

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département de Sciences Alimentaires
Filière : Sciences Alimentaires
Spécialité : Conservation des Aliments et Emballage



Réf:.....

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

MASTER

Thème

**Caractérisation physico-chimique et stabilité oxydative
de l'huile d'olive de la variété *Arbequina* stockée dans le verre
fumé et la terre cuite.**

Présenté par :

MEDJKOUNE Sonia et KHERBACHE Anaïs

Soutenu le : **1/07/2025**

Devant le jury composé de :

Mme OUKIL Naima	Professeur	Président
Mme LEHOUCHE Rahima	MCB	Encadreur
Mme TAMENDJARI Soraya	MCA	Examineur

Année universitaire : 2024 / 2025

Remerciement

Avant tout, nous remercions DIEU tout puissant de nous avoir aidé et donné la santé, le courage, la volonté et la patience pour réaliser ce travail.

Au terme de ce travail, nous tenons à adresser l'expression de nos vifs remerciements à toutes les personnes qui m'ont aidé et collaboré de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Nous sincères remerciements à Mme LEHOUCHE R. pour avoir accepté de nous encadrer et nous la remercions pour ses orientations précieuses tout au long de ce travail.

Nous remercions Mme OUKIL. N. pour avoir accepté de présider le jury de soutenance.

Nous tenons à exprimer aussi nos remerciements à Mme TAMENDJARI.S. pour avoir accepté d'examiner ce travail.

Nos remerciements vont aussi au personnel de laboratoire Mme IMADALOU pour l'accueil chaleureux qu'elle nous a réservé et pour l'aide qu'elle nous a apporté pendant la période de réalisations de la partie expérimentale de ce travail. Nos vifs remerciements s'orientent à Mr Achour responsable du service des stages et personnel de laboratoire de raffinage des huiles au niveau de l'unité spa CEVITAL.

Enfin, nous adressons nos remerciements à toutes personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce mémoire.

Dédicaces

Je rends grâce à Dieu de m'avoir rendu une personne rêveuse avec une grande ambition. Je dédie ce modeste travail.

A la mémoire de mon père

Ce travail est dédié à mon père, décédé trop tôt, qui m'a toujours poussée et motivée dans mes études.

J'espère que, il apprécie cet humble geste comme preuve de reconnaissance de la part de sa fille qui a toujours prié pour le salut de son âme. Puisse Dieu, le tout puissant, l'avoir en sa sainte miséricorde !

A ma chère mère

Quoi que je fasse ou que je dise, je ne saurai point te remercier comme il se doit. Ton affection me couvre, ta bienveillance me guide et ta présence à mes côtés a toujours été ma source de force pour affronter les différents obstacles.

A mes chers frères

Pour leur soutien moral et ma source de mes efforts, joie et bonheur. Je les aime trop car ils m'ont encouragé toute ma vie.

A mes chères tantes et cousines pour leur soutien et encouragement

A mon encadrant Mme LEHOUCHE.R pour son encadrement, ses encouragements et surtout son support.

ANAÏS

Dédicace

Je tiens à remercier ALLAH qui a tracé le chemin de ma vie et qui m'a aidé à réaliser ce travail, que je dédie ;

A ma chère mère ;

A mon cher père ;

Qui n'ont jamais cessé, de formuler des prières à mon égard, de me soutenir et de m'encourager pour que je puisse atteindre mes objectifs.

A mon cher frère, Yacine ;

A ma chère sœur, Melissa ;

Pour ces soutiens moraux et leurs conseils précieux tout au long de mes études

A mes chères amies ;

Rahma, Djedjiga, Yasmine, Chafia, Leticia, Chalo ;

Pour leurs aides et supports dans les moments difficiles

A mon encadreur Mme Lehouche R.

SONIA

Table de matières

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction.....1

Partie bibliographique

Chapitre I : Olive et huile d'olive.

I.1. Olive.....3

I.1.1. Définition.....3

I.1.2. Structure de l'olive.....3

I.1.3. Composition chimique.....4

I.2. Huile d'olive.....4

I.2.1. Définition.....4

I.2.2. Classification de l'huile d'olive.....4

I.2.2. Composition biochimique de l'huile d'olive.....5

I.2.3.1. Fraction saponification.....5

I.2.3.2. Fraction insaponification.....7

I.2.4. Principaux opérations d'élaboration de l'huile d'olive.....8

I.2.5. L'effet de l'huile d'olive sur la santé.....9

I.2.5.1. Santé cardiovasculaire.....10

I.2.5.2. Prévention du cancer.....10

I.2.5.3. Gestion du diabète.....11

Chapitre II : Altération oxydative de l'huile d'olive et mode de conservation.

II.1. Processus d'oxydation.....12

II.1.1. Auto-oxydation.....12

II.1.2. Photo-oxydation.....	13
II.1.3. Oxydation enzymatique.....	14
II.2. Principaux facteurs influençant l'oxydation lipidique.....	14
II.2.1. Oxygène.....	14
II.2.2. Température.....	15
II.2.3. Lumière.....	15
II.3. Mode de conservation.....	15
II.3.1. Condition de stockage.....	16
II.3.2. Emballage recommandé.....	16
II.3.3. Durée de conservation.....	17

Partie expérimentale

Chapitre I : Matériel et méthodes

I.1. Echantillonnage.....	18
I.2. Analyses effectuées.....	19
I.2.1. Acidité.....	19
I.2.2. Indice de peroxyde.....	20
I.2.3. Absorbance spécifique dans l'ultra- violet.....	21
I.2.4. Dosage des pigments.....	21
I.2.4.1. Chlorophylles.....	21
I.2.4.2.Caroténoïdes.....	22
I.2.5. Dosage des polyphénols totaux.....	22
I.2.6. Dosage des flavonoïdes.....	23
I.2.7. Dosage des <i>ortho</i> -diphénols.....	24
I.2.8. Indice d'amertume.....	24
I.2.9. Test de stabilité au ranciment.....	25
I.2.10. Test DPPH.....	25
I.2.11. Pouvoir réducteur.....	26

I.3. Etude statistique.....	27
-----------------------------	----

Chapitre II : Résultats et discussion

II.1. Acidité.....	28
II.2. Indice de peroxyde.....	29
II.3. Absorbance spécifique dans l’ultra-violet.....	30
II.4. Teneur en pigments.....	32
II.4.1. Chlorophylles.....	32
II.4.2. Caroténoïdes.....	33
II.5. Polyphénols totaux.....	35
II.6. Flavonoïdes.....	36
II.7. <i>Ortho</i> -diphénols.....	37
II.8. Indice d’amertume.....	38
II.9. Pouvoir réducteur.....	39
II.10. Activité antiradicalaire de l’huile d’olive contre le radical DPPH.....	40
II.11. Activité antiradicalaire des extraits méthanoliques contre le radical DPPH.....	41
II.12. Test de stabilité au rancimat.....	42
Conclusion.....	43

Références bibliographiques.

Annexes.

Résumé.

Liste des abréviations

HV : Huile d'olive stockée dans l'emballage en verre fumé.

HT : Huile d'olive stockée dans l'emballage en terre cuite.

OOL : Dioléolinoléine.

POL : Palmitooléolinoléine.

POO : Dioléopalmitine.

SOO : Dioléostéarine.

Ppm : Partie par million.

Sens : Photo sensibilisateurs.

COI : Conseil Oléicole International.

CEE : Communauté Economique Européenne.

Liste des figures

Figure 1 : Différentes parties de l'olive.....	3
Figure 2 : Les trois phases d'auto-oxydation.....	13
Figure 3 : Echantillon d'huile d'olive.....	19
Figure 4 : Valeurs de l'acidité des différents échantillons.....	28
Figure 5 : Valeurs de l'indice de peroxyde des différents échantillons.....	29
Figure 6 : Valeur des absorbances à 232 nm pour les différents échantillons	31
Figure 7 : Valeur des absorbances à 270 nm pour les différents échantillons.....	32
Figure 8 : Teneur en chlorophylles des différents échantillons.....	33
Figure 9 : Teneur en caroténoïdes des différents échantillons.....	34
Figure 10 : Teneur en polyphénols totaux des différents échantillons.....	35
Figure 11 : Teneur en flavonoïdes des différents échantillons.....	36
Figure 12 : Teneur en <i>ortho</i> -diphénols des différents échantillons.....	37
Figure 13 : Indice d'amertume des trois échantillons.....	38
Figure 14 : Pouvoir réducteur de deux échantillons.....	39
Figure 15 : Pourcentage d'inhibition du DPPH des deux échantillons d'huile.....	40
Figure 16 : Pourcentage d'inhibition du DPPH des extraits phénoliques des échantillons.....	41
Figure 17 : Test de stabilité au Rancimat des trois échantillons.....	42

Figures en annexes

Figure 1 : Courbe d'étalonnage pour le dosage des composés phénoliques totaux.

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

Figure 3 : Courbe d'étalonnage pour le dosage des ortho-diphénols.

Figure 4 : Courbe de rancimat

Liste des tableaux

Tableau I : Composition chimique de l'olive en (%).....	4
Tableau II : Composition en triglycérides de l'huile d'olive en (%).....	6
Tableau III : Teneur en acide gras de l'huile d'olive.....	7

Tableau en annexe

Tableau I : Tableau récapitulatif des résultats obtenus pour les analyses effectuées.

Introduction

L'huile d'olive est un produit typique par excellence de la méditerranée. On peut la suivre tout au long de l'histoire depuis civilisation grecque jusqu'à l'époque contemporaine, c'est la source majeure de graisses dans l'alimentation méditerranéenne réputée pour ses impacts positifs du la sante humaines **(Veilli, 2010)**.

Les caractéristiques biologiques de l'huile d'olive dépendent de sa teneur en acides gras, principalement l'acide oléique, ainsi que de la présence de composés mineurs comme les vitamines et les antioxydants naturels qui protègent contre les dommages cellulaires provoqués par les radicaux libres **(De Faveri et al., 2008)**. La qualité et la composition de l'huile d'olive sont influencées non seulement par les méthodes de culture, le moment de la récolte, les techniques de récolte et post-récolte employées, le processus d'extraction, mais aussi largement par la variété d'olive **(Samaniego-Sanchez et al., 2010)**.

Le processus d'oxydation des huiles végétales, en particulier l'huile d'olive, est un phénomène complexe qui dépend de divers facteurs physico-chimiques et environnementaux. Ce phénomène est principalement accéléré par des facteurs tels que la haute température, l'exposition à la lumière, la présence d'oxygène et certains métaux de transition (comme le fer ou le cuivre) qui jouent le rôle de catalyseurs. La teneur en acides gras est également cruciale : plus une huile contient d'acides gras polyinsaturés, plus elle est susceptible de s'oxyder. De même, la présence réduite d'antioxydants naturels, comme les polyphénols ou la vitamine E, accentue la dégradation oxydative. Finalement, les conditions de conservation (telles que l'utilisation de récipients non étanches ou l'exposition à l'humidité) peuvent exacerber ce phénomène **(Santos et al., 2021)**.

Le matériau d'emballage et les conditions de stockage présentent des facteurs déterminants de la qualité de l'huile d'olive. C'est dans le contexte que s'inscrit cette présente étude qui a pour objectif de déterminer l'impact du matériau d'emballage sur les caractéristiques physico-chimiques et la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge. L'étude a porté sur la variété espagnole *Arbequina*, introduite en Algérie. L'huile de cette variété a été stockée à température ambiante pendant deux années dans deux emballages différents : le verre fumé et la terre cuite.

Le présent travail est subdivisé en deux parties :

- Une partie bibliographie relative à l'étude de l'olive, de l'huile d'olive et de l'altération oxydative de l'huile d'olive.
- La deuxième partie pratique traite les protocoles expérimentaux appliqués et les résultats obtenus avec leur discussion.

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

I.1. Olive :

I.1.1. Définition :

L'olive est un fruit de l'olivier, classée comme drupe, elle est caractérisée par une forme ovoïde, une peau lisse, un mésocarpe charnu, riche en lipides avec noyau ligneux contenant une graine (Soni *et al.*, 2006).

I.1.2. Structure de l'olive :

La structure de l'olive comprend trois parties principales (figure 1):

- **Epicarpe (peau) :** c'est la couche externe de l'olive, elle représente environ 2,5% du poids total de l'olive.
- **Mésocarpe (pulpe) :** cette partie constitue la majorité de l'olive et elle a un poids compris entre 71,5 et 80,5% du poids total, elle est riche en l'huile d'olive et elle contient la majeure partie des composés hydrosolubles comme les sucres et les phénols.
- **Endocarpe (noyau) :** il s'agit de la partie interne dure de l'olive, elle représente 17,3 à 23% du poids totale et elle contient une graine.

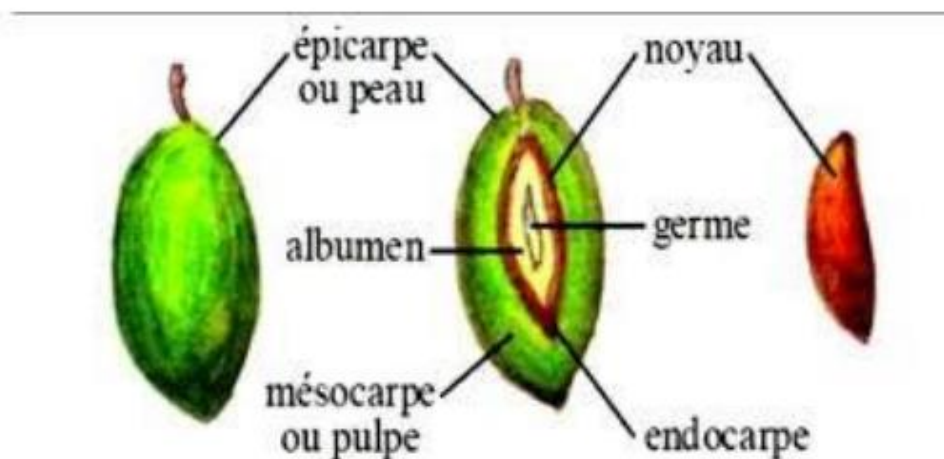


Figure 1 : Différentes parties de l'olive (Amourettinic *et al.*, 2000).

I.1.3. Composition chimique :

Composition chimique moyenne de l'olive est la suivante : eau 50%, huile 22%, protéines 2%, sucres 13%, cellulose 6%, minéraux 2%. Les constituants importants qui représentent environ 2% sont les pectines, les acides organiques, les pigments et les glycosides de phénols. Les différents constituants sont illustrés dans le tableau I.

Tableau I : La composition chimique de l'olive en (%) (Seçmeler et Galanakis, 2019).

Constituants	Teneur %
L'eau	50
Huile	22
Polyphénols	1,5
Protéines	1,5
Sucres	1,8
Celluloses	5,5
Minéraux	1,5

I.2. Huile d'olive :

I.2.1. Définition:

Les huiles d'olives vierges sont des huiles obtenues du fruit de l'olivier (*Olea europaea* L) uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions thermique notamment qui n'entraînent pas d'altération de l'huile, et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration (COI, 2019).

I.2.2. Classification de l'huile d'olive :

- a) **Huile d'olive vierge extra :** C'est l'huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,8 gramme pour 100 gramme (COI, 2019).

- b) **Huile d'olive vierge** : C'est l'huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum 2,0 gramme pour 100 gramme (COI, 2019).
- c) **Huile d'olive vierge courante** : c'est une huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum 3,3 grammes pour 100 gramme (COI, 2019).
- d) **Huile d'olive vierge lampante** : est l'huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est supérieure à 3,3 gramme pour 100 grammes. Elle est destinée aux industries du raffinage ou à des usages techniques (COI, 2019).
- e) **Huile d'olive raffiné** : est l'huile d'olive obtenue des huiles d'olives vierges par des techniques de raffinage qui n'entraînent pas de modifications de la structure glycéridique initiale. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,30 gramme pour 100 gramme (COI, 2019).

I.2.3. Composition biochimique de l'huile d'olive :

La composition de l'huile d'olive dépend essentiellement de la variété du fruit, de la région de culture et des conditions climatiques (Djadoun, 2011).

I.2.3.1. Fraction saponification :

Elle représente environ 99% de l'huile. Constituée des acides gras et de leurs dérivés (acylglycérols, phosphate) (Ryan *et al.*, 1998 ; Ruiz *et al.*, 1999).

- **Glycérides** : Ce sont des esters d'acide gras et du glycérol, ils sont les principaux composants des graisses et des huiles. L'huile d'olive est constituée pour près de 98 à 99% de triglycérides, de 1 à 2% de diglycérides et 0,1 à 0,25% de mono glycérides (Cimato, 1990 ; Ryan *et al.*, 1998).

