chimi, 2007**).



Figure 6: la récolte des olives (**OLIVÆ, 2015**).

❖ **L'effeuillage et lavage:**

Cette étape consiste à se débarrasser de toutes les brindilles et les feuilles par ventilation (**Chimi, 2006**). Cette opération est nécessaire pour éviter une coloration trop verdâtre de l'huile se traduisant par un excès d'amertume (**Ouaouich et Chimi, 2007**). Après l'effeuillage, il convient de procéder au lavage des olives, pour les débarrasser de toutes les impuretés, (terre, poussière, résidus des produits phytosanitaires) qui risquent d'altérer la qualité de l'huile d'olive vierge car certaines traces métalliques dans les terres sont des catalyseurs de l'oxydation de l'huile réduisant ainsi sa conservation (**Uzzan, 1994 ; Chimi, 2001**).

❖ **Le broyage:**

Les broyeurs entièrement métalliques sont les appareils préférés dans les installations modernes à cycle continu dont la vitesse de rotation est de 1200-3000 tours par minute. Ils sont mus par des moteurs d'une puissance de 10 à 40 Kw (**Di Giovacchino, 2000**). Ces derniers ont tendance à augmenter l'émulsion entre l'huile et l'eau.

Le broyage a pour but de dilacérer les cellules de la pulpe et de faire sortir les gouttelettes d'huile de la cavité centrale (vacuole), de manière à ce qu'elles puissent se réunir et former des gouttes aux dimensions plus grandes qui soient, en mesure de se séparer des autres phases (liquides et solides) de la pâte. Ainsi, les olives sont broyées de façon à ce que la pulpe soit complètement désagrégée et les noyaux cassés. Les broyeurs métalliques ont tendance à augmenter l'émulsion entre l'huile et l'eau (**Benrachou, 2013**).

❖ **Le malaxage:**

Quelle que soit la technique de trituration, une étape est indispensable avant la séparation des différentes phases de la pâte, il s'agit du malaxage. Ce dernier, a pour but d'augmenter le rendement à l'extraction et d'homogénéiser la pâte d'olive, mais il va également et surtout permettre la coalescence des gouttelettes d'huile. Selon le procédé de trituration utilisé, de 1 à 3 bacs de malaxage peuvent être montés en série. Le malaxage se fait par rotation lente d'une vis sans fin qui va retourner continuellement la pâte. Le temps de malaxage varie en général entre 15 et 30 minutes (**Veillet, 2010**).

❖ **L'extraction d'huile:**

L'extraction de l'huile d'olives se fait par centrifugation de chaînes continues à deux et trois phases. Elle utilise des centrifugeuses horizontales appelée « décanteurs », qui permettent l'amélioration des rendements et la productivité des huileries (**chimi, 2006**).

II.3.1.1. Procédé continue à trois phases:

Après le malaxage, la pâte est envoyée à l'aide d'une pompe doseuse à vitesse variable vers une centrifugeuse horizontale tournant approximativement 3000t/mn où se produit une séparation des trois phases (le grignon, huile et la margine) pour passer ensuite dans des centrifugeuses verticales finales, pour séparer l'huile des margines. Avec ce système il est nécessaire de fluidifier la masse d'olive par ajout d'une quantité d'eau qui varie selon sa texture (**Del caro et al., 2006**).

II.3.1.2. Procédé continue à deux phases:

Ce procédé ne nécessite pas ou peu d'injection d'eau. Ce système appelé également système écologique, utilise une seule centrifugeuse permettant de séparer l'huile et les grignons humidifiés par les eaux de végétation prévenant de l'olive (**Chimi, 2006**).

II.3.2. Huilerie traditionnelle :

Dans les unités traditionnelles (maasras), le processus d'extraction de l'huile consiste en a broyage des olives par des meules qui fonctionnent avec de l'énergie humaine ou animale.

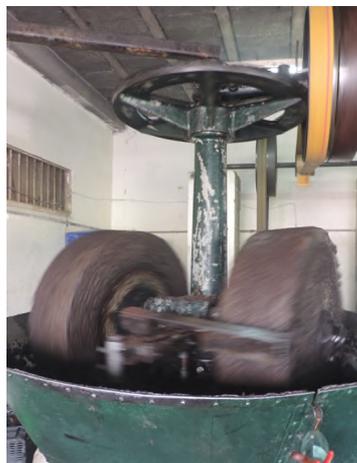


Figure 7: Photographie des meules.

L'étape suivante consiste en la séparation de la phase solide et de la phase liquide. La presse est utilisée depuis les débuts de la fabrication de l'huile d'olive. A l'origine, la pâte d'olive était placée dans des doubles disques de fibre de coco tressée, reliés par le bord extérieur et percés au centre, appelés « scourtins ». Le moulinier chargeait la pâte dans ces derniers, puis empilait les disques avant de les presser à la force des bras (**Chimi, 2006**).



Figures 8: Photographie de la presse et des scourtins.

Le principe reste le même aujourd'hui, mais les fibres de coco ont été remplacées par des fibres de nylon et les disques ne sont plus reliés entre eux par le bord extérieur. Cela permet un meilleur nettoyage des disques. La durée totale de l'opération du pressage varie entre 45 à 60 mn. Le système de presse manuelle a également été remplacé par un système hydraulique plus puissant et automatisé (**Chimi, 2001**).

Le mélange eau/huile va sortir de l'empilement des scourtins soit par le bord extérieur, soit par l'aiguille centrale. Les matières solides restent quant à elles emprisonnées dans les fibres de nylon.

La méthode utilisée pour la séparation est donc la décantation gravitationnelle. Pour cela les phases liquides sont placées dans des cuves et le moulinier laisse reposer les phases, puis retire l'eau de végétation afin de ne conserver que l'huile d'olive (**Veillet, 2010**).



Figure 9: Photographie des bacs à décantation.

La figure suivante récapitule les trois systèmes d'extraction:

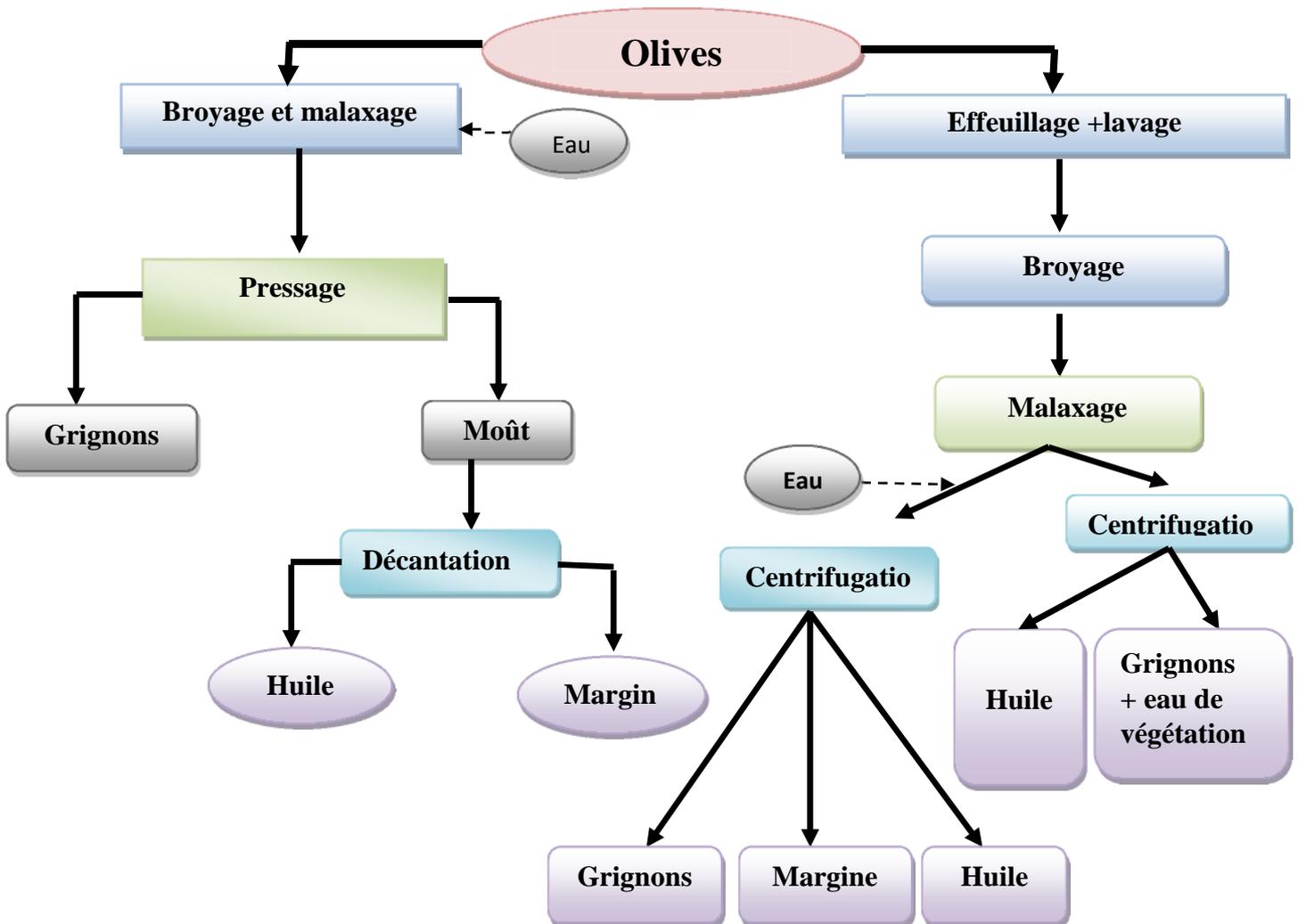


Figure 10: Systèmes d'extraction de l'huile d'olive (Chimi, 2006).

I.4. Effet de l'huile d'olive sur la santé :

Des études révèlent que les modèles alimentaires les plus traditionnels sont liés à une espérance de vie plus longue et à un meilleur état de santé. Parmi ces régimes se trouve le régime méditerranéen, dans laquelle l'huile d'olive a une place importante (**OLIVÆ, 2015**).

L'utilisation de l'huile d'olive en médecine date depuis les époques les plus anciennes. Le rôle des huiles est de participé de façon substantielle à la satisfaction des besoins énergétique de l'individu. Un des atouts de l'huile d'olive est sa richesse en acide oléique.

Grace à l'acide oléique contenu dans l'huile d'olive, les risques des maladies cardiovasculaires est diminué, tout en abaissant le taux des niveaux de cholestérol de la lipoprotéine de faible densité (LDL) et en augmentant celui des cholestérols à haute densité de lipoprotéine (HDL) et de protéger ces derniers de l'oxydation, il a aussi un effet protecteur vis-à-vis les cellules endothéliales, et il améliore la vitesse d'incorporation des triglycérides dans les lipoprotéines (**Huang et Sumpio, 2008**).

Les composés phénoliques de l'huile d'olive inhibent l'effet de l'enzyme responsable dans le développement de certains cancers, comme celui du sein, du colon ou de la prostate (**Lamy et al., 2014**). Comme ils ont la possibilité d'empêcher le risque de maladie d'Alzheimer, les déficits de mémoire et éviter le vieillissement. Ils permettent aussi de diminuer certains médiateurs de l'inflammation, comme ils possèdent une activité immunomodulante (**Gigon et Le Jeune, 2010 ; Servili et al., 2014**).

L'huile d'olive empêche également la motilité gastrique. Comme elle empêche partiellement l'absorption de cholestérol par le petit intestin en raison de la présence du sitostérol. Elle mobilise également l'absorption de divers minéraux tels que le calcium, le fer et le magnésium (**Jones et al., 2007**).

Partie
expérimentale

Chapitre I:

Matériels et méthodes



I.1.Objectif du travail :

Le but de cette étude est le suivi de la qualité et du pouvoir antioxydant des huiles d'olives à travers les différentes étapes de la trituration d'olive dans une chaîne de transformation traditionnelle (MAASRA).

I.2.Matériel végétal:

Le matériel végétal qu'on a utilisé dans ce travail est la variété d'olives chemlal de l'ouest d'Algérie l'olive qui a été récolté durant la campagne 2018/2019 au niveau de l'ouest d'Algérie. Le transport des échantillons a été effectué dans des caisses en plastiques aérées. La figure ci-après récapitule les différents échantillons avant l'extraction.



Figure 11: Photographie des différents échantillons avant extraction.

I.2.1.Extraction des huiles:

L'extraction de l'huile à partir d'olives et à partir de la pâte d'olives est effectuée au niveau de la station expérimentale de l'I.T.A.F.V de takerietz le 05/12/2018 au moyen d'un oléodoseur. Les différentes étapes de l'extraction : broyage, malaxage et centrifugation.



Figure 12: Photographie d'un Oléodoseur.

- Broyage : réalisé par un broyeur à marteaux



Figure 13: Photographie du broyeur à marteaux.

- Malaxage : effectué dans des bacs en inox tournant pendant 40mn sans ajout d'eau;



Figure 14: Photographie du malaxage de la pâte.

- Centrifugation : réalisée à l'aide d'une centrifugation verticale pendant 1 à 3 minutes avec une vitesse de 4000 tours /min. cette opération permet la séparation entre la phase liquide et la phase solide de la pâte malaxée.



Figure 15: Photographie de la centrifugation verticale.

Le **tableau** ci-dessous nous montre les échantillons d'huile obtenu après décantation:

Tableau V: les différents échantillons utilisés.

Echantillon 1	L'huile est extraite à froid à l'aide d'un oléodoseur.	Huile Olive
Echantillon 2	Les olives sont broyées et malaxer dans l'huilerie traditionnelle et centrifuger à l'aide de l'oléodoseur.	Huile Pâte
Echantillon 3	Les olives sont extraites dans l'huilerie traditionnelle.	Huile finale

Ces derniers sont recueillis dans des flacons en verre ombrés de 30 ml, remplis, étiquetés et conservés dans un congélateur en attendant d'être analysés.

I.3. Analyses effectués sur les olives:

I.3. Indice de la maturité des olives:

Cent fruits de variété ont été choisis au hasard. 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 (COI, 2011).



Figure 16: Photographie des différents stades de maturation des olives.

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

$$IM = [(0*n0) + (1*n1) + (2*n2) + (3*n3) + (4*n4) + (5*n5) + (6*n6) + (7*n7)] / 100$$

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

I.4.Détermination des indices de qualité de l'huile:

I.4.1.L'humidité:

Le taux d'humidité ou teneur en eau est la perte de masse que subit l'échantillon, après séchage à une température voisine de 105°C, dans une étuve isotherme et à une pression atmosphérique, celui-ci est régulièrement pesé après refroidissement au dessiccateur jusqu'à obtention d'un poids constant. (Agar et al., 1998).



Figure 17: Détermination de taux d'humidité.

Ce taux est exprimé en pourcentage massique selon la formule ci-après :

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

Où :

H (%) : l'humidité est exprimée en pourcentage de masse.

P: le poids de la capsule et la prise d'essai avant séchage.

P_s : le poids de la capsule et la prise d'essai après le séchage.

P_0 : le poids de la capsule vide.

I.4.2.La densité (masse volumique):

Elle représente le quotient de la masse par le volume de l'huile. Désignée souvent par l'appellation «densité ». La masse volumique dépend de la composition chimique de l'huile et de la température. A l'aide d'un pycnomètre on mesure la masse de ce dernier vide puis remplis d'eau et aussi remplis d'huile (AFNOR, 1984).

La densité est donnée par l'expression suivante:

$$D = \frac{m_h - m_0}{m_e - m_0}$$

Où :

m_h : masse du pycnomètre remplis d'huile.

m_0 : masse du pycnomètre vide.

m_e : masse du pycnomètre remplis d'eau.

I.4.3.L'acidité:

Elle nous renseigne sur le pourcentage d'acides gras libres. La mesure de l'acidité est réalisée selon la méthode normalisée par le règlement CEE/2568/91.

Une prise d'essai de 3,5g d'huile est dissout dans 25 ml du mélange d'oxyde diéthylique-éthanol à 95% (v/v). Les acides gras présents sont titrés à l'aide d'une solution d'hydroxyde de potassium (0,1N) en présence de phénolphtaléine jusqu'à coloration rose.



Figure 18: Détermination de l'acidité

Le résultat de l'acidité est exprimé en % d'acide oléique par la formule suivante :

$$A [\%] = (V \times N \times 282) / 10 \times PE$$

V:Volume de la tombée de burette (en ml)

N:normalité de la solution de KOH

PE : La prise d'essai en g

282 : Poids moléculaire de l'acide oléique 282g/mol.

I.4.4.L'indice de peroxyde:

L'indice de peroxyde représente la quantité des substances de l'échantillon qui oxydent l'iodure de potassium avec libération diode, exprimée en milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme. (Leroy, 2011).L'indice de peroxyde est déterminé selon la méthode normalisée par le règlement CEE/2568/91.

Une prise d'essai de 2 g d'huile est mise en solution dans 10 ml de chloroforme, 15ml d'acide acétique et 1ml d'une solution d'iodure de potassium saturée sont ajoutés. On agite pendant 1minute et on laisse la solution obtenue à l'obscurité pendant 5 minutes. 75 ml d'eau distillée sont ajoutées ainsi que quelques gouttes d'empois d'amidon, le tout est titré avec le thiosulfate de sodium (0,01 N) en agitant vigoureusement.



Figure 19: Détermination de l'indice de peroxyde.

L'indice de peroxyde est exprimé en milliéquivalents d'oxygène par kilogramme, par l'expression ci-après:

$$IP = N (V - V_0) * 1000 / m$$

Où:

N: normalité $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0,01 N);

V, V_0 : volume en ml de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ nécessaire pour le titrage de l'échantillon et de l'essai à blanc respectivement

m : masse en gramme de la prise d'essai 2 g.

I.4.5. Coefficient d'extinction spécifique dans l'ultraviolet:

Cette analyse consiste à déterminer les coefficients d'extinction K232 et K270 calculés à partir de l'absorption à 232 et 270 nm qui correspondent au maximum d'absorbance des hydroperoxydes et des produits secondaires d'oxydation, respectivement (Alais *et al.*, 2003). (Tanouti *et al.*, 2010). L'extinction spécifique dans l'UV a été déterminée selon la méthode décrite par le C.O.I. (1996).

Une prise d'essai de 0,25g d'huile a été mise dans une fiole de 25ml et le cyclohexane a été ajouté jusqu'au trait de jauge. Les absorbances à deux longueurs d'ondes 232 et 270 nm ont été mesurées.



Figure 20: Détermination de Coefficient d'extinction.

Les extinctions spécifiques à 232 et 270 nm sont exprimées par les équations suivantes :

$$K=A(\lambda)/C*L$$

K: extinction spécifique à la longueur d'onde λ

A(λ): absorbance à λ nm.

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

L : épaisseur de la cuve en centimètre.

I.5.Dosage des pigments:

cette analyse consiste à déterminer les absorbances des chlorophylles et caroténoïde a des longueurs d'onde de 670 et 470nm respectivement. Les carotènes et les chlorophylles ont été déterminés suivant la méthode décrite par (Allalout et al., 2009).

7.5g d'huile ont été dissous dans le cyclohexane et portés à un volume final de 25 ml. Les absorbances à deux longueurs d'ondes 470 et 670 nm ont été mesurée on utilisant le cyclohexane comme blanc.

Les teneurs en pigments sont déterminées par les formules suivantes:

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

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

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

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

613: coefficient d'extinction pour les chlorophylles.

2000: coefficient d'extinction pour les caroténoïdes.

I.6.Extraction et dosage des composés phénoliques:

I.6.1.Extraction:

les composés phénoliques représentent la fraction polaire de l'huile qui sont généralement obtenus par extraction liquide-liquide avec du méthanol à 80%.(Boskou, 2000).

8g d'huile ont été dissouts dans 8ml de méthanol/eau (80/20, v/v), après une agitation de quelques secondes, la solution résultante est centrifugée à 3800rpm pendant 15mn. Le

surnageant obtenu est récupéré dans des tubes. Ces derniers sont ajustés à 25ml avec une solution de méthanol à 80%. (Ollivier *et al.*, 2004).

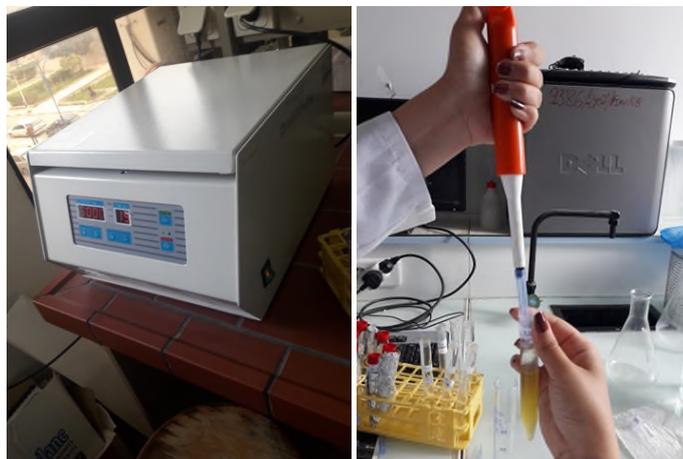


Figure 21: Extraction liquide-liquide.

I.6.2. Dosage des polyphénols totaux :

Les polyphénols totaux sont dosés par le suivi de leur capacité à réduire les acides Phosphotungstiques ($H_3PM_{12}O_{40}$) et phosphomolybdiques ($H_3PW_{12}O_{40}$), contenus dans le réactif de Folin-Ciocalteu en oxydes de tungstène et molybdène. Ces derniers présentent une coloration bleutée qui est proportionnelle à la quantité des polyphénols présents dans les échantillons (Singleton *et al.*, 1999).

L'estimation de la teneur en composés phénoliques a été réalisée selon la méthode utilisée par (Favati *et al.* 1994).

Dans une fiole de 20 ml, on met 2ml d'extrait phénolique, 5 ml d'eau distillée et 0,5 ml de réactif de Folin-Ciocalteu. Après 3 min, 4 ml de solution de carbonate de sodium (10%) sont ajoutés ensuite ajuster à 20 ml avec de l'eau distillée. Après 90 min d'incubation à l'obscurité, le mélange est filtré et l'absorbance est mesurée au spectrophotomètre à 765nm.

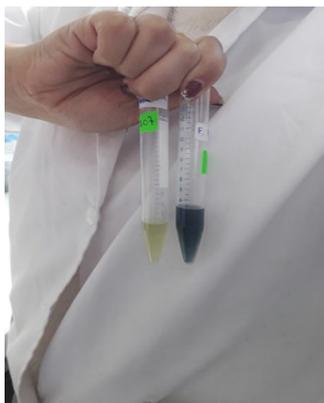


Figure 22: Dosage des polyphénols totaux.