Les principaux triglycérides de l'huile d'olive sont représentés dans le tableau II.

Tableau II : Composition en triglycérides de l'huile d'olive en (%) (**Ryan *et al.*, 1998**).

Nom	Nature	% Triglycérides
La trioléine	OOO	40-60
La dioléopalmitine	POO	10-20
La dioléolinoléine	OOL	10-20
La palmitooléolinoleine	POL	5-7
La dioléostéarine	SOO	3-7

O : Acide oléique. **L** : Acide linoléique. **P** : Acide palmitique. **S** : Acide stéarique.

- **Acides gras** : L'huile d'olive est caractérisée par la prédominance d'un acide mono-insaturé, l'acide oléique, elle est constituée aussi d'un pourcentage modéré d'acides gras polyinsaturés (tableau III) essentiels tels que l'acide linoléique et l'acide alpha-linolénique. Les principaux acides gras saturés sont l'acide palmitique et l'acide stéarique (**Baccouri *et al.*, 2006**). La composition moyenne en acide gras de l'huile d'olive est présentée dans le tableau III.

Tableau III : Teneur en acide gras de l'huile d'olive (**Harwoode et aparicio., 2000**).

Acide gras	Teneurs %
Acide myristique	$\leq 0,05$
acide palmitique	7,5-20
acide palmitoléique	0,3-3,5
acide heptadecanoïque	$\leq 0,3$
acide heptadécénoïque	$\leq 0,3$
acide stéarique	0,5-5,0
acide oléique	55-83
acide linoléique	3,5-21
acide linolénique	≤ 1
acide arachidique	$\leq 0,6$
acide eïcosanoïque	$\leq 0,4$
acide béhénique	$\leq 0,3$
acide lignocérique	$\leq 0,2$

I.2.3.2. Fraction insaponification :

Dans l'huile d'olive vierge, les insaponifiables constituent de 0,4 à 0,8%, tandis que dans l'huile de grignon d'olive, ils atteignent 2%. La fraction insaponifiable contient un grand nombre de composés mineurs aux rôles variés, comme les composés phénoliques, les tocophérols, les stérols, les substances aromatiques, la chlorophylle et les caroténoïdes (**Benlemlih et Ghanam, 2012**).

- **Composés phénoliques** : L'huile d'olive se distingue particulièrement comme la seule huile contenant d'importantes concentrations de composés phénoliques naturels (**Baccouri et al., 2006**). La composition de ces substances présentes dans l'huile d'olive est influencée par divers facteurs tels que le degré de maturité des olives

(Rovellini et Cortesi, 2003), les conditions météorologiques et la saison (Salvador *et al.*, 2004), l'état de santé des olives (Tamendjari *et al.*, 2003), la variété des olives et la méthode d'extraction de l'huile d'olive (Gimeno *et al.*, 2004). Les composés phénoliques confèrent à l'huile une saveur à la fois amère et fruitée, tout en contribuant considérablement à sa stabilité en renforçant sa résistance à l'auto-oxydation (Sifi *et al.*, 2001).

- **Stérols** : Ces lipides ont une importance nutritionnelle et ils sont liés à la qualité de l'huile, ils constituent les principaux composants de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive (20%). On les trouve sous forme libre ou estérifiée avec les acides gras. On observe principalement le β -sitostérol, le 5-Avenastérol et le campesterol (Giuffré *et al.*, 2012).
- **Tocophérols** : Les tocophérols sont reconnus pour leur double action bénéfique. En effet, ils ont l'atout d'être une vitamine liposoluble (vitamine E). Aparicio et Luna (2002) et Tura *et al.* (2007) indiquent que la teneur en tocophérols est étroitement liée à la variété.
- **Pigments** : La couleur allant du vert-jaunâtre à l'or de l'huile d'olive est due essentiellement aux chlorophylles et caroténoïdes présent dans l'olive (Psomiadou et Tsimidou, 2002).
 - **Chlorophylles** : La concentration en pigments chlorophylliens dans l'huile d'olive varie de 1 à 20 ppm (Ryan *et al.*, 1998). Ils possèdent des propriétés photosensibilisantes et peuvent donc être responsables de l'oxydation des huiles (Rahmani, 1989).
 - **Caroténoïdes** : Les carotènes sont des composés naturels participant aux processus d'oxydation de l'huile, une quantité adéquate de ces substances dans le produit retarde le processus de photo-oxydation et maintient les critères de qualité pendant la période de stockage (Lazzez *et al.*, 2006). Selon Perrin (1992), l'huile d'olive vierge contient entre 0,3 et 0,4 ppm de carotènes. Dans l'huile d'olive, la lutéine se retrouve de 3 à 60 % et le β -carotène de 5 à 15% (Karleskind, 1992).

I.2.4. Principales opérations d'élaboration de l'huile d'olive:

Pour extraire l'huile d'olive, on commence par transformer les olives en une pâte. Ce processus aboutit à une séparation en trois parties distinctes : une phase solide, une phase aqueuse (contenant de l'eau), et la phase huileuse qui l'on recherche. Les étapes clés pour y parvenir sont les suivantes :

a. Nettoyage des olives : On utilise un système combiné pour débarrasser les olives de feuilles par aspiration et de laver dans un bassin d'eau (**Michelakis, 1992**).

b. Préparation de la pâte : Par lavage dans, les olives propres sont ensuite broyées à l'aide d'un broyeur métallique, ce qui les transforme en une pâte. Pour optimiser la récupération de l'huile, cette étape est suivie d'un malaxage. Le malaxage permet d'augmenter la quantité d'huile libre et favoriser l'agglomération des petites gouttes d'huile en gouttes plus importantes (**Benyahia et Zein, 2003**).

c. Séparation de l'huile : L'huile d'olive vierge est extraite de la pâte par des méthodes physiques telles que la pression, la centrifugation ou la percolation, à l'aide d'appareils spécifiques.

•**Centrifugation :** Cette méthode utilise un décanteur horizontal. La pâte est soumise à une forte rotation ce qui permet aux différents composants de se séparer en fonction de leur densité. On obtient ainsi trois phases :

- ✓ Le grignon, qui est la partie solide la plus dense et se retrouve donc éloignée de l'axe de rotation.
- ✓ Les margines, ou eaux de végétation, qui se positionnent sur l'anneau intermédiaire, entre le grignon et l'huile.
- ✓ L'huile d'olive, qui est la phase la moins dense et reste donc près de l'axe de rotation (**Benyahia et Zein, 2003**).

•**Pression :** C'est la méthode la plus ancienne et la plus courante. Elle consiste à comprimer la pâte d'olive dans des conditions optimales, ce qui permet de libérer l'huile. L'huile ainsi extraite se sépare de la partie solide (pulpe) grâce au drainage facilité par des pattes et des fragments de noyau (**Di-Giovacchino, 1994**).

•**Percolation :** Ce système repose sur le principe d'immersion d'un disque en acier dans la pâte d'olive. Lorsqu'on retire le disque, il est recouvert d'huile en raison des différences de tension superficielle entre les phases liquides présente dans la pâte (**Di-Giovacchino, 1994**).

I.2.5. Effet de l'huile d'olive sur la santé :

Il a été prouvé que la consommation de l'huile procure des avantages pour la santé en réduisant les risques des maladies cardio-vasculaires, les allergies et les cancers (**Ebrahimi, 2022 ; Gupta, 2022 ; Ma, 2023**).

I.2.5.1. Santé cardio-vasculaires :

- ❖ **Amélioration du profil lipidique :** La consommation régulière d'huile d'olive contribue à réduire le taux de cholestérol LDL (le mauvais cholestérol) et à augmenter le taux de cholestérol HDL (Le bon cholestérol). Les acides gras mono-insaturés présents en abondance dans l'huile d'olive, notamment l'acide oléique, jouent un rôle clé dans cet effet (**Anonyme 1**).
- ❖ **Réduction du risque de maladies cardio-vasculaires :** Plusieurs études ont démontré une association entre la consommation de l'huile d'olive est une diminution du risque de maladies coronariennes, d'hypertension et d'accidents vasculaires cérébraux. Les polyphénols aux propriétés antioxydants présents dans l'huile d'olive extra vierge contribuent à protéger les vaisseaux sanguins (**Anonyme 2**).
- ❖ **Effets anti-inflammatoires :** L'oléocanthal, un composé présent dans l'huile d'olive possède des propriétés anti-inflammatoires similaires à celles de l'ibuprofène, ce qui peut être bénéfique pour la santé cardio-vasculaires en réduisent l'inflammation chronique (**Anonyme 3**).

I.2.5.2. Prévention du cancer :

- ❖ **Rôle potentiel dans la prévention de certains cancers :** Des recherches suggèrent que les composés bioactifs de l'huile d'olive, tels que les polyphénols et l'hydroxytyrosol, pourraient avoir des effets protecteurs contre le développement de certains types de cancer, notamment le cancer du sein. Des études ont montré une association entre la consommation d'huile d'olive extra vierge et une réduction du risque du cancer du sein (**Anonyme 4**).
- ❖ **Action contre les cellules cancéreuses :** Certaines études in vitro ont suggéré que des composants de l'huile d'olive comme l'oléocanthal, pourraient induire la mort des cellules cancéreuses, cependant ces résultats nécessitent d'être confirmés par des études sur l'homme (**Anonyme 5**).
- ❖ **Inhibition de l'angiogenèse :** Des recherches ont montré que l'huile d'olive pourrait prévenir la progression tumorale en inhibant la formation de nouveaux vaisseaux sanguins nécessaires à la croissance des tumeurs (**Anonyme 6**).

I.2.5.3. Gestion du diabète :

- ❖ **Amélioration du métabolisme du glucose :** Les polyphénols présents dans l'huile d'olive vierge ou extra vierge peuvent favoriser l'absorption du glucose par les tissus, contribuant ainsi à diminuer la glycémie après les repas (**Anonyme 7**).
- ❖ **Réduction du risque de diabète de type 2 :** La consommation d'huile d'olive, dans le cadre d'une alimentation saine, est associée à une réduction du risque de développer le diabète de type 2. Les acides gras insaturés qu'elle contient peuvent aider à réguler le taux de sucre dans le sang (**Anonyme 8**).

Chapitre II : Altération oxydative d'huile d'olive et mode de conservation.

II.1. Processus d'oxydation :

L'une des plus grandes menaces pour la qualité des huiles comestibles est l'oxydation. La présence d'oxygène dans l'air ou finement dispersé dans l'huile provoque la dégradation et le rancissement de l'huile. Cette réaction est plus rapide si l'huile n'est pas stockée correctement, en particulier si elle est exposée à la lumière et/ou à la chaleur. L'oxydation produit des radicaux et des produits d'oxydation, dont certains peuvent être toxiques. Heureusement, certains produits de l'oxydation sont de petites molécules volatiles qui peuvent être détectées par olfaction : elles dégagent une odeur particulière, de mauvais goût, qui donne lieu au défaut « rance ». L'odeur est donc un indicateur sensoriel utile de l'oxydation en cours (COI, 2020).

La vitesse d'oxydation dépend de la composition et de la qualité de l'huile, de la technologie employée pour la production, de l'emballage et des conditions environnementales dans lesquelles l'huile a été conservée (COI, 2020).

Les altérations conduisant au rancissement oxydatif sont : l'auto-oxydation, la photo-oxydation et l'oxydation enzymatique.

II.1.1. Auto- oxydation :

La catalyse est provoquée par la température, les ions métalliques et les radicaux libres. Il semble donc que l'auto-oxydation joue un rôle central dans l'oxydation des lipides. Elle génère majoritairement des hydroperoxydes et des composés volatils, habituellement par un processus en trois phases (initiation, propagation et terminaison) : Figure 2 (Marc, 2004).

- ❖ **Initiation** : Cette étape est initiée par la chaleur, la lumière ou les ions métalliques et aboutit à la formation des espèces très réactives : ROO^* et R^* .
- ❖ **Propagation** : Les espèces réactives formées s'attaquent aux molécules lipidiques d'où la formation des hydroperoxydes et la destruction de ces derniers donnent naissance à des composés responsables des goûts et odeur de rance par rupture des liaisons O-O.
- ❖ **Terminaison** : Apparition de nouvelles espèces moléculaires non radicalaires (formation des polymères entre espèces réactives).

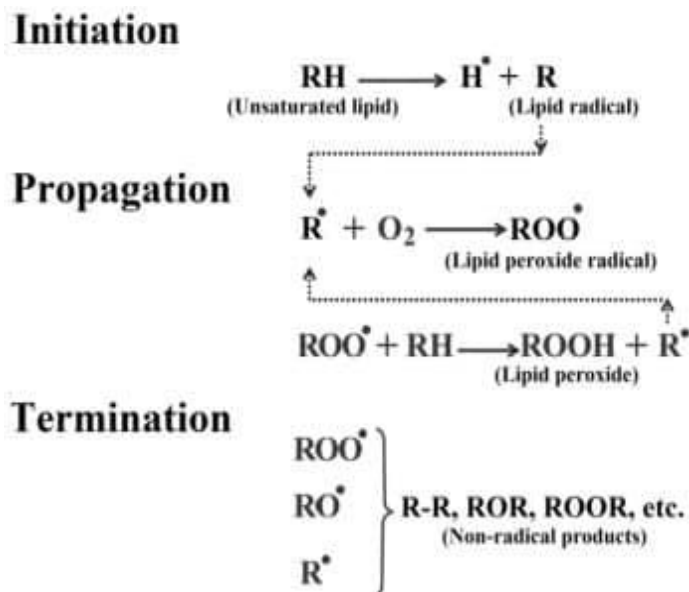


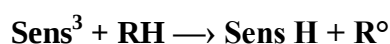
Figure 02 : Les trois phases d'auto-oxydations (POKORNY, 2003).

II.1.2. Photo-oxydation :

La photo-oxydation est un processus de peroxydation lipidique déclenché par des composés photosensibles. Il s'agit de la décomposition oxydative des lipides en présence d'oxygène, d'énergie lumineuse et de photo-sensibilisateurs (Choe et Min., 2006). Dans ce processus, les pigments et les colorants alimentaires : (chlorophylle, certains colorants, certaines vitamines), possèdent la capacité d'agir comme photo sensibilisateurs en raison de leur faculté à capter la lumière (Frankel, 2012). En présence d'un photo-sensibilisateur, l'énergie lumineuse transforme l'oxygène triplet ($^3\text{O}_2$) en oxygène singulet ($^1\text{O}_2$), capable d'agir directement sur les doubles liaisons insaturées des chaînes grasses (Hultin, 1994). Effectivement, dans sa forme fondamentale, la molécule d'oxygène en état triplet est stable et ne peut pas réagir avec les acides gras insaturés. Selon deux types de mécanismes, les photo-sensibilisateurs participent au processus d'oxydation des lipides (Frankel, 2012).

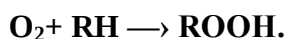
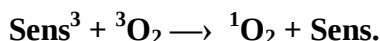
- **Le premier mécanisme :**

Dans leur état excité, les molécules photosensibles interagissent avec l'oxygène en triplet, lui transférant leur énergie pour produire un oxygène singulet (Frankel, 2012). L'oxygène singulet est extrêmement réactif et a la capacité de réagir avec les acides gras insaturés pour générer des hydro peroxydes.



- **Le deuxième mécanisme :**

La molécule photosensible dans son état excité agit comme les radicaux libres initiateurs et arrache un hydrogène de l'acide gras insaturé pour former un radical libre qui est capable de réagir avec la molécule d'oxygène dans son état fondamental (**Frankel, 2012**).



II.1.3. Oxydation enzymatique :

La lipoxygénase est l'enzyme principalement concernée. La lipoxygénase catalyse l'ajout d'une molécule d'oxygène à un acide gras insaturé par le biais d'une réaction stéréospécifique, conduisant ainsi à la création d'hydroperoxydes. Elle cible spécifiquement les acides gras non estérifiés. On observe fréquemment que son activité accompagne celle des lipases et phospholipases (**Angelo, 1996**).

II.2. Principaux facteurs influençant l'oxydation lipidique :

Les principaux facteurs impliqués dans l'oxydation de l'huile d'olive au cours de stockage sont : la température, la lumière, la pression partielle en oxygène, et la composition chimique de l'huile d'olive notamment en les traces métalliques. Le contrôle ou l'inhibition de l'oxydation des lipides est basé sur la maîtrise et le contrôle de ces facteurs.