Les résultats sont exprimés en mg équivalent d'acide gallique par kg d'huile En se référant à la courbe d'étalonnage (**Annexes 1**) obtenue en utilisant l'acide gallique.

I.6.3. Dosage des flavonoïdes:

Ce dosage est basé sur les propriétés chélatrices des flavonoïdes essentiellement les flavones et les flavols qui possèdent la fonction 4-céto-5-hydroxyle qui interagit avec les ions Al^{+3} (**Apak et al, 2007**).

La teneur en flavonoïdes est estimée par la méthode de (**Djerdane et al. 2006**). 2 ml d'extrait méthanolique et 2 ml d'une solution méthanolique de trichlorure d'aluminium($AlCl_3$) à 2% sont mélangés. Après 15mn d'incubation à l'obscurité, l'absorbance est lue à 430nm à l'aide d'un spectromètre.

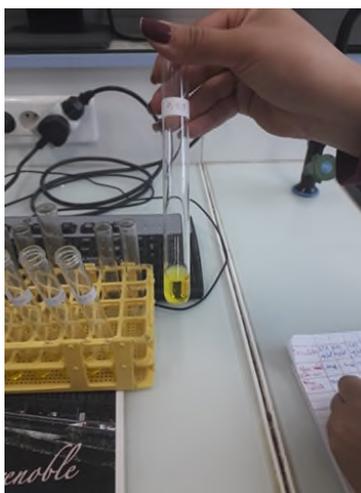


Figure 23: Dosage des flavonoïdes

Les résultats obtenus sont exprimés en mg équivalent de quercétine par kg d'huile, à partir d'une courbe d'étalonnage (**Annexe 2**) réalisé avec la quercétine comme standard.

I.7. Etude de l'activité antioxydante de l'huile d'olive:

I.7.1. Activité antiradicalaire du radical DPPH:

Cette méthode est basée sur la capacité des extraits à réduire le DPPH qui est de couleur violette en solution vire vers une couleur jaunâtre lorsque son électron célibataire est apparié avec un hydrogène provenant d'un antioxydant (**Boskou *et al.*, 2006**). L'intensité de la couleur est inversement proportionnelle à la concentration d'antioxydants et au temps de la réaction (**Kroyer, 2003; Es-Safi *et al.*, 2007**).

2.9ml de solution de DPPH (6.10^{-5} M) sont ajoutés à 0.1 ml de l'extrait méthanolique. Après 30 min d'incubation à l'obscurité, l'absorbance est mesurée à 515 nm. (**Krichene *et al.*, 2010**).



Figure 24: Détermination de DPPH.

L'activité antioxydante est donnée par la formule suivante :

$$A(\%) = (A_0 - A_1) / A_0 * 100.$$

A₀ : l'absorbance de la solution de DPPH

A₁ : l'absorbance de la solution de DPPH plus l'extrait.

I.7.2. Pouvoir réducteur:

Le pouvoir réducteur consiste à mesurer l'aptitude des antioxydants présents dans l'extrait à réduire le fer ferrique (Fe^{3+}) du complexe ferricyanure en fer ferreux (Fe^{2+}), par un transfert d'électrons facilité en milieu acide. Cette réaction est traduite par une coloration verte dont l'intensité est proportionnelle au pouvoir réducteur (**Blazovics *et al*, 2003; Gulcin *et al*, 2005**). Le protocole de (**Singh *et al*, 2006**) a été utilisé pour la détermination du pouvoir réducteur des extraits brut et des différentes fractions phénoliques.

1ml d'extrait méthanolique est ajouté à 2,5ml de solution de tampon phosphate (0,2M) et 2,5ml de ferricyanure de potassium à 1%. Le mélange est incubé à 50°C pendant 20mn pour accélérer la réaction. Puis 2,5ml d'acide trichloroacétique à 10% sont ajoutés au mélange et le tout est centrifugé à 3000 tr/mn pendant 10 minutes. 2,5ml sont prélevés du surnageant sont ajoutés à 2,5ml d'eau distillé et 0,5ml de chlorure ferrique à 0,1%. L'absorbance est enfin lue à 700nm.



Figure 25: Détermination du pouvoir réducteur.

Les résultats sont exprimés en mg Equivalent Acide Ascorbique par kg par extrapolation par rapport à la courbe de référence, obtenue en mesurant les absorbances de concentration croissantes d'acide ascorbique (**Annexe 3**).

Chapitre II: Résultats et discussion



II.1.Déterminations sur les olives:

II.1.1 Indice de maturité:

La maturation des olives dure plusieurs mois et le développement varie en fonction de la variété d'olive, la température et les pratiques culturales. Pendant la maturation, des changements chimiques importants se produisent à l'intérieur du fruit (Gharbi *et al.*, 2015). Dans notre cas, la variété étudiée à un indice égale à 2,5 qui est proche de ceux obtenu par Mahhou *et al.* (2012) qui varient entre 1,4 et 4,9 à différent stade de maturation des olives. En effet, l'indice de maturité varie selon la variété, la date de récolte et la charge des oliviers car lorsque cette dernière est importante, il se produit une grande compétition entre ces fruits (El Antari *et al.*, 2000).

II.2.Détermination des indices de qualité de l'huile d'olive:

II.2.1 Taux d'humidité:

L'humidité de l'huile d'olive est la quantité d'eau présente dans l'huile. L'analyse statistique a révélé des différences significatives ($p < 0,05$) entre l'échantillon : huile d'olive et huile finale, néanmoins aucune différence significative n'est enregistré entre l'huile d'olive et l'huile de pate et entre l'huile de pate et l'huile finale (figure 26).

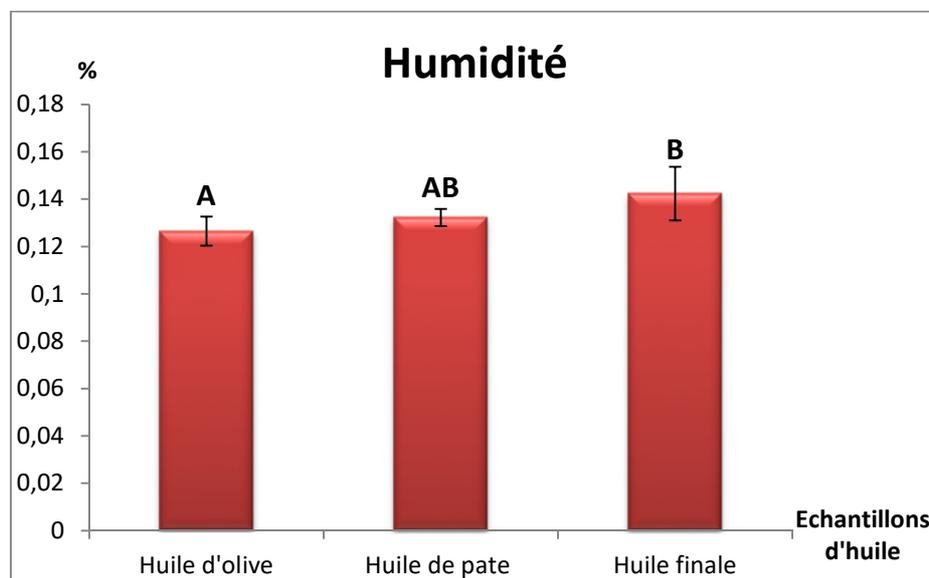


Figure 26: Le taux d'humidité de différents échantillons d'huile.

D'après ces résultats, on remarque que l'huile finale présente le taux le plus élevé en humidité (0,142%), suivait par l'huile de pate (0,132%) puis en dernier l'huile d'olive avec un taux de

0,126%. Les valeurs obtenues correspondent aux normes établies ($H < 0,2\%$) par le (COI, 2001; CODEX, 2015).

Cette augmentation peut être expliquée par l'ajout d'une quantité importante d'eau pour faciliter la séparation des différentes phases lors de la trituration des olives (Belaid et al., 2002).

II.2.2.La densité :

La densité est considérée comme un critère physique qui permet de contrôler la pureté d'une huile. L'analyse statistique n'a révélé aucune différence significative entre les échantillons. La figure ci-dessous montre les résultats de la densité des différents échantillons étudiés :

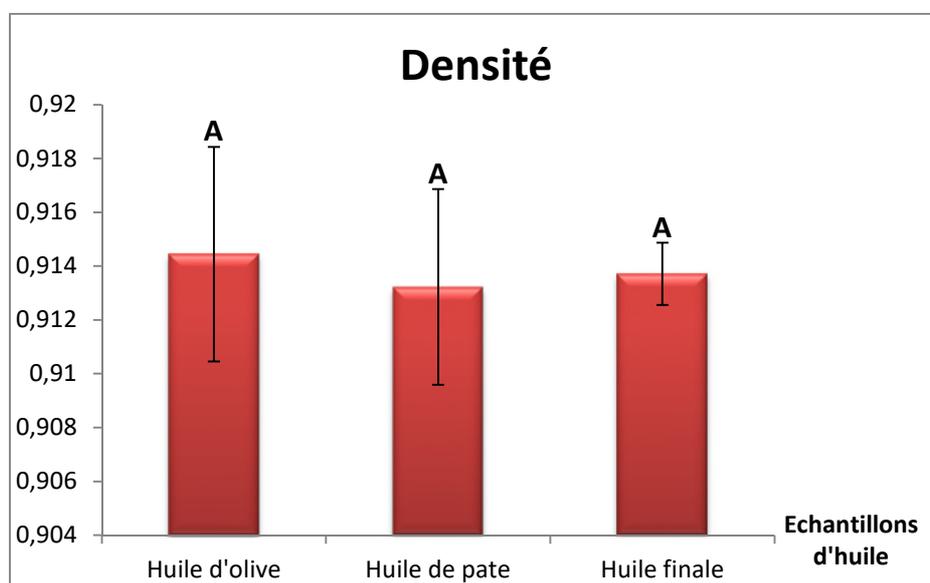


Figure 27:Densité des différents échantillons d'huile d'olive.

Pour les échantillons d'huile analysés, les valeurs sont très proche (H.O: 0,9144 ; H.P: 0,9132; H.F: 0,9137).

Puisque les valeurs sont dans l'intervalle des normes établies (0,910-0,916) on peut dire que c'est une huile pure (CODEX, 2015).

La densité de l'huile est fonction de l'instauration et l'oxydation ; plus elle augmente plus l'huile est oxydée (Sekour, 2012).

II.2.3.L' acidité

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 (Tanouti et al., 2011).

Aucune différence significative n'est observée lors de l'analyse statistique entre nos échantillons (**figure 28**).