II.2.1. Oxygène :

Le volume d'oxygène dissous dans l'huile, qui ne peut pas être éliminé, détermine la force de l'oxydation étant donné que la rapidité de la réaction d'oxydation est directement associée à la pression partielle d'oxygène (**Gutiérrez-Rosales et al., 1988**). Par conséquent, la capacité de l'emballage à permettre le passage de l'oxygène et le volume d'air non occupé en haut influencent directement la conservation optimale de l'huile durant sa période de stockage (**Pristouri et Badeka., 2010**).

Selon **Pristouri. (2010)**, les emballages en plastique n'assurent une protection à l'huile que pour une durée limitée (3-6 mois) en raison de leur perméabilité à l'oxygène, qui fluctue selon le classement suivant : Chlorure de polyvinyle (PVC) > Téréphtalate de polyéthylène (PET) > Polypropylène (PP) > Polystyrène (PS). Toutefois, certains de ces plastiques bénéficient de la

propriété d'être opaques. Cependant, le rôle de l'oxygène est un élément crucial plus déterminant que la lumière dans le rancissement des huiles.

Di Giovacchino *et al.* (2002), ont examiné l'effet du niveau de remplissage d'une bouteille d'huile d'olive à 60, 90 ou 98% avec de l'air ou de l'azote, conservée sous diverses conditions thermiques, révélant que l'utilisation de l'azote ralentissait le processus d'oxydation et renforçait sa résistance à ce phénomène sans altérer ses propriétés organoleptiques.

II.2.2. Température :

La température est le facteur qui a le plus d'influence sur la réaction d'auto-oxydation (**Gómez-Alonso *et al.*, 2004**).

Il est complexe de prévoir cette dépendance à la température étant donné qu'un grand nombre de facteurs interviennent. L'influence de la température est complexe, car elle accélère l'oxydation de l'huile tout en réduisant la capacité de l'huile à dissoudre l'oxygène et en facilitant la dégradation des hydroperoxydes en différents sous-produits (**Velasco., Dobarganes, 2002**).

II.2.3 Lumière :

L'exposition de l'huile d'olive à la lumière déclenche l'auto-oxydation (**Gutiérrez-Rosales et Gómez-Herrera., 1998**) et provoque une photo-oxydation de l'huile (**Jadhav *et al.*, 1996**). Les huiles soumises à la lumière, même à une faible exposition aux UV, sont moins stables que celles gardées dans l'obscurité, (**Kiritsakis *et al.* 1985 ; Caponio *et al.* 2005 ; Luna *et al.* 2006**). Tous ces auteurs ont démontrés qu'il y a une distinction de comportement entre la chlorophylle a et les phéophytines (a et b) après huit heures d'illumination de l'huile d'olive il y eu formation accrue de peroxydes en présence des phéophytines. En outre, l'huile enrichie en chlorophylles perd sa couleur, ce qui témoigne de leur dégradation, tandis que l'huile contenant des phéophytines maintient sa teinte.

II. 3.Mode de conservation :

La conservation de l'huile d'olive doit se faire selon des critères spécifiques pour maintenir ses propriétés nutritionnelles, organoleptiques et sa longévité. D'après le Conseil Oléicole International (**2018**), les meilleures méthodes de stockage préconisent de minimiser

l'exposition à la lumière, à la chaleur, à l'oxygène et à d'autres éléments tels que les métaux de transition, afin d'atténuer l'oxydation et de préserver la qualité de l'huile.

II.3.1. Conditions de stockage :

➤ Température :

Il est recommandé de garder l'huile d'olive dans une température stable variant entre 13 et 25 °C, idéalement entre 12 et 18 °C, dans un lieu frais et sec, loin des sources de chaleur et des fluctuations thermiques (COI, 2018).

➤ Lumière :

Il est nécessaire de préserver l'huile de la lumière directe qui favorise sa détérioration. Il est crucial de conserver dans l'obscurité pour préserver ses caractéristiques (COI, 2018).

➤ Oxygène/ Air :

L'exposition à l'air doit être réduite au minimum en scellant soigneusement les récipients après utilisation, étant donné que l'oxygène favorise l'oxydation et le rancissement (COI, 2018).

➤ Odeurs :

L'huile d'olive a tendance à capter les senteurs avoisinantes, il est donc recommandé de ne pas la conserver à proximité de produits ayant une forte odeur (produits ménagers, épices puissantes) (COI, 2018).

III.3.2. Emballage recommandé :

- **Matériaux :** On privilégie le verre sombre (vert ou brun) pour sa résistance chimique et pour sa capacité à protéger contre la lumière. Le fer-blanc (pour les boîtes en métal) est aussi employé pour offrir une meilleure défense contre la lumière et l'oxygène. L'acier inoxydable est recommandé pour le stockage en vrac (COI, 2018).
- **Taille des contenants :** Il est recommandé d'opter pour des récipients conçus pour une consommation rapide afin d'éviter les ouvertures fréquentes qui exposent l'huile à l'air (COI, 2018).
- **Bouchons hermétiques :** utilisation de bouchons hermétiques est indispensable pour restreindre l'intrusion d'oxygène (COI, 2018).

II.3.3. Durée de conservation :

La date de péremption (DDM) est déterminée par les producteurs selon la date d'embouteillage, généralement entre 12 et 24 mois. Néanmoins, il est conseillé de consommer l'huile dans l'année qui suit son acquisition et dans un délai de 3 à 6 mois après ouverture pour préserver sa qualité **(COI, 2018)**.

I.1. Echantillonnage :

L'échantillon utilisé dans ce travail est l'huile de la variété espagnole *Arbequina*, introduite en Algérie. Elle provient de la ferme oléicole Lekhdari située à Ain El Bir, commune de Boudjellil, wilaya de Bejaia. L'huile a été extraite par le procédé de centrifugation durant la campagne oléicole 2022/2023.

L'huile a été stockée pendant deux ans à température ambiante à l'abri de la lumière dans deux emballages différents (Figure 3) :

❖ **L'emballage en verre fumé** : en tant que matériau d'emballage, le verre occupe toujours une place privilégiée au sein de l'entreprise agroalimentaire. Le verre est complexe, il est composé essentiellement de silice (SiO_2), et d'oxyde de sodium (Na_2O) et d'oxyde de calcium (CaO). Il est constitué par un réseau irrégulier de molécules de Silice, dans les mailles du réseau se placent divers éléments dit « modification »

D'après **Hugel et Pajean (1998)**, le verre utilisé comme matériau d'emballage en agroalimentaire doit présenter les caractéristiques suivantes :

- Il doit être chimiquement inerte vis-à-vis des liquides et produits alimentaires et ne présente pas de problème de compatibilité ;
- Rigide pouvant prendre des formes variées mettant en valeur les produits emballés ;
- Transparent pour contrôler visuellement le produit et de le faire voir au consommateur. Il peut être coloré pour permettre une protection contre les rayons ultraviolets ;
- Il ne laisse pas passer les odeurs et les arômes donc les qualités organoleptiques de l'aliment ne sont pas modifiées ;
- Résistant à la pression interne élevée qui lui font subir certains liquides (eau minérale gazeuses, limonade).

❖ **L'emballage en terre cuite** : C'est un matériau obtenu par la cuisson de l'argile généralement à une température comprise entre 600 et 1100°C selon les usages. La terre cuite reste poreuse après cuisson, elle est principalement composée d'argile ferrugineux (riche en oxyde de fer) (**Kornmann, 2009**).



Figure 3 : Echantillon d'huile d'olive.

I.2. Analyses effectuées :

I.2.1. Acidité :

- **Principe :**

L'acidité de l'huile d'olive indique la proportion d'acides gras libre, mesurée en gramme d'acide oléique par 100g d'huile d'olive. Selon **Ryan *et al.* (1998)**, elle est perçue comme une méthode facile et performante pour l'évolution qualitative et la catégorisation des huiles d'olive.

- **Protocole expérimental :**

Selon la méthode décrite dans le règlement CEE/2568/91. Peser 5g d'huile d'olive dans un erlenmeyer dissoudre dans 20 ml du mélange d'oxyde diéthylique et éthanol à 95% (V/V), ajouter 3 à 4 gouttes de phénolphthaléine (indicateur coloré). Après agitation le mélange est titré à l'aide d'une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium (KOH) à 0,1N jusqu'à l'apparition de la coloration rose durant une dizaine de seconde. Un essai témoin est réalisé dans les mêmes conditions. L'acidité est exprimée en pourcentage d'acide oléique selon la formule ci-après :

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

A : Acidité en % d'acide oléique.

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

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

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

M : Masse molaire de l'acide oléique qui est égale à 282 g /mol.

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

I.2.2. Indice de peroxyde :

- **Principe :**

L'indice de peroxyde fait référence à la mesure de la quantité d'oxygène actif présent dans le peroxyde contenu dans un certain poids de produit, qui peut être libéré dans les conditions expérimentales. On l'exprime en milliéquivalent d'oxygène actif par kilogramme de matière grasse pouvant oxyder l'iodure de potassium en présence d'acide acétique et de chloroforme. Une solution de thiosulfate de sodium est utilisée pour titrer l'iode libéré.

- **Protocole expérimental :**

Selon la méthode décrite dans le règlement **CEE/2568/91**, un échantillon de 2g d'huile est dissout dans 10 ml de chloroforme dans une fiole. 15 ml d'acide acétique et 1ml d'iodure de potassium (solution aqueuse saturée) ont été rajoutés. La fiole était alors bouchée immédiatement et agiter vigoureusement pendant 1 minute, puis laisser dans l'obscurité pendant 5 minutes à température ambiante. Après avoir ajouté 75ml d'eau distillée et quelques gouttes d'empois d'amidon au mélange. L'iode libéré a été titré par une solution de thiosulfate de sodium, suivant la réaction :

$$\text{IP} = \text{N} (\text{V} - \text{V}_0) * 1000 / \text{m (méq) d'O}_2/\text{Kg}$$

IP : Indice de peroxyde (méq d'O₂/Kg).

V : Volume en millilitre de thiosulfate de sodium nécessaire pour titrer l'échantillon.

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

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

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

I.2.3. Absorbance spécifique dans l'ultra-violet :

- **Principe :**

Cette méthode consiste à déterminer les absorbances à 232 nm et 270 nm qui correspondent respectivement au maximum d'absorbance des hydro-péroxydes et des produits secondaires d'oxydation (Alais *et al.*, 2003).

- **Protocole expérimental :**

Les coefficients d'extinction spécifiques sont déterminés selon la méthode officielle décrite par COI (1996). Dans une fiole de 10ml, dissoudre 0,1 g d'huile dans 10ml de cyclohexane. Les mesures ont été prises dans cuves en quartz de parcours optique de 1cm aux longueurs 232nm et 270nm. L'extinction spécifique est calculée comme suit :

$$E = A\lambda / C * I$$

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

$A\lambda$: Absorbance mesurée à la longueur d'onde λ .

C : Concentration de la solution en gramme par 100 ml.

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

I.2.4. Dosage des pigments:

I.2.4.1. Chlorophylles :

- **Principe :**

Ce sont des composés sensibles à la lumière qui ont tendance à se décomposer pendant le processus de maturation. La concentration de ces pigments dans l'olive verte varie de 2 à 56 mg/kg. Selon Ryan *et al.* (1999), la quantité d'olive tournante varie de 0,3 à 22 mg/kg, tandis que pour l'olive noire, elle se situe entre 0,08 et 0,9 mg/kg.

- **Protocole expérimental:**

3g d'huile d'olive ont été pesé dans des fioles de 10 ml puis le volume est ajusté au trait de jauge avec le cyclohexane. Les chlorophylles ont été déterminées, par la mesure de l'absorbance à 670 nm. Par la formule suivante :

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

A670 : Absorbance de l'échantillon à 670 nm.

613 : Coefficient spécifique de la phéophytine comme standard.

I : épaisseur de la cuve (1cm).

I.2.4.2. Caroténoïdes :

- **Principe :**

L'olive contient une quantité importante de caroténoïdes, bien que leur concentration baisse pendant le processus de maturation (**Ryan et al., 1999**). Ainsi, la concentration en caroténoïdes dans l'olive fluctue de 0,9 à 12 mg/kg pour l'olive verte, de 0,4 à 6 mg/kg pour l'olive tournante et de 0,12 à 1 mg/kg pour l'olive noire. Selon **Martin et al. (1999)**, les caroténoïdes inhibent efficacement la photo-oxydation en neutralisant l'oxygène singulet provoqué par les pigments chlorophylliens.

- **Protocole expérimental :**

3g d'huile d'olive ont été pesés dans des fioles de 10ml puis le volume est ajusté au trait de jauge avec le cyclohexane. Les teneurs des caroténoïdes ont été déterminées par la mesure de l'absorbance à 470nm, par la formule suivante :

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

A470 : Absorbance de l'échantillon à 470 nm.

2000 : Coefficient spécifique de la lutéine comme standard.

I : épaisseur de la cuve (1cm).

I.2.5. Dosage des polyphénols totaux :

- **Principe :**

La détermination du contenu total en polyphénols repose sur l'observation de leur aptitude à réduire les acides phosphotungstique et phosphomolybdique, présents dans le réactif du Folin-Ciocalteu en oxyde de tungstène et molybdène W_8O_{23} et Mo_8O_{23} . Cette réaction produit une couleur bleutée mesurée à 760 nm, qui est proportionnelle à la concentration des polyphénols dans les échantillons. (**Singleton et al., 1999**).

- **Protocole expérimental :**

 Extraction :

Les polyphénols sont extraits selon le protocole de **Favati et al. (1994)**, 1g d'huile filtrée a été dissout dans 10 ml d'hexane. La solution a été injectée dans la colonne octadecyl C18, puis lavée avec 2*5 ml d'hexane. La fraction polaire a été éluée avec 2*4ml de solution de méthanol.

 Dosage :

La teneur en polyphénols totaux a été déterminée selon la méthode de **Favati et al. (1994)**, qui consiste à ajouter 5ml d'eau distillée à 2ml d'extrait méthanolique, puis ajouter 0,5 ml de réactif Folin-ciocalteu. Après 3 min d'incubation à température ambiante, le mélange est additionné de 4ml de carbonate de sodium à 10% (Na_2CO_3), le mélange atteint le volume final de 20 ml avec l'eau distillée. Après 90 minutes d'incubation à l'obscurité, la préparation est filtrée puis analysée à 765nm contre un blanc dont l'extrait est remplacé par le même volume du méthanol. La concentration en polyphénols totaux est calculée grâce à une courbe d'étalonnage réalisée avec de l'acide gallique comme standard. Les résultats sont exprimés en mg équivalents d'acide gallique par kg d'huile d'olive (Annexe I).

I.2.6. Dosage des flavonoïdes :

- **Principe :**

Ce sont des pigments polyphénoliques qui donnent certaines teintes aux fleurs et fruits des plantes. Dans l'olive, la présence de flavonoïdes est observable dès les phases initiales de développement ; ils sont formés de quinze atomes de carbone qui constituent une structure comprenant deux noyaux aromatiques et un hétérocycle central de type pyrane (**Duthie et al., 2000 ; Pietta et al., 2003**).

- **Protocole expérimental :**

Le contenu en flavonoïdes des extraits est estimé par la méthode au trichlorure d'aluminium (AlCl_3) décrite par **Branz (2012)**, Un volume de 2ml de l'extrait est mélangé à 1ml de la solution de trichlorure d'aluminium AlCl_3 à 2%. Après incubation à l'obscurité pendant 15 minutes et à température ambiante, l'absorbance est mesurée à 430 nm.

La concentration des flavonoïdes dans les extraits a été calculée à partir de la courbe d'étalonnage établie avec la quercétine comme standard. Les résultats sont exprimés en mg équivalent de quercétine dans un kg d'huile (mg E.Q/Kg) (Annexe I).

I.2.7. Dosage des *ortho*-diphénols :

- **Principe :**

Les *ortho*-diphénols interagissent avec le molybdate, générant un complexe de couleur jaune. La méthode de **Bendini *et al.* (2003)** a été utilisée pour déterminer la concentration en *ortho*-diphénols des extraits méthanoliques, en se basant sur un dosage spectrophotométrique à 370nm.

- **Protocole expérimental :**

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

I.2.8. Indice d'amertume :

- **Principe :**

L'indice d'amertume (K_{225}) a été déterminé par spectrophotométrie à 225 nm selon la méthode décrite par **Morello *et al.* (2004)**.

- **Protocole expérimental :**

1g d'huile a été solubilisé dans 4 ml d'hexane. La solution a été introduite dans une colonne d'octadecyle C18. Celle-ci est lavée avec 10 ml d'hexane afin d'éliminer tout résidu apolaire. L'élution des composés amers a été réalisée par 25 ml d'un mélange méthanol/eau (1/1 : V/V). L'absorbance a été mesurée à 225nm. Les résultats sont exprimés en termes d'absorbance.

I.2.9. Test de stabilité au Rancimat :

- **Principe :**

La méthode du Rancimat est une technique standard pour mesurer la stabilité à l'oxydation des matières grasses. Cette méthode implique un vieillissement prématuré des matières grasses par décomposition thermique à 98°C, sous un apport intensif d'air. Le délai d'induction, exprimé en heures, se réfère à la période qui s'écoule entre le commencement de la mesure et l'instant où l'augmentation de formation du produit d'oxydation débute. La méthode utilisée est celle de la norme **ISO 6886 (2006)**.

- **Protocole expérimental :**

Préparer correctement l'appareillage (**Rancimat 743, Metrohm, Suisse**) en procédant aux réglages du bloc chauffant (98°C) et du débit d'air (10 litres/heure) et remplir les cellules de mesure avec 60 ml d'eau distillée ou déminéralisée, puis mettre 3g de chaque échantillon dans le flacon d'oxydation à l'air, puis démarrer la pompe à l'air à membrane pour gaz et relier le tube d'arrivée et le tube de sortie d'air aux flacons d'oxydation à l'air et aux cellules de mesure à l'aide des tubes de raccordement, puis introduire le flacon d'oxydation à l'air muni de son couvercle hermétique dans son trou du bloc chauffant, qui doivent être tous les deux à la température requise. Pour l'expression des résultats, l'appareil permet un calcul automatique de la période d'induction, tout en utilisant le maximum de la seconde dérivée de la courbe. La stabilité à l'oxydation est exprimée en heures.

I.2.10. Test DPPH :

- **Principe :**

La méthode DPPH est couramment utilisée pour mesurer l'activité antioxydante. Elle est plus rapide et simple à appliquer que d'autres techniques. Elle se déroule à une température ambiante, ce qui protège les molécules examinées d'une éventuelle décomposition thermique. La couleur violet sombre du DPPH, un radical stable, est due à la délocalisation d'un électron au sein de la molécule. Ceci se produit lorsqu'une substance antioxydante ; est présente et qu'un proton ou un électron est libéré. Lorsque cette réaction a lieu entre l'antioxydant et le radical DPPH•, celui-ci se transforme en DPPH de teinte jaune (**Martysiak-Żurowska et Wenta, 2012**).

- **Protocole expérimental:**

- **DPPH sur l'huile :** Selon la méthode décrite par **Ramdan et Morsel (2006)**, un volume de 3,9 ml de la solution de DPPH toluénique à 10^{-4} M est additionné d'un volume de solution d'huile diluée dans le toluène. Le mélange est agité pendant 10 secondes au vortex, l'absorbance à 517nm est mesuré après 60 minutes d'incubation.
- **DPPH sur l'extrait :** 0,5 ml d'extrait méthanoliques est additionné à 2,5 ml de la solution DPPH, après incubation de 30minutes. L'absorbance est mesurée à 517 nm, le pourcentage d'inhibition est donné par la formule suivante :

$$\text{Le \% d'inhibition du DPPH} = (Ac - Ae / Ac) * 100$$

Ac : Absorbance du contrôle

Ae : Absorbance de l'échantillon

I.2.11. Pouvoir réducteur :

- **Principe :**

Le pouvoir réducteur d'une substance, notamment d'un métal ou d'un extrait naturel, correspond à sa capacité à céder des électrons et ainsi à réduire une autre espèce chimique. Cette propriété est souvent évaluée par la capacité de la substance à réduire des ions métalliques, comme le fer ferrique (Fe^{3+}) en fer ferreux (Fe^{2+}), ce qui peut être mesuré par des méthodes spectrophotométriques donnant une coloration proportionnelle au pouvoir réducteur (**Bijoy et al., 2008**).

- **Protocole expérimental :**

A 2,5ml d'extrait méthanolique sont ajoutés 0,5 ml de tampon phosphate de sodium (0,2M, pH=6,6) et 2,5 ml de solution de ferricyanure de potassium ($K_3Fe(CN)_6$) à 1%. Le mélange réactionnel est incubé à 50°C pendant 20minutes. A la fin de l'incubation, 2,5 ml d'eau d'acide trichloracétique à 10% ont été ajoutés au mélange et le tout a été centrifugé à 3000 rpm pendant 10 minutes. On récupère ensuite le 2,5 de surnageant que l'on mélange à 2,5 ml d'eau distillée et 0,5 ml de chlorure ferrique à 0,1%. L'absorbance est mesurée à 700nm.

I.3. Etude statistique :

Pour analyser les résultats obtenus, une étude statistique a été menée en utilisant le logiciel STATISTICA 7.1. Elle consistait en une analyse de la variance (ANOVA), suivie d'un test LSD. Le seuil de signification était fixé à une probabilité inférieure à 0,05 ($p < 0,05$). Toutes les analyses, sauf le test de stabilité au Rancimat ont été réalisées en trois essais.

Remarque : Les résultats obtenus dans cette étude sont comparés à l'échantillon témoin qui a été étudié préalablement par les étudiantes **Affane et Boufadene (2023)**

II.1. Acidité :

L'acidité contrôle le degré de décomposition, soit enzymatique, soit chimique, des chaînes d'acide gras dans les triglycérides (**Abaza et al., 2002**).

Les résultats obtenus sont illustrés dans la figure 4.

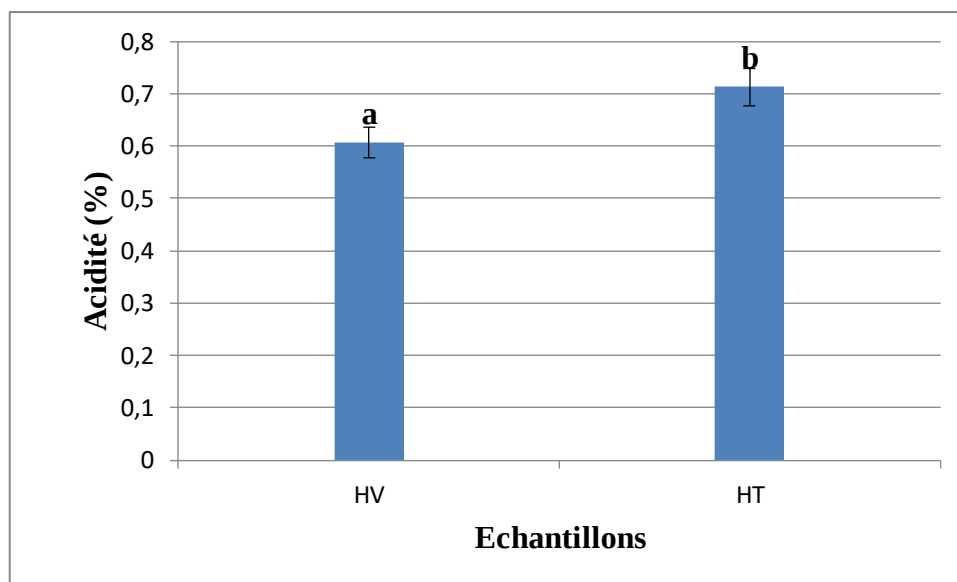


Figure 4 : Valeurs de l'acidité des différents échantillons.

- Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significatives ($p < 0,05$).
- On note que $a < b$.

D'après les résultats obtenus, toutes les valeurs trouvées sont inférieures à 0,8%, donc elles sont conformes à la norme du **COI (2019)**, relative à l'huile d'olive vierge extra ($\leq 0,8\%$).

L'analyse statistique montre la présence d'une différence significative ($p < 0,05$) entre les deux échantillons, les valeurs varient entre 0,71% pour l'échantillon **HT** et 0,60% pour l'échantillon **HV**.

Selon **Affane et Boufadene (2023)**, l'échantillon témoin a enregistré une valeur de 0,12% qui est conforme à la norme.

Cette augmentation de l'acidité est due aux réactions d'hydrolyse qui engendrent la libération des acides gras sous l'influence de l'humidité et de l'activité enzymatique favorisée par les conditions de stockage, en particulier la température.

Une différence significative ($p < 0,05$) de l'acidité est relevée entre les deux échantillons stockés ce qui montre l'impact de matériau d'emballage sur ce paramètre. L'emballage en verre a préservé au mieux l'acidité de l'huile par rapport à l'emballage en terre cuite.

II.2. Indice de peroxyde:

L'indice de peroxyde détermine la quantité d'hydroperoxydes présents dans l'huile et évalue le degré d'oxydation des lipides (**Haddada et al., 2008**). D'après la norme de **COI (2019)**, l'indice de peroxyde ne doit pas dépasser 20 méq d'O₂/kg pour l'huile d'olive extra vierge. Les résultats obtenus sont présentés dans la figure 5.

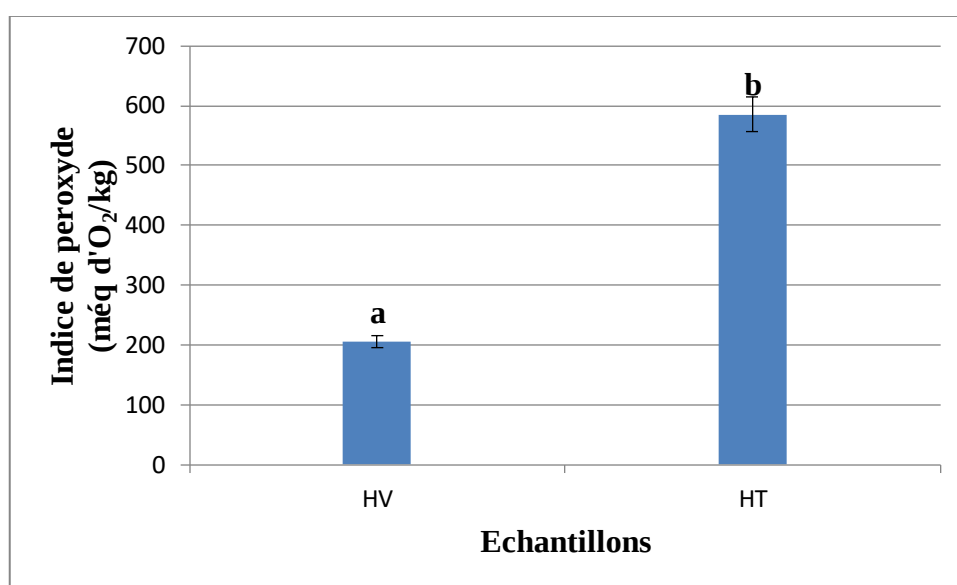


Figure 5 : Valeurs de l'indice de peroxyde des différents échantillons.

- Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative ($p < 0,05$).
- On note que le $a < b$.

Les deux échantillons ont enregistré des élévations significatives ($p < 0,05$) de l'indice de peroxyde, dépassant ainsi la norme fixée par le **COI (2019)** (≤ 20 méq d'O₂/kg).

Selon **Affane et Boufadene (2023)**, l'échantillon témoin a enregistré une valeur de 14,13 qui est conforme à la norme du **COI (2019)**.

L'échantillon **HT** a enregistré une valeur de 585 méq d'O₂/kg, qui est 29 fois plus supérieure à la limite maximale, signalant ainsi une accumulation importante de peroxydes suite à un état d'oxydation très avancé.

Cette augmentation très importante de l'indice de peroxyde serait probablement due au phénomène d'oxydation en raison de la perméabilité de ce matériau à l'oxygène de l'air suite à son infiltration à travers les micropores du matériau et du bouchon en liège.

L'échantillon **HV** lui aussi a enregistré une valeur de 205,33 méq d'O₂/kg, et qui est 10 fois supérieure à la norme. Malgré que le matériau en verre fumé filtre les rayons UV et présente une imperméabilité à l'oxygène de l'air, la valeur retrouvée est très élevée ce qui suggère que cette augmentation serait due en partie aux conditions de stockage notamment la température et la quantité d'oxygène présente à l'intérieur du récipient de stockage de l'huile.

II.3. Absorbance spécifique dans l'ultra-violet :

L'absorbance à des longueurs d'onde spécifiques dans l'UV, plus particulièrement indicateur délicat de l'oxydation, est associée à la présence de système conjugué (diènes et triènes), qui absorbent la lumière ultra-violette à 232 et 270 nm respectivement, sont classiquement indiqués par K₂₃₂ (indication des acides gras polyinsaturés conjugués) et K₂₇₀ (indication de composés carbonyles : aldéhydes et cétones) (Noorali *et al.*, 2014).

Les résultats obtenus pour K₂₃₂ et K₂₇₀ sont représentés respectivement dans les figures 6 et 7.

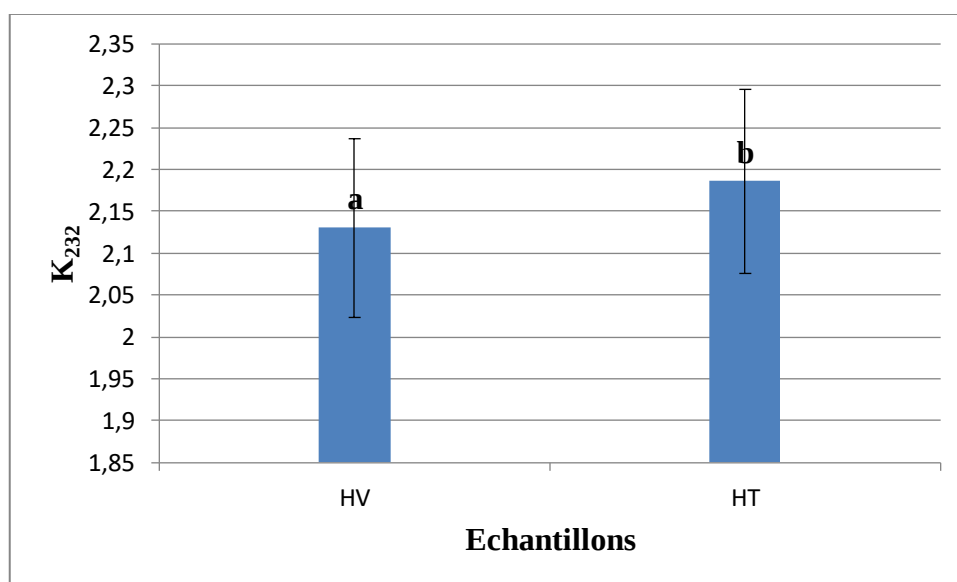


Figure 6 : Valeurs des absorbances à 232 nm pour les différents échantillons.

- Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative ($p < 0,05$).
- On note que le $a < b$.

Les résultats relatifs à K_{232} montrent que les échantillons présentent des valeurs conformes à la norme du **COI (2019)**, qui est $<2,5$ pour l'huile d'olive vierge extra.

Selon **Affane et Boufadene (2023)**, l'échantillon témoin est conforme à la norme avec une valeur de 1,56.

Des différences significatives ($p < 0,05$) sont observées entre les deux échantillons. L'échantillon **HV** a enregistré une valeur de 2,13 et l'échantillon **HT** a enregistré une valeur de 2,19.

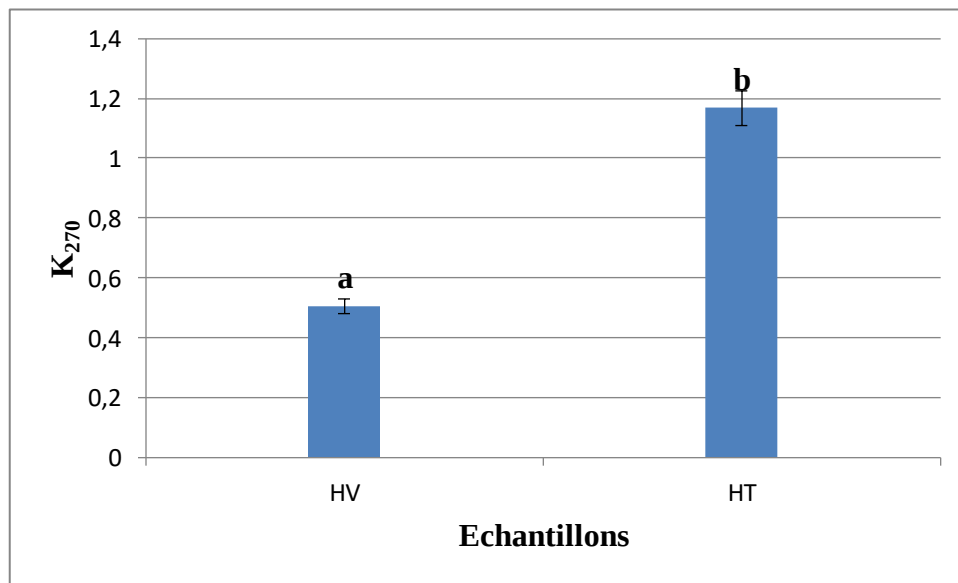


Figure 7: Valeurs des absorbances à 270 nm pour les différents échantillons.