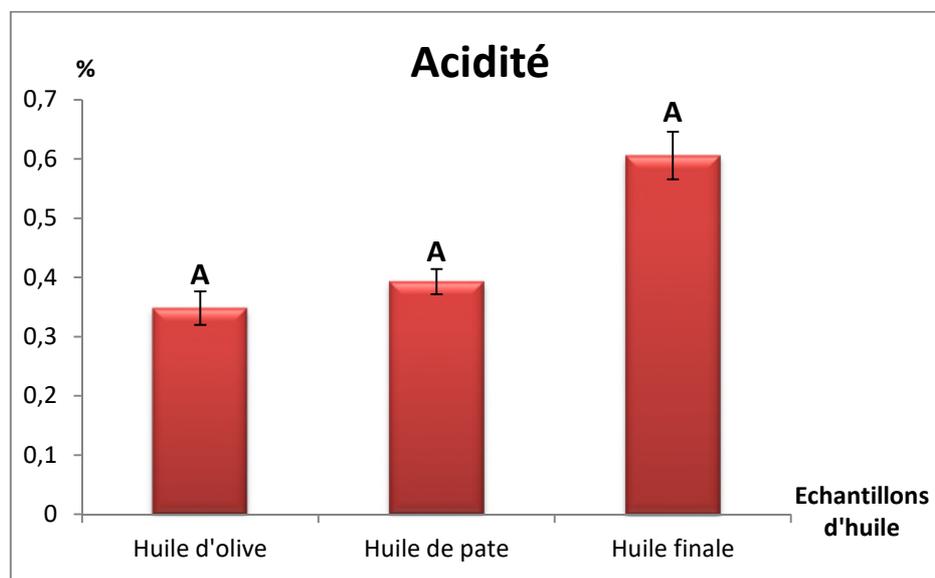


Figure 28: Acidité des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées.

Cependant, les valeurs observées dans cette étude (0,34; 0,39 et 0,60%) sont inférieures à celles rapportées par Benabid et al. qui ont obtenu des valeurs entre 0,77 et 9,26% pour des huiles d'olives de différentes régions oléicoles d'Algérie (**Benabid et al., 2008**). Par contre, nos résultats sont proches par rapport à ceux rapportés par Tanouti et al qui ont noté que l'acidité libre reste en dessous de 0,8% pour les huiles d'olive produites au Maroc oriental (**Tanouti et al., 2010**).

Cette différence peut être liée au non-respect des bonnes pratiques de récolte et de production d'huile d'olive. L'augmentation observée pour l'échantillon d'huile finale par rapport à l'huile à partir d'olives peut être dû au contact de l'air avec l'huile durant tout le traitement et surtout lors de la décantation qui a duré plus de 10 heures.

II.2.4.L'indice de peroxyde:

L'indice de peroxydes révèle l'état d'oxydation d'une huile. Les peroxydes s'obtiennent par fixation de l'oxygène sur les doubles liaisons des acides gras insaturés (**Pouyet et Ollivier, 2014**). Il constitue l'un des critères de qualité de l'huile d'olive (**Ryan et Robards. 1998**).

L'analyse statistique des résultats obtenues de l'IP ne montre aucune différence significative ($p < 0,05$) entre l'huile d'olive et l'huile de pâte et entre l'huile de pâte et l'huile finale, par contre, il y a une différence relative entre l'huile d'olive et l'huile finale (**figure 29**).

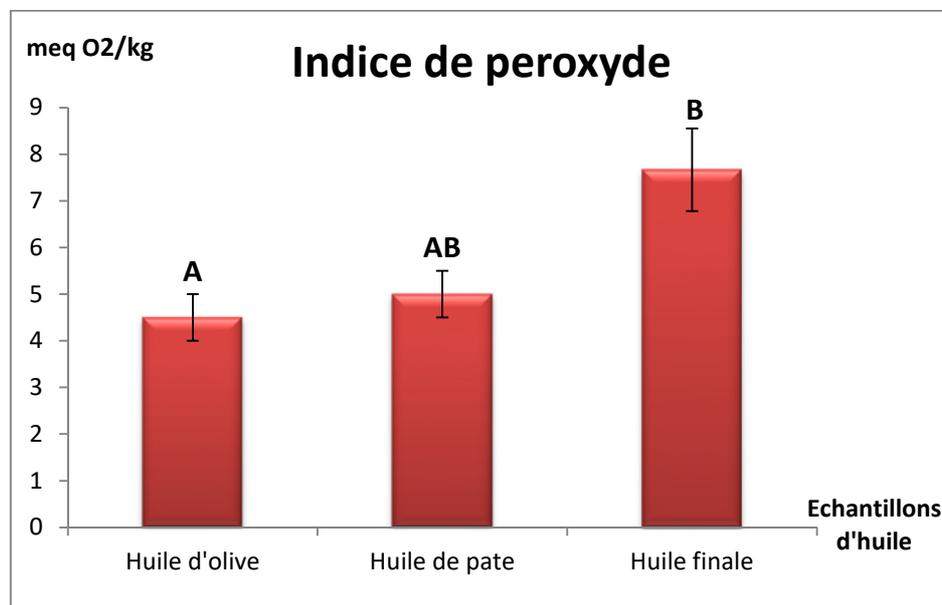


Figure 29: Indice de peroxyde des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées.

D'après nos résultats, on constate que l'huile finale a montré l'indice de peroxyde le plus élevé (7,66meq d'O₂/kg) par rapport à l'huile de d'olive et huile de pâte qui sont respectivement 4,5 meq d'O₂/kg et 5 meq d'O₂/kg.

On constate que toutes les valeurs d'indice de peroxyde des huiles analysées sont inférieures à la limite établie par le **COI (2016)** pour une huile vierge extra.

Les huiles analysées présentent des indices de peroxyde proches à ceux enregistrés pour des huiles de variétés algériennes entre 3,25 à 8,75 meq d'O₂/kg (**laincer et al., 2014**).

Ceci est peut-être dû à l'oxydation qui est liée à l'exposition de l'huile à l'air et à la composition en acides gras insaturés. Elle est également favorisée par la lumière l'eau et la chaleur (**Pouyet et Ollivier, 2014**).

II.2.5. Le coefficient d'extinction spécifique dans l'UV:

Des valeurs de l'indice de peroxydes ≤ 20 meq d'O₂/kg ne signifient pas toujours l'absence du phénomène d'oxydation. Le recours à la détermination des coefficients (K₂₃₂, K₂₇₀) d'absorbance dans l'ultraviolet renseigne sur la présence ou l'absence de produits d'oxydation secondaire dans l'huile. Les hydroperoxydes des premiers stades de l'oxydation absorbent à

232 nm (Ben Mohamed et al., 2015), alors que les produits d'oxydation secondaires tels que les cétones insaturées, dicétones, absorbent au voisinage de 270 nm (Ollé, 2002).

Des différences significatives ($p < 0,05$) sont enregistrées au sein des échantillons, sauf entre l'huile de pâte et l'huile finale et entre l'huile à partir d'olives et l'huile de pâte pour le coefficient K232 (figure 30), ainsi qu'entre l'huile de pâte et l'huile finale pour le coefficient K270 (figure 31).

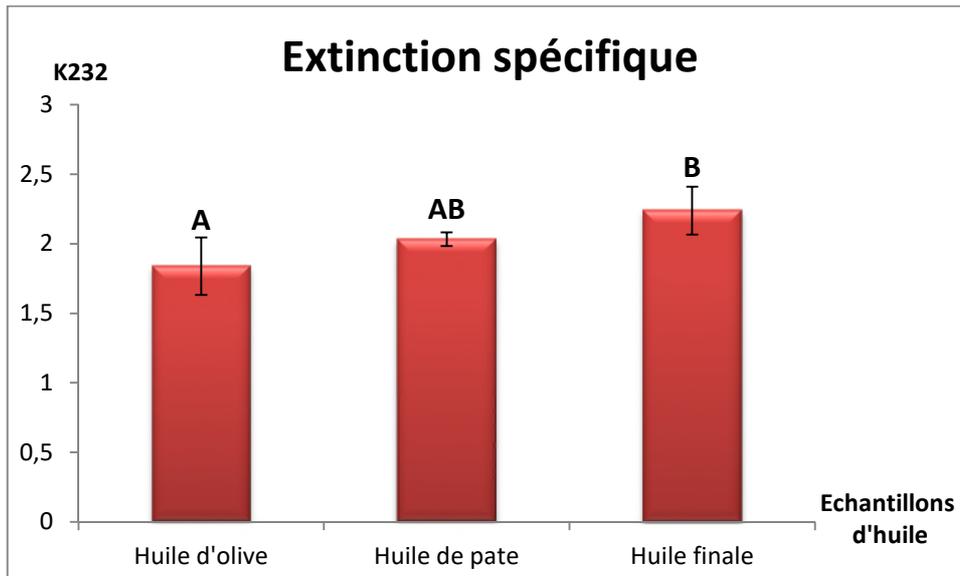


Figure 30: Coefficient d'absorption spécifique à 232 nm des différents échantillons d'huiles.

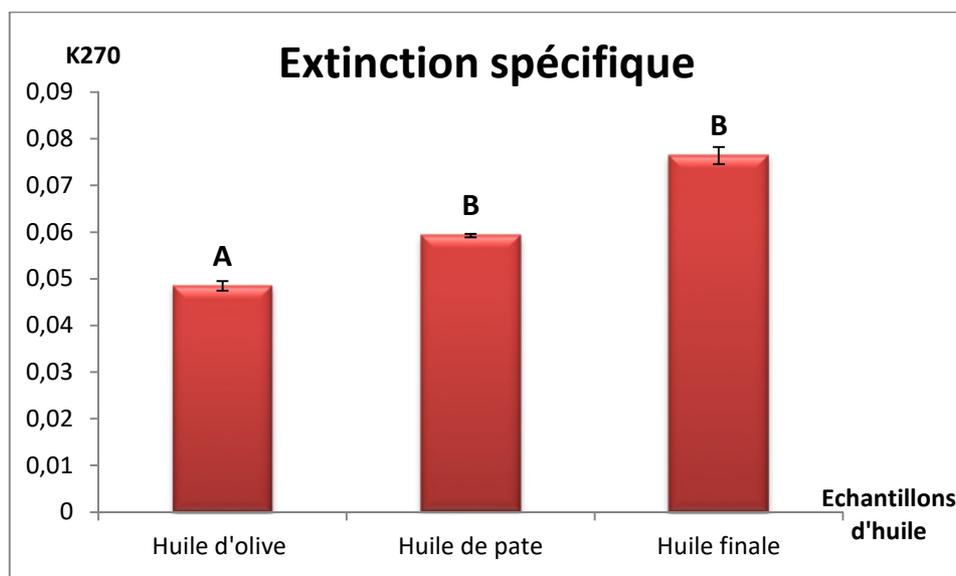


Figure 31: Coefficient d'absorption spécifique à 270 nm des différents échantillons d'huiles.

Les résultats obtenus montrent que les échantillons d'huile présentent des absorbances à 232 nm inférieures à la limite établie par le **COI 2003** pour une huile d'olive extra vierge ($K_{232} \leq 2,5$).

La valeur minimale du coefficient K_{232} est obtenue pour l'échantillon d'huile à partir d'olives (1,839) et la valeur maximale pour l'huile finale (2,238). Quant au coefficient K_{270} les valeurs se situent entre 0,144 et 0,178.

Les valeurs élevées pour l'échantillon d'huile de pâte sont peut être dû à l'augmentation de la température lors du broyage et malaxage des olives et aussi l'exposition à l'air libre et la lumière dans notre cas (huilerie traditionnelle), par contre l'augmentation trouvée pour l'huile finale peut être dû au contact de l'air avec l'huile durant la décantation naturelle.

Nos résultats d'absorbance dans l'UV montrent que les échantillons d'huile d'olive étudiés respectent les valeurs préconisées par la norme du (**COI 2015a**), dont $K_{232} \leq 2,5$; $K_{270} \leq 0,25$. Les valeurs d'absorbance K_{232} et K_{270} respectent la limite permise par la norme du COI pour la classification en tant qu'huile d'olive extra vierge.