- Les valeurs portant les mêmes lettres ne montrent aucune différence significative ($p < 0,05$).
- On note que l' $a < b$.

Pour les résultats relatifs à K_{270} , l'échantillon témoin (**HT0** : 0,12) (**Affane et Boufadene, 2023**) est conforme à la norme du **COI (2019)**, pour l'huile d'olive vierge extra ($<0,22$).

Des différences significatives ($p < 0,05$) sont relevées entre les deux échantillons. A l'exception de l'échantillon témoin, les deux autres échantillons ne sont pas conformes à la norme du **COI (2019)** (**HV** : 0,50; **HT** : 1,16).

Ces élévations des coefficients K_{232} et K_{270} , après deux années de stockage sont probablement dues au matériau et aux conditions de stockage. Le verre s'est avéré meilleur par rapport à la terre cuite.

II.4.Teneur en pigments :

II.4.1.Chlorophylles :

Ce sont des pigments présents dans l'huile d'olive qui jouent un rôle majeur dans son activité oxydante, grâce à leur propriété antioxydant dans l'obscurité et pro-oxydante à la lumière. Même en petite quantité, les chlorophylles contribuent à réduire les risques d'oxydation des différents huiles (**Criado *et al.*, 2008**). Les résultats obtenus sont illustrés dans la figure 8.

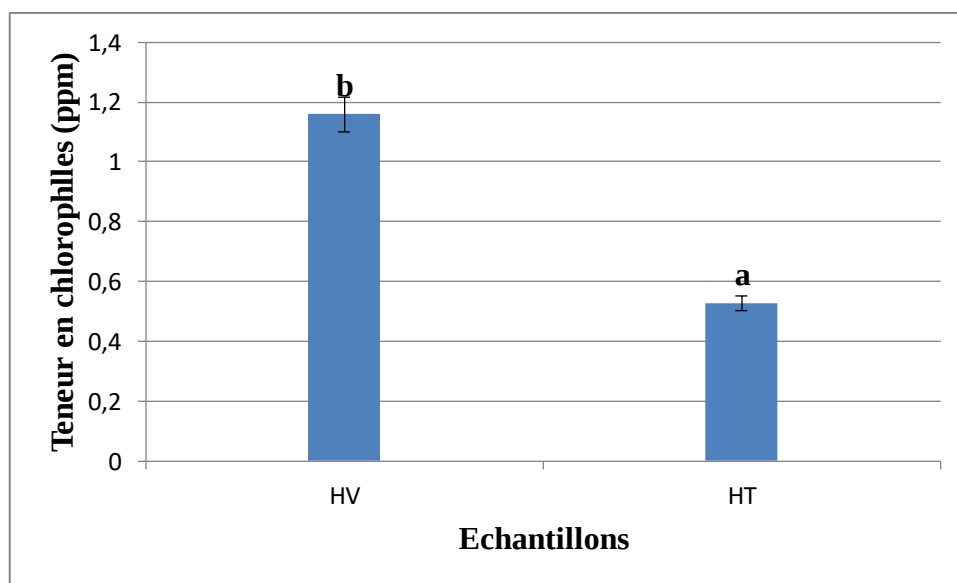


Figure 8 : Teneur en chlorophylles des différents échantillons.

- Les valeurs portant les mêmes lettres ne montrent aucune différence significative ($p < 0,05$).
- On note que l'a < b.

Les résultats obtenus montrent qu'il existe des différences significatives ($p < 0,05$) entre l'ensemble des échantillons.

Selon **Affane et Boufadene (2023)**, l'échantillon témoin a enregistré une valeur de 1,43ppm.

La teneur en chlorophylle dans l'échantillon **HV** (1,15ppm) est réduite par rapport à **HT0**. Cela pourrait indiquer un léger stress oxydatif, suite à des conditions de stockage défavorables.

L'échantillon **HT** (0,53ppm) a notamment observé une valeur largement inférieure à celle de **HT0** (avec une perte d'environ 60%), ce qui suggère que ces pigments chlorophylliens ont subi une importante dégradation.

D'autre part, il est probable qu'une partie de ces pigments soit adsorbée par le matériau d'emballage en terre cuite.

II.4.2. Caroténoïdes :

L'huile d'olive est protégée contre les dommages oxydatifs par plusieurs composés, dont les caroténoïdes ayant un impact antioxydant et provitaminique (vitamine A) (**Roca et Minguez-Mosquera, 2001**).

Les résultats des quantités en caroténoïdes des différents échantillons sont illustrés dans la figure 9.

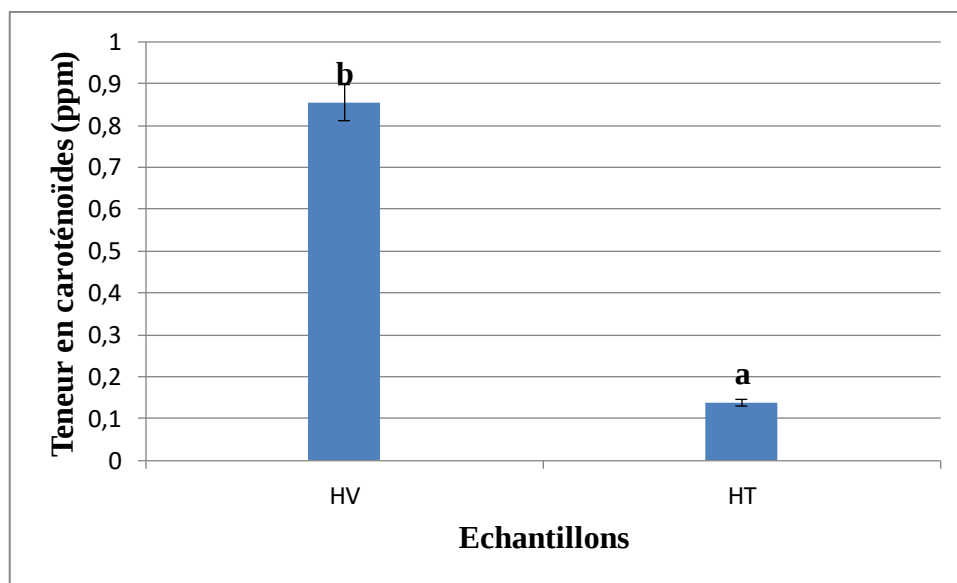


Figure 9 : Teneur en caroténoïdes des différents échantillons.

- Les valeurs portant les mêmes lettres ne montrent aucune différence significative ($p < 0,05$).
- On note que le $a < b$.

Les résultats obtenus montrent qu'il existe des différences significatives ($p < 0,05$) entre l'ensemble des échantillons.

L'échantillon témoin a enregistré une valeur de 1,69 ppm (**Affane et Boufadene, 2023**).

Les teneurs en caroténoïdes oscillent entre 0,13 ppm pour l'échantillon **HT** et 0,85ppm pour l'échantillon **HV**.

Des diminutions significative ($p < 0,05$) des teneurs en ces pigments sont relevées suite au stockage de deux années. Néanmoins, le matériau en verre fumé préserve au mieux ces pigments par rapport à la terre cuite.

L'emballage en verre fumé semble plus protecteur de ces pigments car il offre une certaine protection contre la lumière et l'infiltration de l'oxygène.

L'emballage en terre cuite, bien que traditionnellement utilisé pour l'huile d'olive, peut entraîner une dégradation accrue des caroténoïdes en raison de sa porosité (perméabilité à l'oxygène), de la migration possible des minéraux catalytiques (comme le fer), et l'adsorption de ces composés sur l'emballage en terre cuite.

II.5. Polyphénols totaux :

Les huiles d'olive contiennent naturellement des polyphénols qui sont les éléments majeurs qui assurent la stabilité de ces huiles lors de stockage et du traitement thermique par chaleur (Dimitros, 2006).

Les résultats des quantités des polyphénols totaux des trois échantillons sont illustrés dans la figure 10.

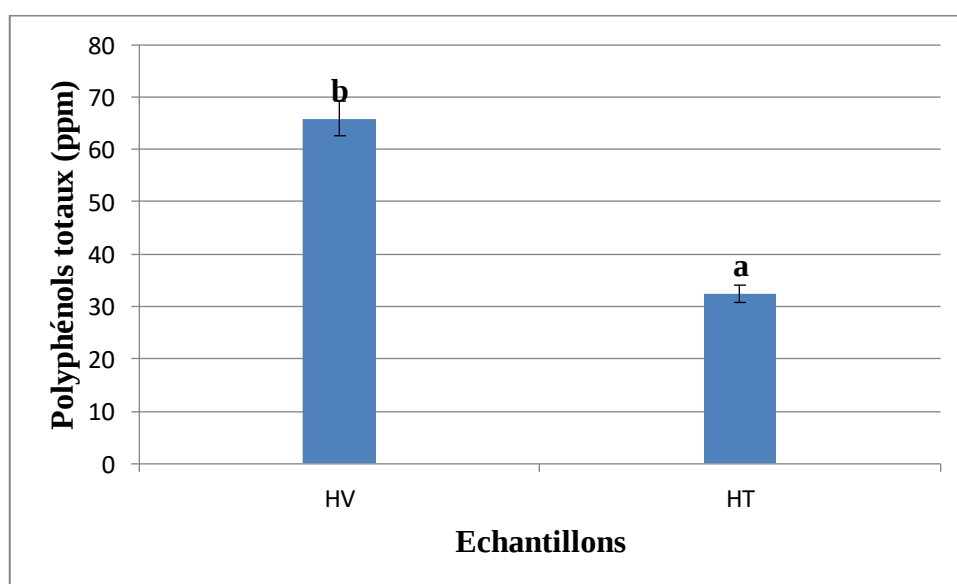


Figure 10 : Teneur en polyphénols totaux des différents échantillons.

- Les valeurs portant les mêmes lettres ne montrent aucune différence significative ($p < 0,05$).
- On note que $a < b$.

Les résultats obtenus montrent qu'il existe des différences significatives ($p < 0,05$) entre l'ensemble des échantillons.

L'échantillon témoin a enregistré une valeur de 157,83ppm (**AFFANE et BOUFADENE., 2023**).

Les valeurs enregistrées sont de 65,82 ppm pour l'échantillon **HV** et 32,42 ppm pour l'échantillon **HT**.

Le verre fumé a permis de conserver 41,7% des polyphénols totaux (soit une perte de 58,3%), la terre cuite a préservé que 20,5% de ces composés (avec une perte de 79,5%).

D'après les résultats obtenus, nous avons notés des diminutions importantes des substances bioactives polyphénoliques suite au stockage de l'huile d'olive pendant deux années. La diminution est plus prononcée pour l'échantillon stocké dans le matériau d'emballage en terre cuite.

En effet, les paramètres mesurant l'état d'oxydation de l'huile montrent des états d'oxydations de l'huile d'olive très avancés, ce qui suggère que les polyphénols à cause de leur rôle protecteur (antioxydant), ont subi une dégradation par le phénomène d'oxydation : ils s'oxydent pour neutraliser les radicaux libres, ce qui altère leur structure.

II.6. Flavonoïdes :

Les flavonoïdes constituent le groupe le plus important de substances naturelles polyphénoliques de notre alimentation, ils se trouvent dans le règne végétal (**Edwards, 2009**).

Les résultats des quantités en flavonoïdes des différents échantillons sont illustrés dans la figure 11.

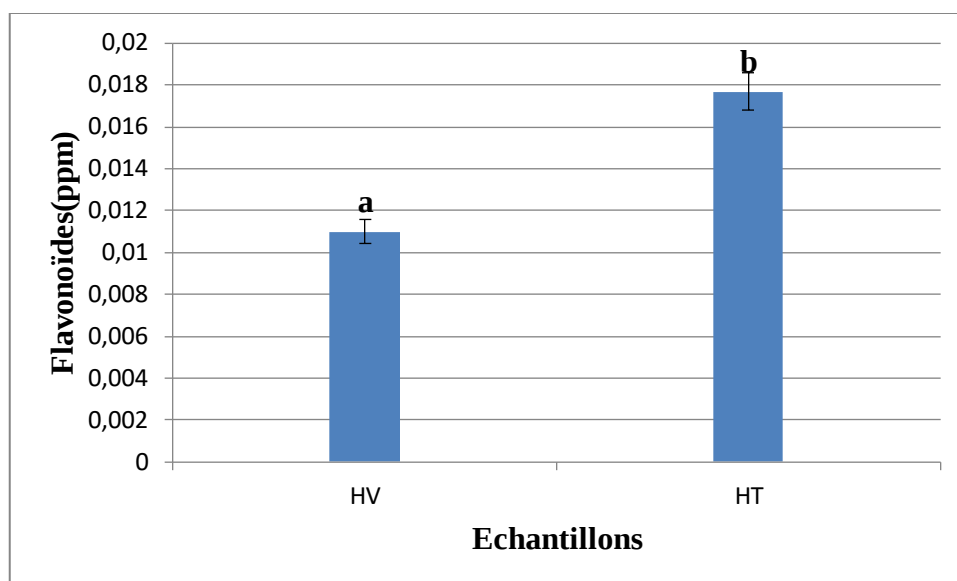


Figure 11 : Teneur en flavonoïdes des différents échantillons.

- Les valeurs portant les mêmes lettres ne montrent aucune différence significative ($p < 0,05$).
- On note que le $a < b$.

Selon l'analyse statistique, les résultats indiquent qu'il y a des différences significatives ($p < 0,05$) entre les trois échantillons.

L'échantillon **HV** présente une teneur en flavonoïdes de 0,011 tandis que l'échantillon **HT** contient 0,017, bien que les deux valeurs soient très faibles comparées à **HT0** (13,53) (**Affane et Boufadene, 2023**), la terre cuite conserve légèrement plus de flavonoïdes que le verre fumé.

Les résultats des teneurs en flavonoïdes des huiles d'olive stockées pendant deux années montrent une très importante perte qui est estimée à environ 99%. Cette diminution serait due à leur décomposition au cours des réactions d'oxydation.

II.7. *Ortho*-diphénols :

On considère que les *ortho*-diphénols contenus dans l'huile d'olive agissent comme des antioxydants naturels, assurant ainsi une protection contre l'oxydation de l'huile. Cela leur donne une stabilité accrue lors du stockage, une saveur amère et une sensation de piquant (**Ollivier et al., 2004 ; Ben Temime et al., 2006**).

Les teneurs en *ortho*-diphénols des différents extraits méthanoliques sont illustrées dans la figure 12.

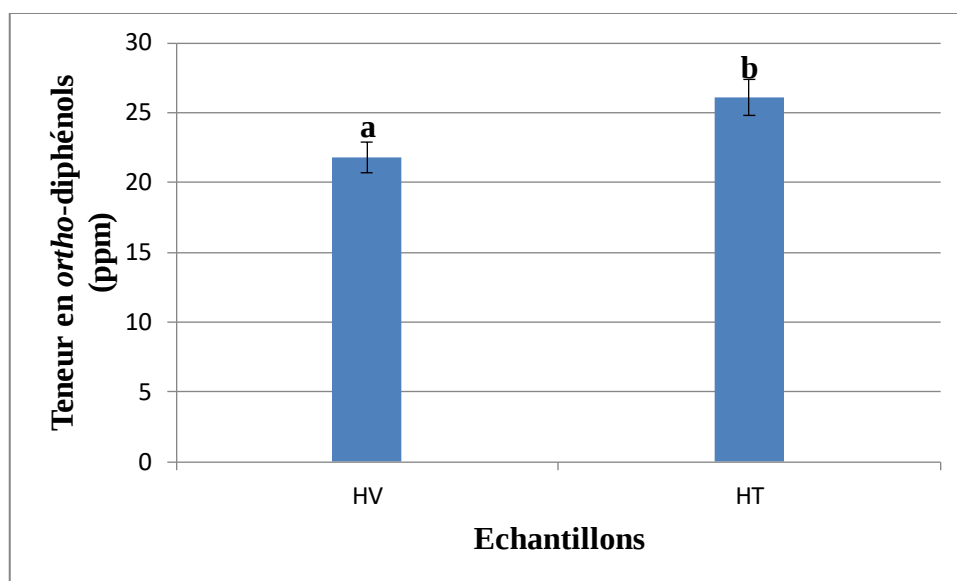


Figure 12 : Teneur en *ortho*-diphénols des différents échantillons.