Ils sont cependant inférieurs à ceux de (**Louadj et Giuffré, 2010**), qui ont obtenus des valeurs de K_{232} et K_{270} de l'ordre de 3,683 et 0,248 respectivement.

II.3. Dosage des pigments :

Deux types de pigments essentiels dans l'huile d'olive : Les chlorophylles qui sont responsables de la coloration verte et les caroténoïdes qui jouent un rôle dans la stabilité de l'huile d'olive (**Boucheffa, 2018**).

L'analyse statistique effectuée indique l'existence d'une différence significative ($P < 0,05$) de la teneur en chlorophylle et caroténoïdes entre les échantillons d'huiles étudiées (**figure 32**).

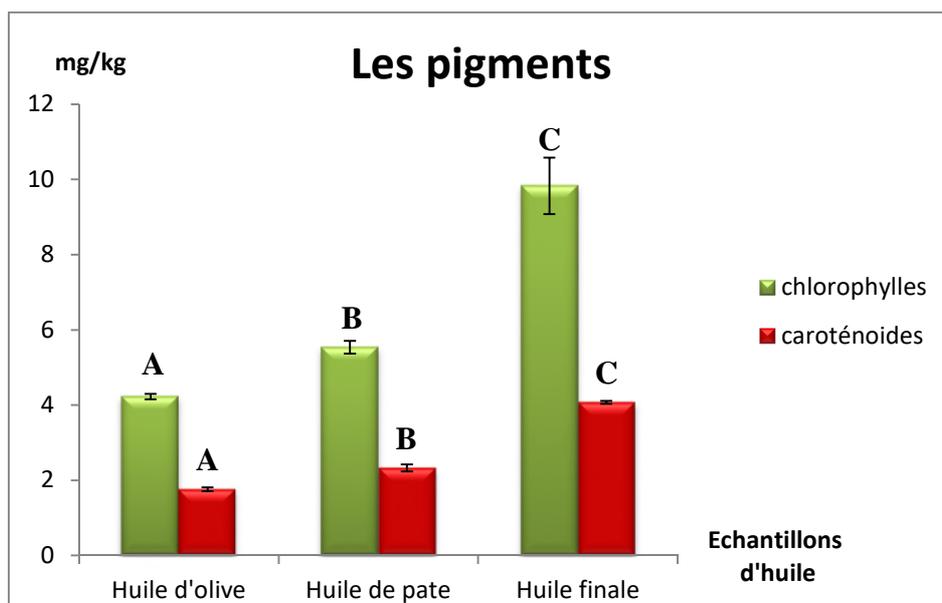


Figure 32: Teneurs en chlorophylles et caroténoïdes des différents échantillons d'huiles.

-La teneur la plus petite en chlorophylle est marquée pour l'huile à partir d'olive avec une valeur de 4,22mg/kg et cette teneur augmente pour atteindre un maximum de 9,83mg/kg pour l'huile finale.

-Les teneurs en caroténoïdes enregistrées, montrent que l'échantillon H.F présente une valeur plus importante de l'ordre de 4,07 mg/kg par rapport aux autres échantillons H.O et H.P qui représentent 1,76 mg/kg et 2,32 mg/kg, respectivement.

Cette augmentation peut être expliquée par l'absence d'effeuillage durant le processus d'extraction par voie traditionnelle. La différence obtenue entre H.O et H.P est peut être dû lors du broyage et malaxage des olives et des feuilles, par contre pour H.P et H.F lors du pressage, les chlorophylles présent dans les feuilles se mélange avec l'huile ce qui nous donne un taux de chlorophylles et caroténoïdes plus important.

Nos résultats montrent que les échantillons d'huile d'olive étudiés se situent dans l'intervalle défini par la norme **COI (1999)** pour les huiles d'olive extra vierges qui est de 1 à 10 mg/kg. Les études menées par (**Tamandjari et al. 2016**) ont noté des valeurs inférieures pour la même variété de l'huile d'olive extra vierge qui est de 0,5 mg/kg pour les chlorophylles et 0,3mg/kg pour les caroténoïdes.

II.4. Dosage des composés phénoliques:

II.4.1. Dosage des polyphénols totaux:

La teneur en composés phénoliques de l'huile d'olive est un facteur important dans l'évaluation de sa qualité vu que ces derniers augmentent la résistance à l'oxydation (**Servili et Montedoro, 2002**).

Des différences significatives sont relevées ($p < 0,05$) entre les échantillons (**figure 33**).

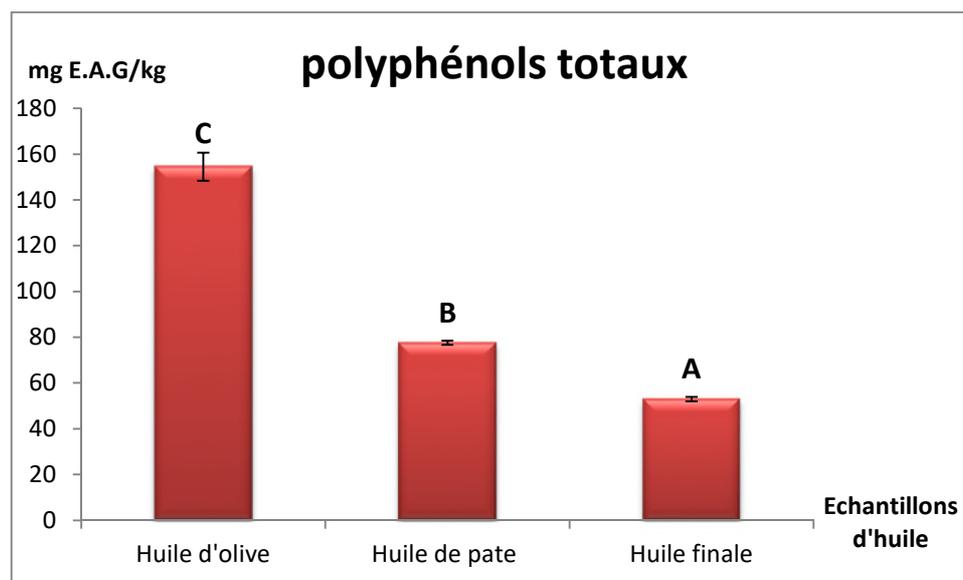


Figure 33: Teneurs en polyphénols totaux des différents échantillons d'huiles.

On remarque que la teneur la plus importante pour les polyphénols totaux est celle correspondant à *H.O* dont la valeur est en ordre de 154,49 mg/kg suivie par *H.P* avec une teneur de 77,50mg/kg. La valeur de *H.O* est environ 3 fois plus élevée que celle enregistrée pour l'échantillon *H.F* qui montre une valeur de 52,87 mg/kg.

Selon (**Aguilera et al. 2005**), 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.

(**Merouane et al. 2014**), ont mené des travaux sur l'activité antioxydante des composés phénoliques d'huile d'olive extraite par méthode traditionnelle et ont révélé une teneur en polyphénols qui est de 167,29 mg E.A.G/Kg d'huile pour la variété *Chemlal* Algérienne, supérieur à celle trouvée par la présente étude.

II.4.2. Dosage des flavonoïdes:

L'analyse statistique révèle des différences significatives des teneurs en flavonoïdes des variétés analysées au cours de la trituration ($p < 0,05$) (**figure 34**).

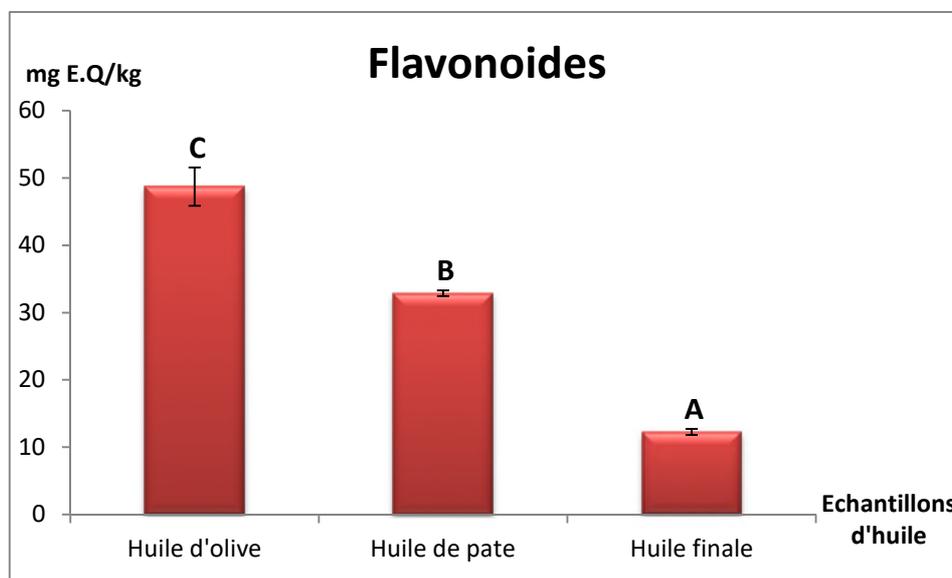


Figure 34: Teneurs en flavonoïdes des différents échantillons d'huiles.

En effet, la concentration diminue progressivement au cours de la trituration des olives, les valeurs sont comprises entre 48,72 mg EQ/kg (H.O), 32,86 mg EQ/kg (H.P) et 12,26 mg EQ/kg(H.F).

Ces résultats enregistrés en flavonoïde sont dans l'intervalle des résultats obtenus par (**Laribi et al., 2011**) sur des variétés algériennes, dont les teneurs varient entre 10 et 49 mg/Kg.

II.5. Etude de l'activité antioxydante de l'huile d'olive:

II.5.1. Activité antiradicalaire du radical DPPH:

Les résultats de l'activité antiradicalaire des extraits méthanoliques exprimés en % sont illustrés dans **la figure 35**, en montrant des différences significatives ($p < 0,05$) entre l'extrait d'huile à partir d'olives et l'huile finale et entre l'huile de pâte et l'huile finale, néanmoins aucune différence significative n'est enregistrée entre l'extrait d'huile à partir d'olives et l'huile de pâte.

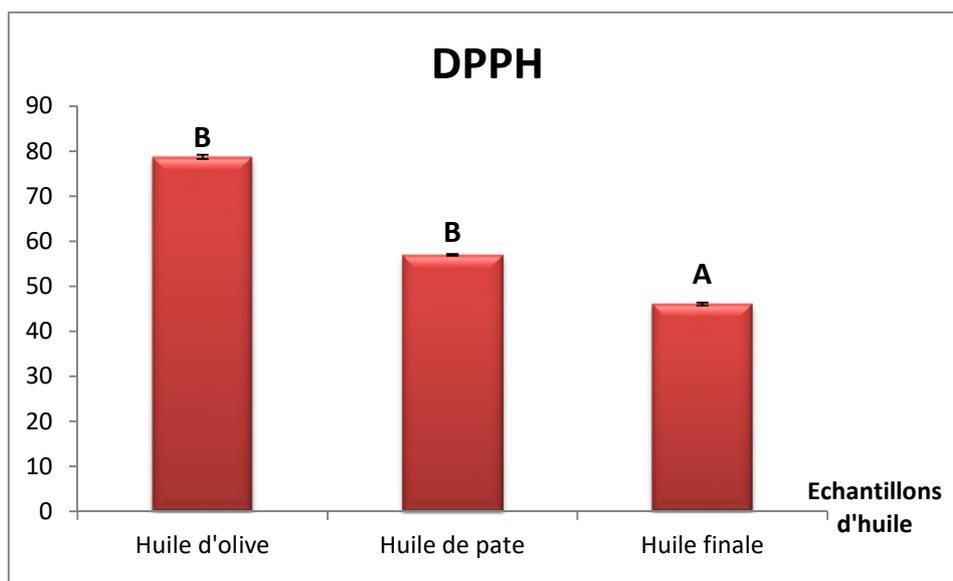


Figure 35: Activité antiradicalaire des extraits des différents échantillons d'huiles.

Les extraits les plus riches en composés phénoliques manifestent les activités les plus importantes contre le radical DPPH. L'extrait d'huile à partir d'olives exerce la meilleure activité en inhibant 78,74% du radical DPPH, suivi de l'extrait d'huile de pâte avec une activité qui inhibe 56,99%. La plus faible capacité anti radicalaire est enregistrée par l'extrait de l'huile finale qui inhibe que 46,10% du radical DPPH.

L'ensemble des résultats obtenus sont proches de ceux rapportés par (Nakbi *et al.*, 2010) pour les variétés tunisiennes ou ils avaient enregistré des valeurs de 78,56% et 37,23% respectivement pour les variétés *Chetoui* et *Chemlali*.

II.5.2. Pouvoir réducteur:

La figure (36) illustre les résultats du pouvoir réducteur exprimés en mg E.A.A /kg. Il en ressort que les extraits méthanoliques analysés ont des aptitudes distinctes au pouvoir réducteur et diffèrent d'une manière significative ($p < 0.05$) entre les extraits des huiles analysées.

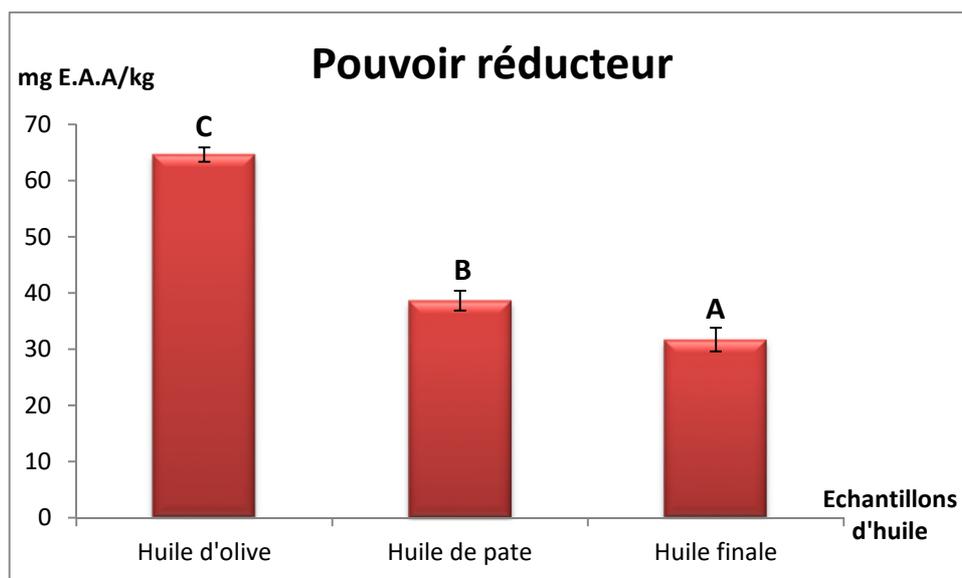


Figure 36: Pouvoir réducteur des extraits des différents échantillons d'huile.

L'extrait d'huile à partir d'olive exerce la meilleure activité réductrice: 64,65 mg d'E.A.A./Kg. Les extraits d'huile de pâte et huile finale exercent un faible pouvoir réducteur, elles enregistrent les valeurs respectives de 38,65 et 31,71 mg d'E.A.A./Kg.

Ces résultats enregistrés en pouvoir réducteur sont proches à ceux obtenus par **Laribi (2015)** pour les extraits de variétés limli et chemlal avec des valeurs de 39,71 et 37,06 mg E.A.A./kg.

Conclusion

Conclusion :

L'étude réalisée a pour but d'évaluer la qualité, le pouvoir antioxydant et les composés phénoliques présents dans trois échantillons d'huiles extraites à différents étapes de la trituration.

L'analyse de l'ensemble des résultats analytiques des huiles permet d'obtenir les observations suivantes :

Sur le plan physico-chimique, en particulier, les paramètres de qualité (l'acidité, l'indice de peroxyde et l'absorbance dans l'UV), les résultats présentent une variabilité légère d'un échantillon à un autre, d'ailleurs, les trois échantillons restent toujours dans la classe d'une huile vierge extra, selon la norme du COI.

L'acidité, l'indice de peroxyde et l'absorbance dans l'UV et les polyphénols totaux sont des variables significatives de l'auto-oxydation de l'huile. Notons que l'acidité et l'indice de peroxyde devraient être pris en considération par les oléiculteurs afin de pallier aux problèmes rencontrés (l'oxydation en particulier) sur le terrain et assurer une bonne qualité commerciale de l'huile.

Les résultats obtenus indiquent que la trituration affecte les teneurs en composés phénoliques ainsi que le potentiel antioxydant.

Les teneurs en composés phénoliques (polyphénols totaux et flavonoïdes), pouvoir réducteur et activité anti-radicalaire montrent une diminution significative au cours de la trituration.

Ce travail peut être complété par l'étude de des autres paramètres qui peuvent influencer la qualité de l'huile d'olive tels que la durée et les moyens du stockage, la maturité des olives.

De telles études permettront d'améliorer la qualité des huiles d'olive produites, de garantir aux consommateurs ses effets bénéfiques et d'ouvrir la porte de l'exportation aux marchés extérieurs pour nos producteurs.

*Références
bibliographiques*

A

AFNOR (Association Française de Normalisation). (1984). Corps gras –graines oléagineuses produits dérivés, 4ème édition, Paris, P 459.

Agar, I. T., Hess-Pierce, B., Sourour, M. M., & Kader, A. A. (1998). Quality of fruit and oil of black-ripe olives is influenced by cultivar and storage period. *Journal of agricultural and food chemistry*, 46(9), 3415-3421.

Aguilera, M. P., Beltrán, G., Ortega, D., Fernández, A., Jiménez, A., & Uceda, M. (2005). Characterisation of virgin olive oil of Italian olive cultivars: Frantoio' and Leccino', grown in Andalusia. *Food chemistry*, 89(3), 387-391.

Ajana, H., El Antari, A., et Hafidi, A. (1998). Fatty acids and sterols evolution during the ripening of olives from the Moroccan Picholine cultivar. *Grasas y Aceites*, 49(5-6), 405-410.

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

Allalout, A., Krichène, D., Methenni, K., Taamalli, A., Oueslati, I., Daoud, D., & Zarrouk, M. (2009). Characterization of virgin olive oil from super intensive Spanish and Greek varieties grown in northern Tunisia. *Scientia horticulturae*, 120(1), 77-83.

Alloum D. (1974). “L'oléiculture algérienne”, Options méditerranéens, n°24. p. 45-48.

Apak, R., Güçlü, K., Demirata, B., Özyürek, M., Celik, S., Bektaşoğlu, B., Berker K., & Özyurt, D. (2007). Comparative evaluation of various total antioxidant capacity assays applied to phenolic compounds with the CUPRAC assay. *Molecules*, 12(7), 1496-1547.

Aparicio, R., Ferreira, L., & Alonso, V. (1994). Effect of climate on the chemical composition of virgin olive oil. *Analytica Chimica Acta*, 292(3), 235-241.

Aparicio, R. et Harwood, J. (2013). Handbook of olive oil, Analysis and Properties. Second edition. Springer Science. P 1-769.

B

Baccouri, B., Temime, S. B., Campeol, E., Cioni, P. L., Daoud, D., & Zarrouk, M. (2006). Application of solid-phase microextraction to the analysis of volatile compounds in virgin olive oils from five new cultivars. *Food chemistry*, 102(3), 850-856.

Bandino, G., & Dettori, S. (2001). Manuale di olivicoltura. *Grafiche Salinas, Cagliari, Italia*.

- Belaid, C., Kallel, M., & Elleuch, B. (2002).** Identification de nouveaux composés phénoliques présents dans les rejets liquides d'huileries d'olive (margines). *Déchets sciences et techniques*, 27, 30-34.
- Benabid, H., Naamoune, H., Noçairi, H., & Rutledge, D. N. (2008).** Application of chemometric tools to compare Algerian olive oils produced in different locations. *JOURNAL OF FOOD AGRICULTURE AND ENVIRONMENT*, 6(2), 43.
- Benlemlih, M., et Ghanam, J. (2016).** Polyphénols de l'huile d'olive trésors sante! 2ème édition augmenté imprimé en France (Nouvelle Imprimerie Laballery), 1ER partie, chapitre 1. page 48. ISBN 978-2-87211-159-6.
- Ben Mohamed, M., Boudiche, S., Kachouri, F. (2015).** Qualité d'huile d'olive biologique. Ed. universitaires européennes. pp 20-76.
- Benrachou, N. (2013).** Etude des caractéristiques physicochimiques et de la composition biochimique d'huiles d'olive issues de trois cultivars de l'Est algérien. Th. Doct. Biochimie Appliquée. Université Badji Mokhtar. Annaba. 10P.
- Bianchi, G. (2003).** Lipids and phenols in table olives. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 105(5), 229-242.
- Blazovics, A., Lugasi, A., Szentmihalyik, & Kerya. (2003).** Reducing power of the natural polyphenols of *Sempervivum tectorum* in vitro and in vivo. *Acta Biologica Szegediensis*, 47(1-4), 99-102.
- Boucheffa, S. (2018).** Etude de la diversité de l'olivier cultivé et de l'oléastre (*Olea europaea* L) de la région de Bejaia « Aspect morphologique, physico-chimique et moléculaire. Th. Doct. Biochimie. Université Abderrahmane Mira. Bejaia. 120P.
- Boskou, D. (2006).** Olive Oil. In *World Review of Nutrition and Dietetics*, A.P. Simopoulos, and F. Visioli, eds. (Basel: KARGER), pp. 56-77.
- Boskou, D., Blekas, G., et Tsimidou, M. (2006).** Olive oil composition. *Olive oil, chemistry and technology* (2ème édition). American oil chemists society. USA. pp 41-72.
- Boskou, D. (2000).** Olive Oil. In *World Review of Nutrition and Dietetics*, A.P. Simopoulos, and F. Visioli, eds. (Basel: KARGER), pp. 56-77.

C

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

Chimi, H. (2001). Qualité des huiles d'olive au Maroc. Transfert de Technologie en Agriculture. Bulletin Mensuel d'Information et de Liaison du Programme National de Transfert de Technologie en Agriculture, 79: 1-4.

Chimi, H. (2006). Technologies d'extraction de l'huile d'olive et gestion de sa qualité. *Bulletin mensuel d'information et de liaison de PNTTA: Maroc*, (141), 1-4.

Cimato, A. (1990). Effect of agronomic factors on virgin olive oil quality. *gas*, 61, 7.