- Les valeurs portant les mêmes lettres ne montrent aucune différence significative ($p < 0,05$).
- On note que $a < b$.

Une différence significative ($p < 0,05$) est observée entre les deux échantillons, les teneurs en *ortho*-diphénols sont de 21,84 ppm pour l'échantillon **HV** et 26,10 ppm pour l'échantillon **HT**.

Selon **Affane et Boufadene (2023)**, l'échantillon témoin a enregistré une valeur de 19,78 ppm.

L'emballage en verre fumé protège partiellement l'huile d'olive de la lumière, limitant ainsi la dégradation des *ortho*-diphénols, mais son effet est moins marqué que la terre cuite.

L'augmentation des teneurs en *ortho*-diphénols des échantillons d'huile d'olive après stockage pourrait être due à la libération de ces composés simple (comme l'hydroxytyrosol) à partir de composés phénoliques plus complexes.

II.8. Indice d'amertume :

L'indice d'amertume est considéré comme un indicateur chimique lié au profil sensoriel (**Ollivier et al., 2004**).

Les résultats d'indice d'amertume des échantillons sont illustrés dans la figure 13.

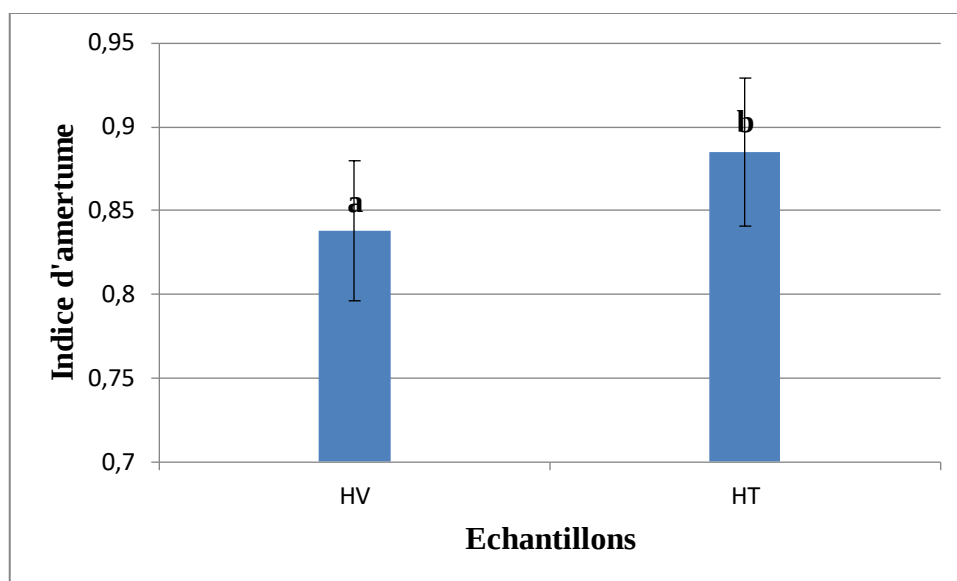


Figure 13 : Indice d'amertume des deux échantillons.

- Les valeurs portant les mêmes lettres ne montrent aucune différence significative ($p < 0,05$).
- On note que l'a < b.

Selon **Affane et Boufadene (2023)**, l'échantillon témoin a enregistré une valeur de 0,74

L'échantillon d'huile stockée dans le verre fumé a enregistré une valeur de 0,83 ;
l'échantillon stocké dans la terre cuite a enregistré une valeur de 0,88

D'après l'analyse statistique, des différences significatives ($p < 0,05$) sont relevées entre les trois échantillons.

L'indice d'amertume est attribué aux *ortho*-diphénols présents dans l'huile d'olive.

II.9. Pouvoir réducteur :

Le pouvoir réducteur est un critère important pour évaluer le potentiel antioxydant d'une substance donnée. Selon **Tian et al. (2009)**, le pouvoir réducteur est étroitement lié au niveau d'hydroxylation des composés phénoliques.

Les résultats des différents échantillons sont illustrés dans la figure 14.

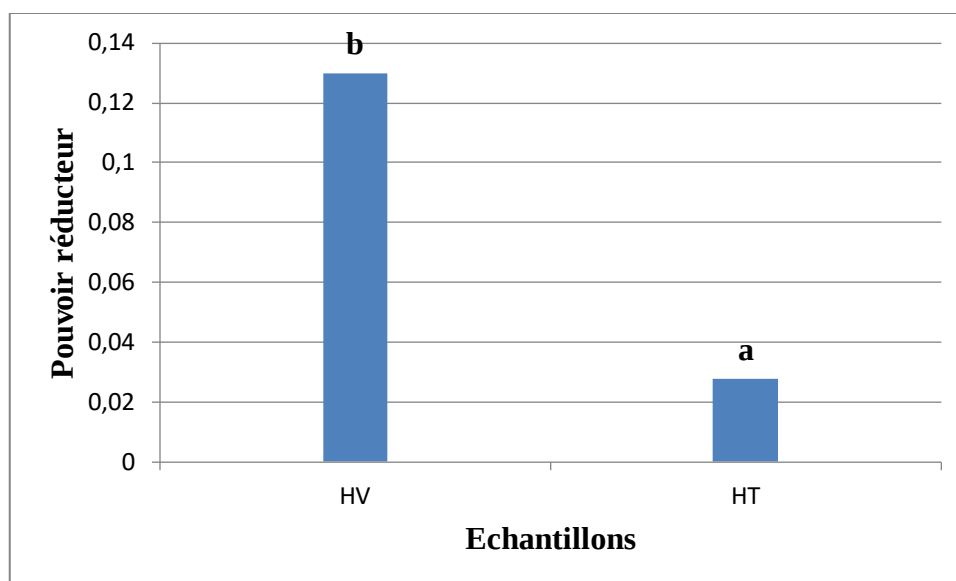


Figure 14 : Pouvoir réducteur de deux échantillons.

- Les valeurs portant les mêmes lettres ne montrent aucune différence significative ($p < 0,05$).
- On note que $a < b$.

D'après l'analyse statistique, les résultats obtenus montrent qu'il existe une différence significative ($p < 0,05$) entre les deux échantillons.

L'échantillon **HV**(0,129) a montré un pouvoir réducteur plus élevée que celui de l'échantillon **HT** (0,027).

En général, ces valeurs sont faibles, ce qui montre un pouvoir antioxydant faible des extraits phénoliques des deux échantillons. Les teneurs faibles en polyphénols totaux justifieraient les résultats obtenus.

Un coefficient de corrélation de 0,98 a été établi entre le pouvoir réducteur et la teneur en polyphénols totaux.

II.10. Activité antiradicalaire de l'huile d'olive contre le radical DPPH:

Les résultats de l'activité antiradicalaire de deux échantillons sont illustrés dans la figure 15.

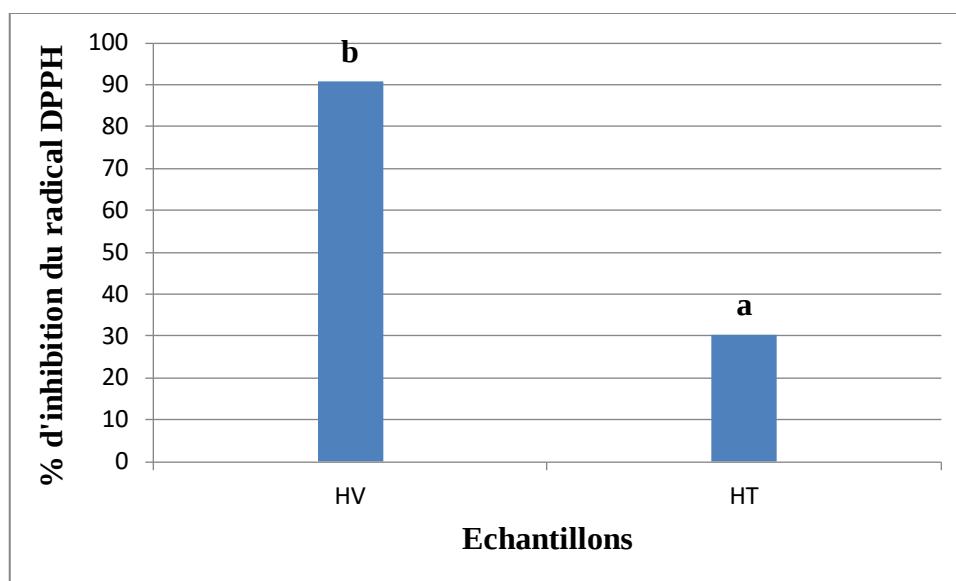


Figure 15 : Pourcentage d'inhibition du DPPH des deux échantillons d'huile.

- Les valeurs portant les mêmes lettres ne montrent aucune différence significative ($p < 0,05$).
- On note que $a < b$.

Le test DPPH est une méthode couramment utilisée pour évaluer la capacité d'une substance à piéger les radicaux libres, ce qui est une mesure d'activité antioxydante. Un pourcentage de DPPH plus élevée indique une grande capacité à neutraliser les radicaux libres.

L'analyse statistique montre qu'il existe une différence significative ($p < 0,05$) entre les deux échantillons. Nous avons enregistré une valeur de 30,4% pour l'échantillon **HT** et 90,69% pour l'échantillon **HV**.

La terre cuite est poreuse, ce qui permettrait une grande exposition de l'échantillon à l'oxygène de l'air. L'oxygène est un facteur connu pour dégrader les composés antioxydants au fil du temps.

Le verre fumé offre des conditions de stockage plus favorable pour la préservation des antioxydants. Il agit comme une barrière contre la lumière, en particulière les rayons UV, qui sont très efficaces dans la dégradation des composés antioxydants de l'huile.

Le verre est un matériau non poreux et hermétique, inerte et ne réagit généralement pas avec les composés de l'échantillon, ce qui limiterait considérablement l'exposition de l'échantillon à l'oxygène de l'air, moins d'oxygène signifie moins de phénomène de dégradation et donc une meilleure préservation des antioxydants.

II.11. Activité antiradiculaire des extraits méthanoliques contre le radical DPPH :

Les résultats relatifs à l'activité antiradiculaire de nos échantillons sont illustrés dans la figure 16.

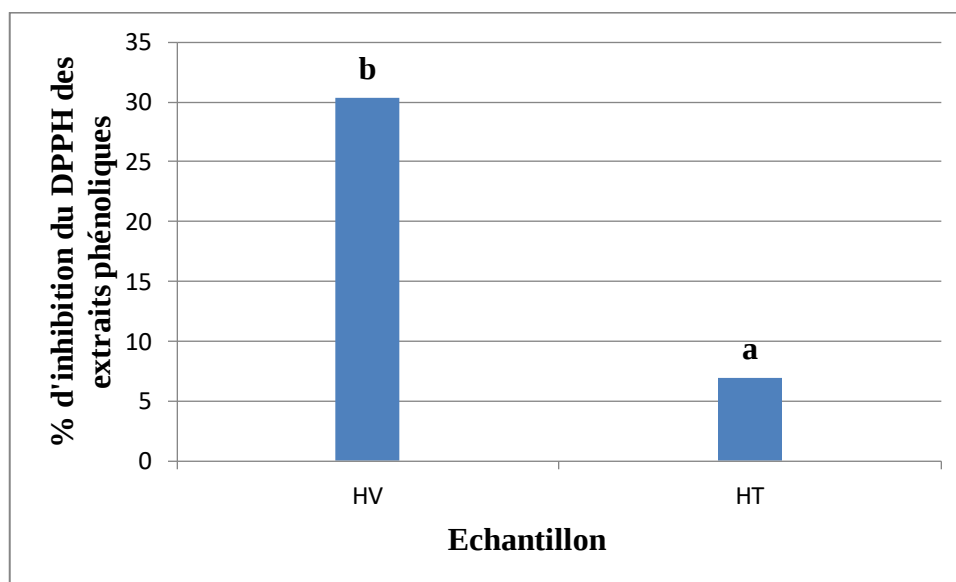


Figure 16 : Pourcentage d'inhibition du DPPH des extraits phénoliques des échantillons.

- Les valeurs portant les mêmes lettres ne montrent aucune différence significative ($p < 0,05$).
- On note que le $a < b$.

D'après l'analyse statistique, les résultats montrent qu'il existe une différence significative ($p < 0,05$) entre les deux échantillons.

Les pourcentages d'inhibitions du radical DPPH sont de 30,35(HV) et 6,98(HT). L'échantillon stocké dans le verre fumé montre une activité antioxydante plus élevée, cela signifie que l'huile conserve sa capacité à lutter contre l'oxydation.

Les polyphénols sont très connus pour leurs rôles antioxydants. En effet, un coefficient de corrélation de 0,98 a été établi entre l'activité antiradiculaire des extraits et la teneur en polyphénols totaux.

II.12. Test de stabilité au Rancimat :

Les résultats du test de stabilité au Rancimat des échantillons sont illustrés dans la figure 17. Les différentes courbes obtenues pour ce test sont présentées en (annexe II).

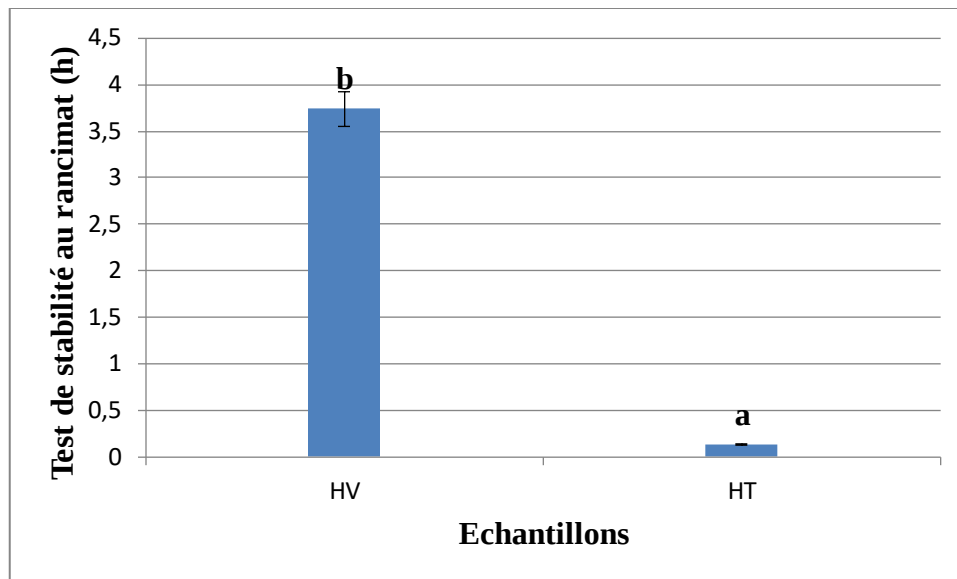


Figure 17 : Test de stabilité au Rancimat des trois échantillons.

La stabilité oxydative au Rancimat est une mesure de la résistance de l'huile à l'oxydation. Un temps d'induction plus long signifie que l'huile est plus résistante à l'oxydation. Les résultats montrent que l'huile stockée dans la terre cuite (0,13 h) est la moins résistante à l'oxydation, suivie de l'huile stockée dans le verre fumé (3,74h).

Selon **Affane et Boufadene. (2023)**, l'huile témoin (26,17 h) présente le meilleur temps d'induction et donc une meilleure résistance à l'oxydation.

Les résultats du test de stabilité au Rancimat montrent que le stockage et la nature de l'emballage influencent la stabilité de l'huile d'olive.

Conclusion

Cette recherche visait principalement à examiner l'effet du stockage à long terme (deux années) sur la qualité physico-chimique et la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge de la variété *Arbequina*, en tenant compte du type d'emballage employé : le verre fumé et la terre cuite.

Les paramètres évalués sont l'acidité, l'indice de peroxyde, l'extinction spécifique dans l'UV, le contenu en pigments (chlorophylles et caroténoïdes), la concentration en polyphénols totaux, les flavonoïdes, les *ortho*-diphénols, l'indice d'amertume, la capacité réductrice, l'activité anti-radicalaire au DPPH et le test de stabilité oxydative au Rancimat.

Les résultats montrent que le type d'emballage joue un rôle déterminant dans la conservation des propriétés de l'huile. L'échantillon témoin a présenté les meilleures caractéristiques en termes de fraîcheur, stabilité oxydative et richesse en composés phénoliques et pigments. En revanche, les huiles stockées pendant deux années ont toutes subi des dégradations notables, avec des différences marquées selon le matériau d'emballage.

Le verre fumé a mieux préservé la qualité de l'huile par rapport à la terre cuite : l'acidité est conforme à la norme du **COI (2019)**, l'indice de peroxyde est moins élevé mais il est dix fois supérieur la norme, les pigments et les polyphénols totaux sont partiellement conservés avec de meilleures activités antioxydantes et stabilité oxydative.