CODEX Stan 33-1981. (2015). Norme pour les huiles d'olive et les huiles de grignons d'olive Adoptée en 1981. Révision : 1989, 2003, 2015. Amendement : 2009, 2013.

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

C.O.I.(1999). Normes commerciale internationale applicable aux huiles d'olives et aux huiles de grignons d'olive .T15/NC n°2.Rév.9.

C.O.I.(Conseil Oléicole International). (2001). Norme commerciale applicable à l'huile d'Olive et à l'huile de grignons d'olive. COI /T. 15/NC n°2/Rev.10.

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

C.O.I. (2011). Guide pour la détermination des caractéristiques des olives à huile. COI/OH/Doc. N°1.

COI. (2015a). international olive council. Trade standard applying to olive oils and olive-pomace oils. P7

COI. (2015b). L'huile d'olive, consommation importations et exportations.

COI. (2016). Newsletter-marché oléicole N° 102, p1- 2 et 3.

C.O.I. janvier (2018). Marché oléicole. *Newsletter*, n°123.

Cossentini M. et Khelif M. 1997. Etude physico-chimique de l'effet de la lumière sur l'huile d'olive extraite par super-presse et chaîne continue. *Revue ezzaitouna* 3 (1 et 2) : 15-25.

Covas, M. I., Konstantinidou, V., & Fitó, M. (2009). Olive oil and cardiovascular health. *Journal of cardiovascular pharmacology*, 54(6), 477-482.

D

Del Caro, A., Vacca, V., Poiana, M., Fenu, P., & Piga, A. (2006). Influence of technology, storage and exposure on components of extra virgin olive oil (Bosana cv) from whole and destoned fruits. *Food Chemistry*, 98(2), 311-316.

Djeridane, A., Yousfi, M., Nadjemi, B., Boutassouna, D., Stocker, P., & Vidal, N. (2006). Antioxidant activity of some Algerian medicinal plants extracts containing phenolic compounds. *Food chemistry*, 97(4), 654-660.

Dhifi, W., Maalaoui, B., Zitoun, B., et Marzouk B. (2006). Etude qualitative et quantitative des arômes et des polyphénols de quelques huiles d'olive de Tunisie. *Olivae*, 105 :36-40.

Di Giovacchino, L., Solinas, M., et Miccoli, M., (1994). Effet of extraction systems on the quality of virgin olive oil. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 71 (11), 1189 -1194.

Di Giovacchino, L. (2000). *Technological Aspects, In : Handbook of olive oil : Analysis and properties* . Harwood, J. et Aparicio, R. Edition : An Aspen Publication, USA, pages 17-59.

DSA Bejaia. (2018). Statistiques de la direction des services agricoles de la wilaya de Bejaïa.

DSASI. (2015). Direction des Statistique Agricoles et des Systèmes d'information. Oliviers, olives et huiles 2/2.

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 chimique de l'huile d'olive vierge extra au Maroc. *Olivae*, 80 : 29-36.

El Antari, A., El Moudni, A., & Ajana, H. (2003). Étude de la composition lipidique de deux compartiments du fruit d'olive (pulpe et amande) de six variétés d'oliviers cultivées au Maroc.

Es-Safi, N. E., Kollmann, A., Khelifi, S., & Ducrot, P. H. (2007). Antioxidative effect of compounds isolated from *Globularia alypum* L. structure–activity relationship. *LWT-Food science and technology*, 40(7), 1246-1252.

F

Favati, F., Caporale, G., & Bertuccioli, M. (1994). Rapid determination of phenol content in extra virgin olive oil. *Grasas y Aceites*, 45(1-2), 68-70.

G

Gharbi, I., Issaoui, M., Mehri, S., Cheraief, I., Sifi, S., & Hammami, M. (2015). Agronomic and technological factors affecting Tunisian olive oil quality. *Agricultural Sciences*, 6(05), 513.

Gigno, F. et Jeune, R. (2010). Huile d'olive, *Olea Europaea* L. phytothérapie 8 :129-135.

Gülçin, İ., Berashvili, D., & Gepdiremen, A. (2005). Antiradical and antioxidant activity of total anthocyanins from *Perilla pankinensis* decne. *Journal of ethnopharmacology*, 101(1-3), 287-293.

Gómez-Rico, A., Fregapane, G., & Salvador, M. D. (2008). Effect of cultivar and ripening on minor components in Spanish olive fruits and their corresponding virgin olive oils. *Food Research International*, 41(4), 433-440.

Gutiérrez, F., Jimenez, B., Ruiz, A., & Albi, M. A. (1999). Effect of olive ripeness on the oxidative stability of virgin olive oil extracted from the varieties Picual and Hojiblanca and on the different components involved. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47(1), 121-127.

H

Haddam, M., Chimi, H., & Amine, A. (2014). Formulation d'une huile d'olive de bonne qualité. *OCL*, 21(5), D507.

Huang, C. L., & Sumpio, B. E. (2008). Olive oil, the mediterranean diet, and cardiovascular health. *Journal of the American College of Surgeons*, 207(3), 407-416.

I

IKhlif M. 1992. Les différents systèmes d'extraction de l'huile d'olive, rapport interne, 5 p.

J

Jacotot, B. (1993). L'huile d'olive de la gastronomie à la santé Paris: Artulen ,280p.

Jones, P. J., Demonty, I., Chan, Y. M., Herzog, Y., & Pelled, D. (2007). Fish-oil esters of plant sterols differ from vegetable-oil sterol esters in triglycerides lowering, carotenoid bioavailability and impact on plasminogen activator inhibitor-1 (PAI-1) concentrations in hypercholesterolemic subjects. *Lipids in Health and Disease*, 6(1), 28.

K

Kalua, C. M., Allen, M. S., Bedgood Jr, D. R., Bishop, A. G., Prenzler, P. D., & Robards, K. (2007). Olive oil volatile compounds, flavour development and quality: A critical review. *Food chemistry*, 100(1), 273-286.

Kataja-Tuomola M., et Sundell, J.R. (2008). Effect of α -tocopherol and β -carotene supplementation on the incidence of type 2 diabetes. *Diabetologia*, 51(1), 47-53.

Keceli, T., & 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(14), 1391-1396.

Krichene, D., Allalout, A., Mancebo-Campos, V., Salvador, M. D., Zarrouk, M., & Fregapane, G. (2010). Stability of virgin olive oil and behaviour of its natural antioxidants under medium temperature accelerated storage conditions. *Food Chemistry*, 121(1), 171-177.

Kroyer, G. T. (2003). Red clover extract as antioxidant active and functional food ingredient. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 5(1), 101-105.

L

Laincer, F., Laribi, R., Tamendjari, A., Arrar, L., Rovellini, P., & Venturini, S. (2014). Olive oils from Algeria: Phenolic compounds, antioxidant and antibacterial activities. *Grasas y Aceites*, 65(1), 001.

Lamy S., Ouanouki A., Béliveau R. et Desrosiers R.R. 2014. Olive oil compounds inhibit vascular endothelial growth factor receptor-2 phosphorylation. *Experimental Cell Research* 322(1): 89-98.

Laribi, R., Laincer, F., Tamendjari, A., Keciri, S., Arrar, L., Venturini, S., Rovellini. (2011). Caractérisation de dix variétés d'huile d'olive algérienne : étude du profil en composés phénolique par HPLC. *La Rivista Italiana Delle sostanze Grasse*, 86(3) : 151-161.

Laribi, R. (2015). Les composés phénoliques de quelques variétés de l'huile d'olive algérienne: identification et propriétés. Th. Doct. Biochimie. Université ferhat abbas. Sétif 1. 57P.

Lazzez, A., Cossentini, M., Khelif, M., & Karray, B. (2006). Etude de l'évolution des stérols, des alcools aliphatiques et des pigments de l'huile d'olive au cours du processus de maturation. *Journal de la société chimique de Tunisie*, 8, 21-32.

Labdaoui, D. (2017). Impact socio-économique et environnemental du modèle d'extraction des huiles d'olives à deux phases et possibilités de sa diffusion dans la région de Bouira (Algérie). Th. Doct. Technologie Agro-Alimentaire. Université Abdelhamid Ibn Mostaganem. Mostaganem.2P.

Leroy, I. (2011). *L'huile d'olive dans tous ses états* (Doctoral dissertation, Thèse de Doctorat en Pharmacie: Faculté des Sciences Pharmaceutiques et Biologiques de Lille, Université de Lille 2).

Louadj, L., & Giuffrè, A. M. (2010). Analytical characteristics of olive oil produced with three different processes in Algeria. *Riv. Ital. Sostanze Grasse*, 87(3), 187-195.

M

Mahhou, A., Nabil, Y., Hadiddou, A., Oukabli, A., & Mamouni, A. (2012). Performances des variétés d'olivier: Arbéquine, Haouzia et Menara en conditions pluviales dans la région de Meknès au Maroc.

Malheiro, R., Casal, S., Baptista, P., & Pereira, J. A. (2015). A review of *Bactrocera oleae* (Rossi) impact in olive products: from the tree to the table. *Trends in Food Science & Technology*, 44(2), 226-242.

Merouane, A., Noui, A., Medjahed, H., Nedjari, K., Benhadj, Ali., et Saadi, A. (2014). Activité antioxydante des composés phénoliques d'huile d'olive extraite par méthode traditionnelle. *International Journal of Biological and Chemical Sciences*, 8(4), 1865-1870.

N

Nakbi, A., Issaoui, M., Dabbou, S., Koubaa, N., Echbili, A., Hammami, M., & Attia, N. (2010). Evaluation of antioxidant activities of phenolic compounds from two extra virgin olive oils. *Journal of Food Composition and Analysis*, 23(7), 711.

Niaounaki, M., et Alvadakis. C. P., (2006). Olive processing waste management. 2ed. Elsevier. 514p.

Nieves Criado, M., Paz Romero, M., Casanovas, M., et Motilva, M. J. (2008). Pigment profile and color of monovarietal virgin olive oils from Arbequina cultivar obtained during two consecutive crop seasons *Food Chemistry*, (110): 873–880.

O

Ollé, M., (2002). Analyse des corps gras. Bases document : technique d'analyse ; référence P3325 ; Ed. Techniques de l'ingénieur.

Olivae. (2015). Journal officiel du conseil oléicole international . l'huile d'olive et la santé. Ed. Française. P 5.

Ollivier, D., Boubault, E., Pinatel, C., Souillol, S., Guérère, M., & Artaud, J. (2004). Analyse de la fraction phénoliques des huiles d'olive vierges. In *Annales des falsifications, de l'expertise chimique et toxicologique* (Vol. 965, pp. 169-196).

Ollivier, D., Pinatel, C., Artaud, J., Durbec, J.-P., Franceschi, F., Richard, M., Petit, C., Guerere, M. (2005). Caractérisation sensorielle et chimique d'huiles d'olive vierges de cinq AOC françaises. *Le Nouvel Olivier*,4-12.

Ouaouich, A., et Chimi, H. (2007). Guide du producteur de l'huile d'olive. Projet de développement du petit entrepreneuriat agro-industriel dans les zones périurbaines et rurales des régions prioritaires avec un accent sur les femmes au Maroc, Vienne. p 8.

Oulebsir, R. (2008). *olivier en Kabylie, entre mythes et réalités*. Harmattan.

P

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

Pouyet, B., et Ollivier, V. (2014). Réglementations sur l'étiquetage et la présentation des huiles d'olive .OCL. D 508.

Psomiadou, E., Tsimidou, M., Bouskou, D. (2000). Tocopherol content of Greek virgin olive oil. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48: 1770-1775.

R

Rodriguez, G., Lama, A., Rodriguez, R., Jiménez, A., Guillén, R and Fernandez, Balanos .(2008). Olive stone an alternatives source of bioactif and valuable compound. *Bioresource Technology*, 99: 5261-5269.

Rodríguez-Morató, J., Xicota, L., Fitó, M., Farré, M., Dierssen, M., & de la Torre, R. (2015). Potential role of olive oil phenolic compound in the prevention of neuro degenerative diseases. *Molecules*, 20(3), 4655-4680.

Ryan, D., and Robards, K. (1998). Phenolic compounds in olives. *Journal Homepage*, (123): 31-44.

S

Salas, J.J., Sanchez, J., Ramli, U.S., Manaf, A.M., Williams, M. et Harwood, J.L. (2000). Biochemistry of lipid metabolism in olive and other oil fruits. *Progress in Lipid Research* 39: 151-180.

Sekour, B. (2012). Phytoprotection de l'huile d'olive vierge (H.O.V) par ajout des plantes végétales (thym, ail, romarin). Mémoire en vue de l'obtention du diplôme en Magister, filière génie alimentaire, Université M'hamed Bougara-Boumerdes, p. 116.

Selaimia, R. (2018). Etude de l'huile d'olive d'Algérie. Th. Doct. Chimie Industrielle. Université 8 Mai 1945 .Guelma.17P.

Servili, M., et Montedoro, G.F. (2002). Contribution of phenolic compounds to virgin olive oil quality. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 104:602-613.

Servili M., Sordini B., Esposito S., Urbani S., Veneziani G., Maio I.D., Selvaggini R., et Agnese T. (2014). Biological Activities of Phenolic Compounds of Extra Virgin Olive Oil. *Antioxydants* 3, 1-23.

Singh, R., Singh, S., Kumar, S. and Arora, S. (2006). Studies on antioxidant potential of methanol extract/fractions of *Acacia auriculiformis* A. Cunn. *Food Chemistry*, doi: 10.1016/j.foodchem.2006.08.019.

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.

T

Talhaoui, N., Gómez-Caravaca, A. M., León, L., De la Rosa, R., Fernández-Gutiérrez, A., & Segura-Carretero, A. (2016). From olive fruits to olive oil: phenolic compound transfer in six different olive cultivars grown under the same agronomical conditions. *Int J Mol Sci*, 17(3), 337.

Tamendjari, A., Laincer, F., Iaccarino, N., Amato, J., Pagano, B., Pagano, A., Tenore, G., Rovellini, P., Venturini, S., Bellan, G., Ritieni, A., Mannina, L., Novellino, E., Randazzo, A., (2016). Characterization of mono varietal extra virgin olive oils from the province of Béjaïa (Algeria). *Food Research International* 89 (2016) 1123–1133.

Tanouti, K., El Amrani, A., Serghihini-Caid, H., Khalid, A., Bahetta, Y., Benali, A., Harkous, M and Khair M. (2010). Caractérisation d'huiles d'olive produites dans des coopératives pilotes (Ikrarna et Kenine) au niveau du Maroc Oriental. *Les technologies de laboratoire*, 5(18).

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

Tripoli, E., Giammanco, M., Tabacchi, G., Di Majo, D., Giammanco, S., & La Guardia, M. (2005). The phenolic compounds of olive oil: structure, biological activity and beneficial effects on human health. *Nutrition research reviews*, 18(1), 98-112.

U

Uzzan, A. (1994). Huile d'olive. In : manuel des corps gras. Lavoisier, Ed. Technique et Documents, pp. 763-766.

V

Van der Vossen, H.A.M., and Mkamilo, G.S. (2007). Ressources végétales de l'afrigue tropicale 14.Oléagineux. Backhuys Publischers , pp 216.

Veillet, S. (2010). Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : entre tradition et innovation. Th. Doct. Chimie. Avignon et des Pays de Vaucluse. Paris. 132P.

Viola, P. (1997). L'huile d'olive et la santé Madrid: Conseil Oléicole International, 122p.

Z

Zamora, R., Alaiz, M., & Hidalgo, F. J. (2001). Influence of cultivar and fruit ripening on olive (*Olea europaea*) fruit protein content, composition, and antioxidant activity. *Journal of agricultural and food chemistry*, 49(9), 4267-4270.

Annexes

Annexes

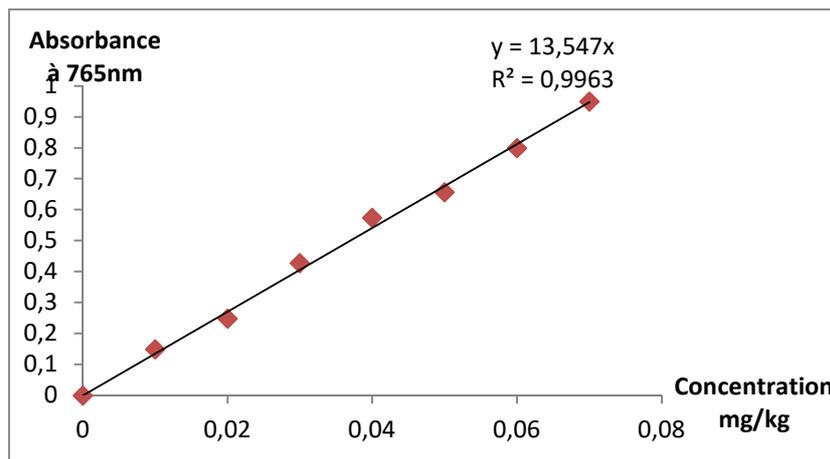


Figure 1 : Courbe d'étalonnage pour le dosage des polyphénols totaux avec l'acide gallique.

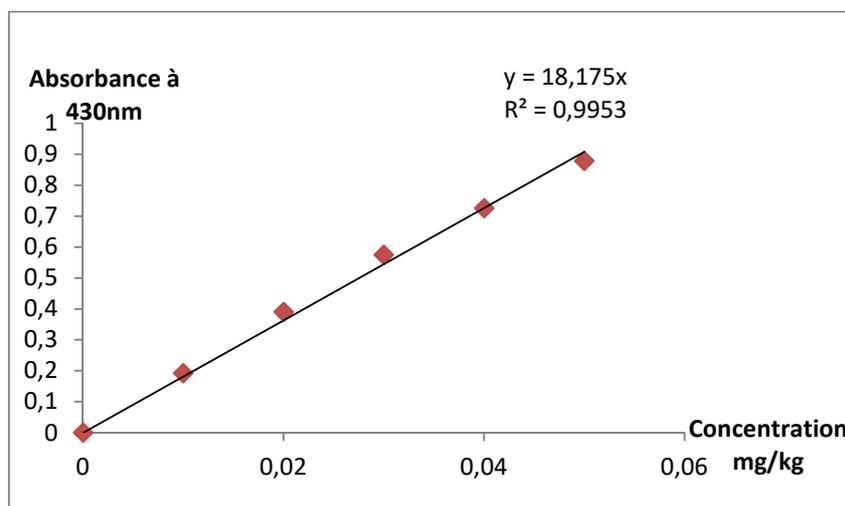


Figure 2 : Courbe d'étalonnage pour le dosage des flavonoïdes avec la quercitine.

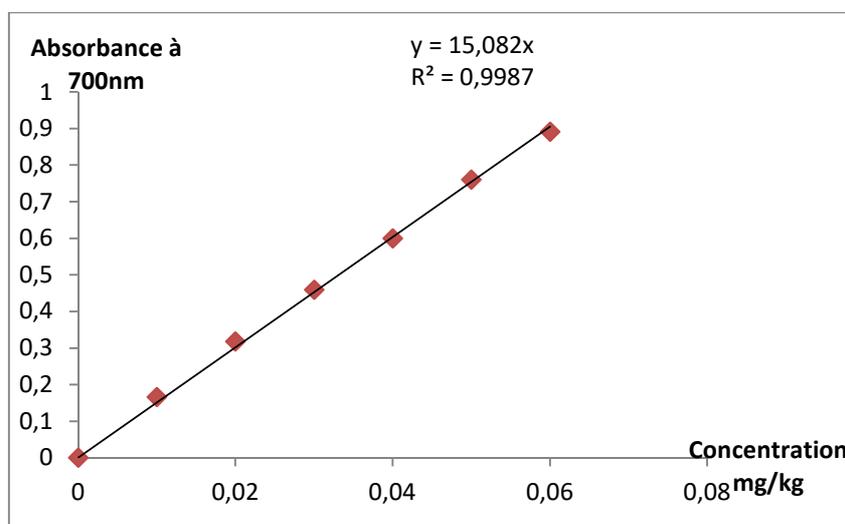


Figure 3: Courbe d'étalonnage pour le pouvoir réducteur avec l'acide ascorbique.

Résumé :

La présente étude a pour objectif le suivi de la qualité ainsi que le pouvoir antioxydant de la variété chemlal de l'ouest Algérien (décembre 2019) à travers les différentes étapes de la trituration dans huilerie traditionnelle de Yakouren.

Les paramètres de qualité (l'acidité, l'indice de peroxyde et l'absorbance dans l'UV) sont influencés négativement par la trituration des olives. D'après les résultats obtenus, et en se référant aux normes établies par le Conseil Oléicole International (2015), nous pouvons classer nos échantillons dans la catégorie d'huile d'olive vierge extra. Notre premier échantillon, qui est l'huile d'olive extraite à partir d'olives est la moins riche en pigments (chlorophylle:4,22 et caroténoïde:1,76mg/kg), leurs teneurs augmentent relativement au cours de la trituration des olives. La teneur en polyphénols totaux diminue lors de l'extraction des olives de 154,49mg/kg à 52,87mg/kg, aussi pour les flavonoïdes on enregistre des valeurs de 48,72mg EQ/kg à 12,26 mg EQ/kg. L'huile d'olive de la variété *Chemlal* présente une diminution de l'activité antiradicalaire (radical DPPH) de l'huile d'olive au cours de la trituration des olives, la même évolution est observée pour le pouvoir réducteur des extraits phénoliques des trois échantillons d'huiles.

Mots clés: Huile d'olive, trituration, qualité, polyphénols, chemlal, échantillon.

Abstract:

The objective of this study is to monitor the quality as well as the antioxidant power of the chemlal variety of western Algeria (December 2019) through the various stages of trituration in the traditional Yakouren mill.

The quality parameters (acidity, peroxide value and UV absorbance) are negatively influenced by the crushing of the olives. According to the results obtained, and referring to the standards established by the International Olive Oil Council (2015), we can classify our samples in the category of extra virgin olive oil. Our first sample, which is the olive oil extracted from olives is the least rich in pigments (chlorophyll: 4.22 and carotenoid: 1.76mg / kg), their contents increase relative to the course of the trituration of olives. The total polyphenol content decreases during extraction of olives from 154.49 mg / kg to 52.87 mg / kg, also for flavonoids, values are recorded from 48.72 mg EQ / kg to 12.26 mg EQ / kg. Olive oil of the variety *Chemlal* shows a decrease in the antiradical activity (radical DPPH) of the olive oil during the trituration of the olives, the same evolution is observed for the power reducer of the phenolic extracts of the three oil samples.

Key words: Olive oil, trituration, quality, polyphenols, chemlal, sample.