L'huile conservée dans la terre cuite, même si l'échantillon a enregistré une meilleure teneur en *ortho*-diphénols, a présenté un état d'oxydation avancé (un indice de peroxyde extrêmement élevé : 585 méq d'O₂/Kg et un coefficient K₂₇₀ significativement élevé). Nous avons également enregistré des pertes significatives ($p < 0,05$) en pigments chlorophylliens et caroténoïdes ainsi qu'en polyphénols totaux et flavonoïdes. L'activité antioxydante a été significativement réduite ($p < 0,05$). Cette détérioration de la qualité et de la composition de l'huile serait probablement due au non adéquation de l'emballage en terre cuite et aux conditions de stockage non maîtrisés.

Les résultats du test Rancimat confirment ces observations : les huiles conservées dans les deux matériaux ont montré des temps d'induction très bas (0,13 h pour la terre cuite, 3,74 h pour le verre fumé) en comparaison au témoin (26,17 h), mettant en évidence une importante diminution de la stabilité oxydative.

En perspectives, il est souhaitable de compléter ce travail par d'autres travaux :

- Amélioration de la conception des emballages en terre cuite: réalisation d'un vernissage
- Tester d'autres emballages comme l'emballage en plastique
- faire des études sur d'autres variétés locales.

A

- Abaza L., Mongi M., Douja D. et Zarrouk M. 2002.** Caractérisation des huiles de sept variétés d'oliviers tunisiennes, O.C.L., 2(9) : 174-179.
- Abaza L., Mongi M., Douja D. et Zarrouk M. 2002.** Caractérisation des huiles de sept variétés d'oliviers tunisiennes, O.C.L, pp: 174-179.
- Affane Asma et Boufadene Amal., 2023.** Impact du stockage de l'huile sur la qualité physico-chimique de l'huile d'olive de la variété Arbequina.
- Ajana H., El Antari A. et Hafidi A. 1999.** Evolution of biometric parameters and chemical composition of olives from the Moroccan Picholine variety during fruit ripness. Amélioration d'huile d'olive composés phénoliques contenus par le biais de formulations
- Amouretti ,M.C ; Comet ,G. (2000).** Le Livre de l'olivier. Edisud, Paris, 167p. Durbiano Claudine. M. C.
- Anonyme 1 :** Journal of the American College of Cardiology.
- Anonyme 2:** Mr. Martin Juneau, Institut de Cardiology de Montréal; Guasch-ferré et coll.
- Anonyme 3:** Huilerie saint michel.
- Anonyme 4:** Etude PREDIMED, université de Navarre.
- Anonyme 5:** Agro-Media.fr; techniques de l'Ingénieurs.
- Anonyme 6:** UQAM.
- Anonyme 7:** FAVUZZI.
- Anonyme 8:** Pharma GDD ; olive oil Times.
- Aparicio R. et Luna G. 2002.** Characterisation of monovarietal virgin olive oils. European Journal of Lipids Science and Technology, 104:1-12.

B

- Baccouri B., Baccouri O., Zarrouk W., Ben Temime S., Taamalli W., Daoud D., Zarrouk M. 2006.** Evaluation de la composition des huiles de quelques oléastres sélectionnés: les antioxydants naturels. Revue des régions arides- numéro spécial- actes du séminaire international : gestion des ressources et application biotechnologiques en aridoculture et culture oasiennes : perspectives pour la valorisation des potentialités du sahara, 224-249.

BEN TAMMIME S., TAAMALLI W., BACOURRI B., ABAZA L., DAOUD D AND ZARROUK M (2006). Changes in olive oil quality of chétoui variety according to origin of plantation Journal of Food Lipid. 13 : 88-99.

Bendini A., Bonoli M., Cerroni L., Bigguzi B., Lercker G. Et Toschi T.G. 2003. Liquidliquid and solide-phase extractions of phenols from virgin olives oil and their separation by chromatographic and electrophoretic methods. Journal of Chromatography A, 985:425-433.

Benlmih M. et Ghanam J.2012. Polyphenols d'huile d'olive, trésors et santé. Macro pietteur

Benyahia N et Zein K. (2003). Analyse des problèmes de l'industrie de l'huile d'olive et solutions récemment développées .Contribution Spéciale de Sustainable Business Associates (Suisse) à AESEC II.

C

C.E.E. 2568/91. Communauté Economique 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.

Boudrant, J., & Cheftel, C. (1976). Continuous proteolysis with a stabilized protease. II. Continuous experiments. *Biotechnology and Bioengineering*, 18(12), 1735-1749.

Choe E. and Min D.B. 2006. Mechanisms and Factors for Edible Oil Oxidation. Comprehensive Reviews In Food Science And Food Safety. Vol 5, Pp: 169-186.

Cimato A, (1990). La qualité d'huile d'olive vierge et les facteurs agronomiques .Olivea, 31:20-31.

Conseil Oléicole International. 1996. Analyse spectrophotométrique dans l'ultraviolet. T20/Doc 19 6 juin 1996, Madrid. Espagne.

Conseil Oléicole International. 2018. Analyse Sensorielle De l'huile d'olive: Méthode d'évaluation Organoleptique De l'huile d'olive Vierge. COI/T.20/Doc. N° 15/Rév. 10 2018 □

Conseil Oléicole International. 2018. Norme. Guide de bonnes pratiques pour le stockage des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive destinées à la consommation humaine. COI/BPS/Doc. N°1.

Conseil Oléicole International.2019. Commercial applicable aux huiles d'olive etaux huiles de grignons d'olive/ T.20/DOC.N°25/Rév. 2 2018

Conseil Oléicole International.2019. Normes internationales applicables à l'huile d'olive et à l'huile de grignon d'olive/T.15/NC N° 3/Rév. 14 Novembre 2019

Conseil Oléicole International.2020. Guide de bonnes pratiques pour le stockage des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive destinées à la consommation. COI/BPS/Doc. N°1.

Criado M.N., Romero P.A., Casanovas M. and 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

D

De Faveri D., Aliakbarian B., Avogadro M., Perego P. et Converti A. (2008).

Di Giovacchino L., Simona S. et Di Vincenzo D. 2002.Influence of olive processing on virgin olive oil quality.Instituto Sperimentale per La Elaiotecnica, Città S. Angelo(PE), Italy. European Journal Lipid Science and Technologie,104 : 587-601.

DI Giovacchino, L. (1994).L'extraction de l'huile des olives par les systèmes de pression de la centrifugation et de percolation : incidence de technologie d'extraction sur le rendement en huile.

Djadoun .2011. Influence de l'hexane acidifié sur l'extraction de l'huile de grignon d'olive Assistée par micro-ondes. Thèse de magister spécialité chimie, université : p15.

Duthie G.G., Duthie S.J and Kyle J.A.M. (2000). Plant polyphenols in cancer and heart disease: implications as nutritional antioxydants. Nutrition Research Reviews, 13 : 79-106.

E

Ebrahimi, Y. 2022. Common fatty acids and polyphenols in olive oil and its benefits to heart and human health. Biodiversity, 8, 189-202.

Edwards, J. (2009). *Language and identity: An introduction.* Cambridge University Press.

F

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

Frankel, J. A. (2012). The natural resource curse: A survey of diagnoses and some prescriptions. *Commodity price volatility and inclusive growth in low-income countries*, 7-34. from Northern Tunisia. *European Journal of Lipid Science and Technology* 110, 905–913.

G

Giuffrè, AM, et al.2012 Composition en sterols des huiles extraites d'olives de cultivars de la province de Reggio Calabria (Sud d'Italie). *Riv. Ital. Sostanze Grasse* 89:177-183

Gómez-Alonso, S., Mancebo-Campos, V., Desamparados Salvador, M., & Fregapane, G. (2004). Oxidation kinetics in olive oil triacylglycerols under accelerated shelf-life testing (25–75° C). *European journal of lipid science and technology*, 106(6), 369-375.

Gupta, T. 2022. A comprehensive review on therapeutic properties of Mustard Oil and Olive Oil.

H

Haddada, F.M., Krichène, D., Manai, H., Oueslati, I., Daoud, D., and Zarrouk, M. (2008). Analytical evaluation of six monovarietal virgin olive oils

Harwood, J. et Aparicio, R. 2000. *Handbook of olive oil – Analysis and properties*, An Aspen publication, Aspen Publishers.

HUGEL R., AJEA N., (1998) ; Le verre d'emballage. In MULTON G. et BUREANU G. ; *Emballage des denrées alimentaires de grande consommation*. Edition Tec et Doc Lavoisier. Pp 299- 311.Paris.

J

Jadhav, S. (1996). The cultural origins western depression. *International journal of social psychiatry*, 42(4), 269-286.

K

Karleskind A. 1992. Manuel des corps gras. Ed.Tec et Doc., Lavoisier, Paris. pp 12041425.

Kiritsakis, A., & Dugan, L. R. (1985). Studies in photooxidation of olive oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 62(5), 892-896.

L

Lazzez A., Cossentini M. & Khlif M., 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.

Luna G., Morales M.T. and Aparicio R. 2006. Characterisation of 39 varietal virgin olive oils by their volatile compositions. *Food Chemistry*, 98: 243-252.

M

Ma, Y., Liu, M., Li, D., Li, J., Guo, Z., Liu, Y., Wan, S., & Liu, Y. 2023. Olive oil ameliorates allergic response in murine ovalbumin-induced food allergy by promoting intestinal mucosal immunity. *Food Science and Human Wellness*, 12(3), 801-808.

Marc F., Davin A., Delgene-Benbrahim L., Ferrand C., Baccaunaud M. et Fritisch P. 2004. Méthode d'évaluation du potentiel antioxydant dans les aliments *Médecine/Sciences*. 20. (4) : 458-463.

Martin H. D., Ruck C., Schmidt M., Sell S., Beutner S., B. et Mayer and Walsh R. (1999). Chemistry of carotenoids oxidation and free radical reactions. *Pure Applied Chemistry*, 71(12): 2253- 2262.

Michelakis N. (1992). L'amélioration de la qualité de l'huile d'olive en grec. Passé, présent et avenir.

Michel KORNMAN., 2009. Matériau de terre cuite-milieu de base et fabrication.

Morelló, J. R., Motilva, M. J., Tovar, M. J., & Romero, M. P. (2004). Changes in commercial virgin olive oil (cv Arbequina) during storage, with special emphasis on the phenolic fraction. *Food chemistry*, 85(3), 357-364.

N

Noorali M., Barzegar M and Sahari M.A. (2014). Sterol and fatty acid compositions of olive oil as an indicator of cultivar and growing area. *Journal of American Oil and Chemical Society*, 91:1571-1581.

O

Oh, J., Yuan, H. C., & Branz, H. M. (2012). An 18.2%-efficient black-silicon solar cell achieved through control of carrier recombination in nanostructures. *Nature nanotechnology*, 7(11), 743-748.

OLLIVIER D., BOUBAULT E., PINATEL C., SOUILLOL S., GUERERE M., AND ARTAUD J. (2004). Analyse de la fraction phénolique des huiles d'olive vierges. *J. Annales des falsifications, de l'expertise chimique et toxicologique*, N.965, p: 169 - 196.

P

Perrin J.L. 1992. Les composés mineurs et les antioxygènes naturels de l'olive et de son huile. *Etude et Recherche*, 4: 25-31.

Pietta P., Minoggio M. and Bramati I. (2003). Plant polyphenols: structure, occurrence and bioactivity. *Studies in Natural Products Chemistry*, 28 :257-312.

Pristouri, G., Badeka, A., & Kontominas, M. G. 2010. Effect of packaging material headspace, oxygen and light transmission, temperature and storage time on quality characteristics of extra virgin olive oil. *Food Control*, 21(4), 412-418.

Psomiadou E .et Tsimidou M. 2002. Stabilityof Virgin Olive Oil. 1. Autoxidation Studies. *Journal of Agriculture and Chemistry*, 50 (4):716-72.

R

Rahmani M. and Saad L. 1989. Photooxydation des huiles d'olive : Influence de la composition chimique. *Revue Française des Corps Gras*, 36, 9/10, 355- 360

Ramadan M.F. and Moersel J.T. 2006. Screening of the antiradical action of vegetable oils. *Journal of Food Composition and Analysis*, 19: 838-842.

Roca M. et Minguez-Mosquera M.I. 2001. Changes in Chloroplast Pigments of Olive Varieties during Fruit Ripening. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 49: 832-939.

Rovellini P. et Cortesi N. 2003. Déterminations des composants phénoliques de différents cultivars au cours de la maturation des olives par chromatographie liquide couplée à la spectrométrie de masse. *Olivea*, 95 : 32-38.

Ruiz L.F., Rodriguez A.G.O., Fernandez M.H., Marquez A.J., Pozo P.L.D., Bernardino J.M., Ayusu T.R et Ojeda M.U., (1999). Consejería de Agricultura y pesca. 2eme Ed. Informacione stécnicasc omunidad europea.P : 17-44.

Ryan D, Robard K. & Lavee S, (1998). Evaluation de la qualité de l'huile d'olive. *Olivae* 72: 23-38.

Ryan D. and Robards K. (1998). Phenolic compounds in olives, 123: 31R–44R.

Ryan D., Robards K. and Lavee S. (1999). Changes in phenolic content of olives during maturation. *International Journal of Food Science and Technology*, 37: 523– 526.

S

Samaniego-sanchez C., Quesada-Granados J.J., Lopez-Garcia de la Serrana H. and Lopez-Martinez M.C. 2010. β -carotène, squalene and waxes determined by chromatographic method in picual extra virgin olive oil obtained by a new cold extraction system. *Journal of FOOD composition and Analysis*, 23 :671-676.

Santos, J. R., Gonçalves, L. A. G., & Rodrigues, C. E. C. (2021). Oxidation of edible Seçmeler, Ö. and C. M. Galanakis (2019). Chapter 8 - Olive Fruit and Olive Oil. *Innovations in Traditional Foods*. C. M. Galanakis, Woodhead Publishing: 193-220.

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

Soni, N., Abe, K., Adachi, I., Aihara, H., Arinstein, K., Asano, Y., ... & Zhilich, V. (2006). Measurement of branching fractions for $B \rightarrow \chi_{c1} (2) K (K^*)$ at BELLE. *Physics Letters B*, 634(2-3), 155-164.

St Angelo J.A. 1996. Lipid oxidation in foods. Critical reviews in food science and nutrition, 36 (3): 175-224.

T

Tian F., Li B., Ji B., Yang J., Zhang G., Chen Y., Luo Y. 2009. Antioxidants and antimicrobial activities of consecutive extracts from *Galla chinensis*: The polarity affects the bioactivities. Food Chemistry, 113: 173-179.

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

V

Veillet S. (2010). Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive Entre tradition et innovation. Thèse de Doctorat spécialité Chimie, Université d'Avignon et des Pays deVaucluse. 5-30. PP 153.

Velasco, J., & Dobarganes, C. (2002). Oxidative stability of virgin olive oil. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 104(9-10), 661-676.

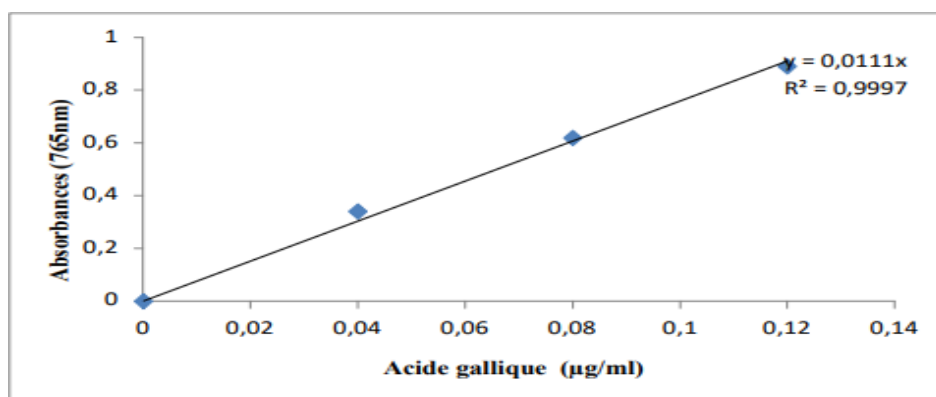


Figure 01 : courbe d'étalonnage pour le dosage des composés phénoliques totaux.

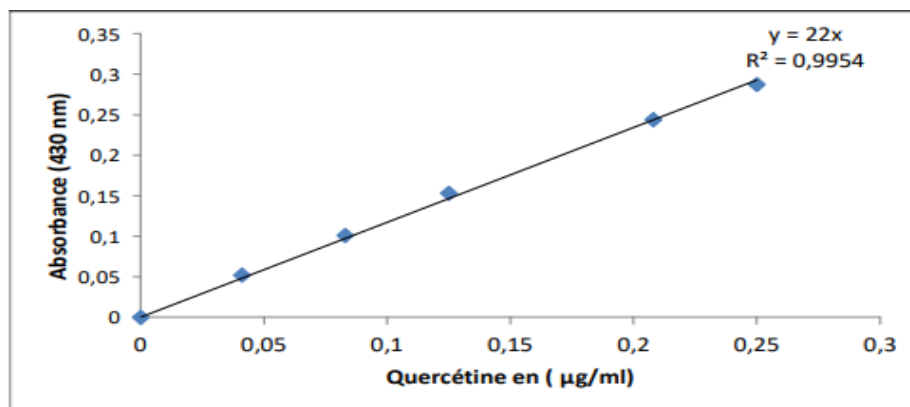


Figure 02 : courbe d'étalonnage pour le dosage des flavonoïdes

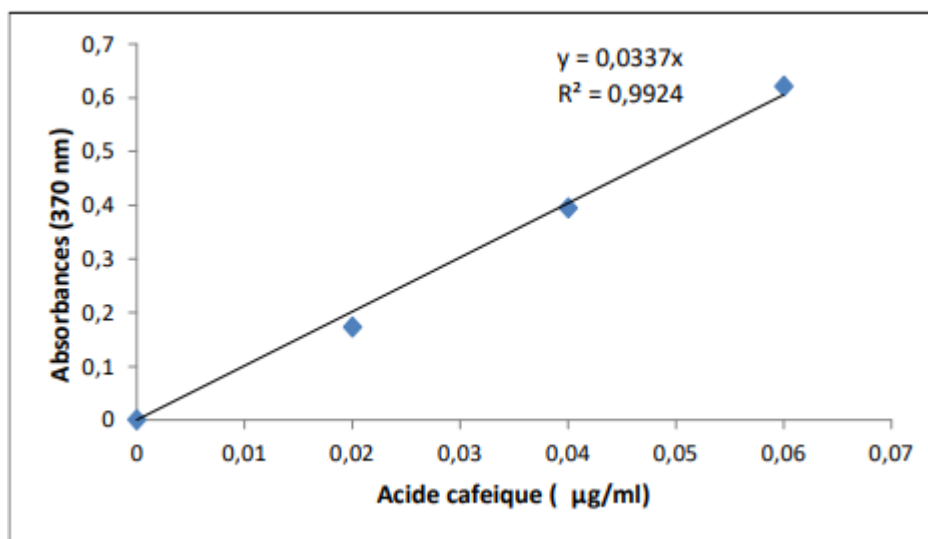
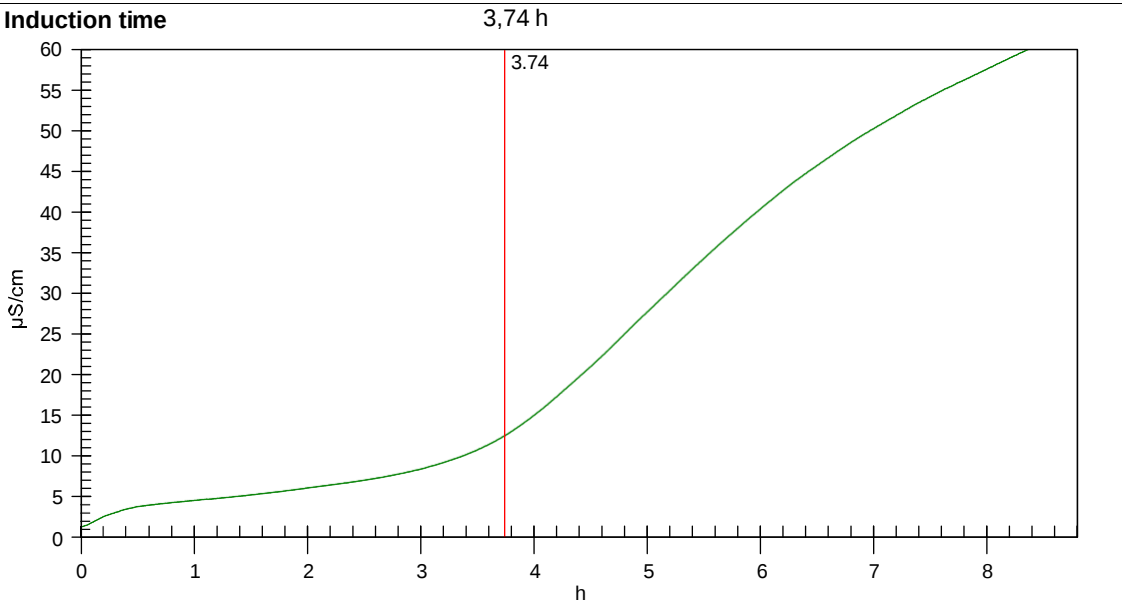


Figure 03 : courbe d'étalonnage pour le dosage des ortho-diphénols.

Unit	1	Serial number	34132	Printing date	01.06.2025 10:40:56
Block	B	Cell constant	1	Determination date	29.05.2025 07:57:33
Channel	2	User	Administrator		

ID 1	ID 2
Ech 1	Huile d'olive dans le verre fumé HV



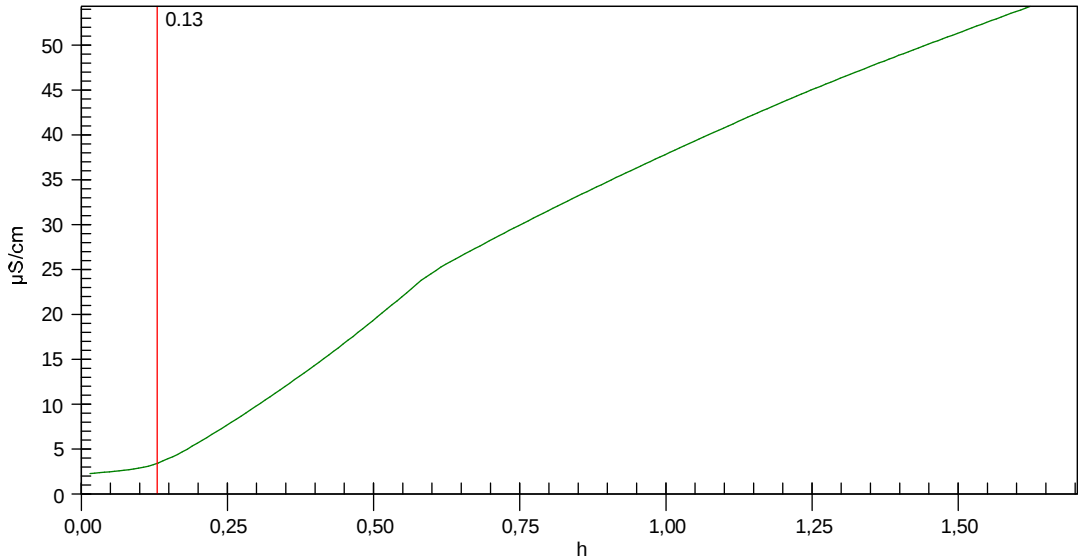
Method name	Test au Rancimat	Creation date	29.05.2025 07:37:56
Creator	Administrator		
Temperature	102 °C	Stop time	0,00 h
Delta T	1,60 °C	Stop at conductivity	0 $\mu\text{S/cm}$
Gas flow	10 L/h	Stop at endpoint	☒
Start delay	0 min	Delta Kappa	0 $\mu\text{S/cm}$
Start mode	☒ per channel ☐ per 2 channels ☐ per block	Evaluation delay	0,00 h
		Evaluation suppression start	0,00 h
		Evaluation suppression end	0,00 h
		Evaluation sensitivity	1,00

Send to file

Unit	1	Serial number	34132	Printing date	01.06.2025 10:42:01
Block	B	Cell constant	1	Determination date	29.05.2025 07:57:34
Channel	3	User	Administrator		

ID 1	ID 2
Ech 2	Huile d'olive dans la terre cuite HT

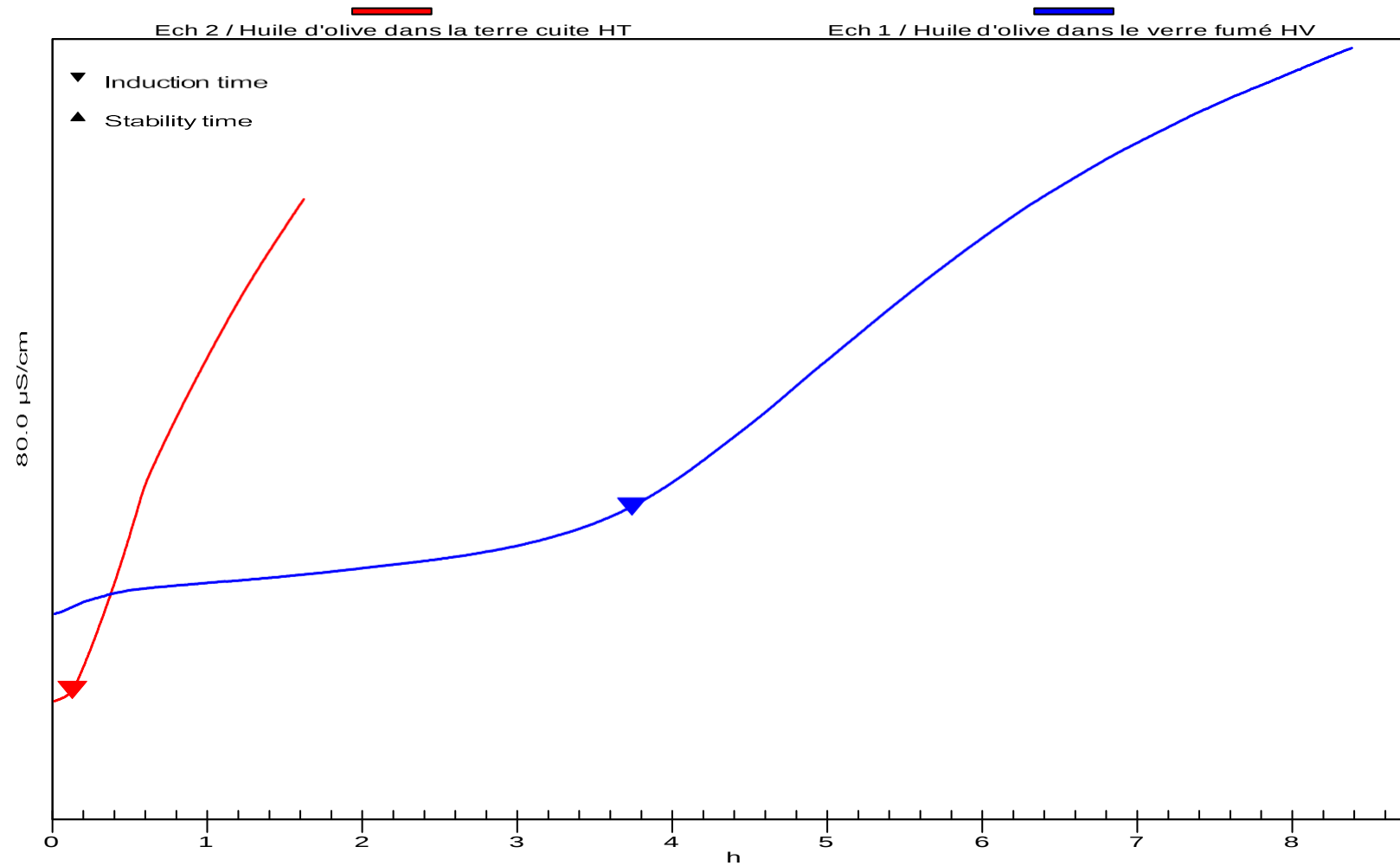
Induction time0,13 h



Method name	Test au Rancimat	Creation date	29.05.2025 07:37:56
Creator	Administrator		
Temperature	102 °C	Stop time	0,00 h
Delta T	1,60 °C	Stop at conductivity	0 $\mu\text{S/cm}$
Gas flow	10 L/h	Stop at endpoint	☒
Start delay	0 min	Delta Kappa	0 $\mu\text{S/cm}$
Start mode	☒ per channel ☐ per 2 channels ☐ per block	Evaluation delay	0,00 h
		Evaluation suppression start	0,00 h
		Evaluation suppression end	0,00 h
		Evaluation sensitivity	1,00

Send to file

01.06.2025 10:43:31



Annexe III

Tableau I : Tableau récapitulatif des résultats obtenus pour les analyses effectuées .

Echantil lon	Acidité %	Peroxyde (méq d'o2/kg)	UV (232nm)	UV (270nm)	Chlorop hyll e (ppm)	Caroténo ïde (ppm)	Polyphén ols totaux(m gE. A.G/kg)	flavonoï des	Orthodiphé nols	Indice d'amertu me	Pouvoir réducteu r	DPPH extrait	DPPH huile	Ranci mat
HT₀	0,12±0, 013 (a)	14,13±1,1 77 (a)	1,56±0, 005 (a)	0,12±0, 004 (a)	1,43±0,0 32 (c)	1,69±0,0 04 (c)	157,83± 0 (c)	13,53±1, 644 (c)	19,78±0,68 6 (a)	0,74±0,0 0 (a)	-	-	-	26,17
HV₂₄	0,60±0, 02 (b)	205,33±0, 76 (b)	2,13±0, 003 (b)	0,504±0 ,00 (b)	1,15±0,0 11 (b)	0,85±0,0 07 (b)	65,84±4, 63 (b)	0,011±0, 001 (a)	21,84±0,47 6 (b)	0,83±0, 001 (b)	0,129±0, 002 (b)	30,35± 2,93 (b)	90,68±1 ,40 (b)	3,74
HTC₂₄	0,71±0, 01 (c)	585,00±1, 222 (c)	2,18 ±0,005 (c)	1,76±0, 003 (c)	0,52±0,0 09 (a)	0,13±0,0 02 (a)	32,40±0, 72 (a)	0,017±0, 003 (b)	26,10±1,31 (c)	0,88±0,0 08 (c)	0,027±0, 60 (a)	6,98±0, 69 (a)	30,40±1 ,67 (a)	0,13

Résumé

Cette étude a porté sur l'huile d'olive vierge de la variété espagnole *Arbequina*, cultivée en Algérie (Bejaïa). L'objectif principal est d'évaluer l'impact de deux types d'emballage : le verre fumé et la terre cuite, sur les propriétés physico-chimiques (acidité, indice de peroxyde, extinction dans l'UV, dosage des pigments et des polyphénols), le pouvoir antioxydants et la stabilité oxydative de l'huile après deux années de stockage.

Les résultats ont montré que la nature de l'emballage a un impact significatif sur la qualité et la composition de l'huile d'olive. Le témoin non entreposé a montré les meilleures caractéristiques, alors que les huiles stockées ont connu des détériorations significatives ($p < 0,05$). Bien que le taux de peroxyde excède la norme du COI, le verre fumé a mieux conservé les propriétés de l'huile par rapport à la terre cuite. En effet, ce dernier échantillon a présenté un degré d'oxydation extrêmement élevé, une importante diminution de pigments et de polyphénols totaux, et les plus faibles activités antioxydantes.

Les huiles conservées dans les deux matériaux ont montré des temps d'induction très bas (0,13 h pour la terre cuite ; 3,74 h pour le verre fumé).

Mot clé : l'huile d'olive, emballage, verre, terre cuite, stockage, qualité.

Abstract:

This study focused on virgin olive oil from the Spanish *Arbequina* variety, grown in Algeria (Bejaïa). The main objective was to evaluate the impact of two types of packaging: smoked glass and terracotta, on the physicochemical properties (acidity, peroxide value, UV extinction, pigment and polyphenol content), antioxidant power, and oxidative stability of the oil after two years of storage.

The results showed that the nature of the packaging has a significant impact on the quality and composition of the olive oil. The unstored control exhibited the best characteristics, while the stored oils experienced significant deterioration ($p < 0.05$). Although the peroxide level exceeded the IOC standard, the smoked glass preserved the oil's properties better than the terracotta. Indeed, the latter sample exhibited an extremely high degree of oxidation, a significant decrease in pigments and total polyphenols, and the lowest antioxidant activity.

Oils preserved in both materials exhibited very low induction times (0.13 h for terracotta; 3.74 h for smoked glass).

Keywords: olive oil, packaging, glass, terracotta, storage, quality