

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي  
**République Algérienne Démocratique et Populaire**  
**Ministère de L'enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**

جامعة محمد الصديق بن يحيى - جيجل -  
**Université Mohammed Seddik Ben Yahia - Jijel -**

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie

Département Microbiologie Appliquée et  
Sciences Alimentaires



كلية علوم الطبيعة و الحياة  
قسم الميكروبيولوجيا التطبيقية و علوم التغذية

**Mémoire de Fin de Cycle**  
En vue de l'obtention du diplôme : Master Académique en Biologie  
**Option : Agroalimentaire et Contrôle de Qualité**

**Thème**

***Effet de l'emballage sur les caractéristiques physico-chimiques  
et la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge conservée :  
emballage plastique et verre***

**Membres du Jury :**

**Président :** Dr DAIRI S.

**Examineur :** Dr BOUBZARI MT.

**Encadreur :** Dr BEKKA-HADJI F.

**Présenté par :**

M<sup>elle</sup> BOUKOUIRA Loubna

M<sup>elle</sup> KHELLAFI Amina

**Année Universitaire 2020– 2021**

**Numéro d'ordre :.....**

## **Remerciements**

*Au terme de notre travail, nous tenons en premier lieu à exprimer nos profondes et sincères reconnaissances et nos chaleureux remerciements à notre honorable encadreur **Dr BEKKA-HADJI F.** pour avoir accepté de diriger ce travail pour son aide, ses conseils qu'elle nous a prodigué tout au long de ce travail, pour sa patience, sa disponibilité et sa gentillesse. Soyez assuré de tous nos respects et de nos profondes gratitude.*

*Nous remercions également aux membres de jury qui ont bien voulu juger ce travail ainsi que pour leurs conseils et leurs aides :*

*Au **Dr DAIRI S.** d'avoir accepté de présider le jury.*

*Nous remercions également **Dr BOUBZARI MT.** d'avoir accepté d'examiner notre travail.*

*Nous tenons à remercier le personnel du laboratoire en particulier **Asma** et **Badra** pour leurs encouragements et leurs hautes qualités humaines.*

*Nous remercions aussi toute personne ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.*

*Merci à tous.*

## *Dédicace*

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

*A mes chers parents, pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur  
soutien et leurs prières tout au long de mes études;*

*A mes chères sœurs et frères pour leurs encouragements permanents, et leur  
soutien moral;*

*A toute ma famille pour leur soutien tout au long de mon parcours  
Universitaire;*

*A tous mes amis pour leurs amours et leurs encouragements,  
A mon binôme Loubna pour sa patience et compréhension tout le long de ce  
projet*

*Que ce travail soit l'accomplissement de vos vœux tant allégués, et le fruit de  
votre soutien infaillible,*

*Merci d'être toujours là pour moi.*

**AMINA**

## *Dédicace*

*Tout d'abord, je remercie Allah Tout-Puissant de m'avoir donné la volonté, la santé et la patience tout au long de mon parcours.*

*Je dédie ce travail :*

*Aux êtres les plus chers de ma vie, mon support, ma source d'amour, ceux qui ont fait de moi qui je suis maintenant ;*

*A mon Papa, pour la confiance qu'il m'a accordé ;*

*A ma Maman, pour sa patience et son sacrifice ;*

*A ma chère sœur et chers frères, source de bonheur et de joie;*

*A ceux qui m'ont béni avec leurs prières, mes chères grand-mères ;*

*A la mémoire de mon cher grand père ;*

*A toute ma grande famille ;*

*A tous mes amis, particulièrement ma chère Souad ;*

*A mon binôme Amina ;*

*A tous ceux qui m'aiment et que j'aime.*

**LOUBNA**

# Sommaire

Remerciements .....	i
Dédicaces .....	ii
Liste des abréviations.....	vii
Liste des figures .....	ix
Liste des tableaux .....	x

Introduction .....	1
--------------------	---

## PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE

### Chapitre I : Olivier et l'huile d'olive

I.1. Généralité sur l'olive et l'huile d'olive .....	3
I.1.1. Olivier .....	3
I.1.2. Olive.....	3
I.1.3. Huile d'olive .....	3
I.2. Production d'huile d'olive.....	4
I.2.1. Huile d'olive dans le monde .....	4
I.2.2. Huile d'olive en Algérie .....	4
I.3. Techniques de transformations de l'olive à l'huile .....	5
I.3.1. Récolte des olives .....	5
I.3.2. Effeuilage et lavage des olives .....	6
I.3.3. Broyage .....	6
I.3.4. Malaxage.....	6
I.3.5. Séparation des phases .....	6
I.3.5.1. Système d'extraction par presse (discontinu).....	6
I.3.5.2. Système d'extraction continu .....	7
I.3.6. Conditions de stockage .....	7
I.4. Classification d'huile d'olive .....	8
I.4.1. Huiles d'olive vierges .....	8
I.4.2. Huile d'olive raffinée.....	8
I.4.3. Huile d'olive composée d'huile d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges.....	8
I.5. Composition chimique de l'huile d'olive.....	9
I.5.1. Fraction saponifiable.....	9
I.5.1.1. Triglycérides .....	9
I.5.1.2. Acides gras .....	9
I.5.2. Fraction insaponifiable .....	10
I.5.2.1. Composés phénoliques .....	10
I.5.2.2. Stérols .....	11
I.5.2.3. Hydrocarbure .....	11
I.5.2.4. Pigments .....	12
I.5.2.5. Tocophérols .....	12
I.5.2.6. Acides triterpéniques .....	12
I.5.2.7. Composés aromatiques .....	13
I.6. Caractéristiques de l'huile d'olive.....	13
I.6.1. Caractéristiques organoleptiques .....	13

I.6.2. Caractéristiques microbiologiques.....	13
I.6.3. Caractéristiques physicochimiques.....	14
I.6.3.1. Indice d'acidité .....	14
I.6.3.2. Indice de peroxyde.....	14
I.6.3.3. Absorbance dans UV .....	14

## **Chapitre II : Oxydation des lipides**

II.1. Généralité.....	16
II.2. Mécanismes réactionnels d'oxydation.....	17
II.3. Impact d'oxydation des huiles d'olive.....	18
II.4. Facteurs influençant l'oxydation .....	19
II.5. Méthodes de mesures de l'oxydation .....	20

## **Chapitre III : Emballage alimentaire**

III.1. Définition d'emballage alimentaire.....	24
III.2. Différent type d'emballage.....	24
III.3. Fonctions d'emballage alimentaire .....	26
III.4. Rôle technique de l'emballage alimentaire .....	26
III.5. Interactions emballage et aliment.....	27
III.6. Matériaux d'emballage .....	28
III.6.1. Plastique.....	28
III.6.1.1. Nomenclature et champ d'application des plastiques.....	28
III.6.1.2. Matière plastique utilisée dans l'industrie alimentaire.....	29
III.6.2. Verre .....	32
III.6.2.1. Définition .....	32
III.6.2.2. Caractéristiques du verre .....	32
III.6.2.3. Utilisations du verre .....	33

## **PARTIE EXPERIMENTALE**

### **Chapitre IV : Matériel et méthodes**

IV.1. Préparation de l'échantillon .....	34
IV.2. Analyses physico-chimique de l'huile d'olive.....	34
IV.2.1. Analyses physiques.....	34
IV.2.1.1. Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles.....	34
IV.2.1.2. Détermination du pH .....	35
IV.2.2. Analyses chimiques .....	35
IV.2.2.1. Détermination de l'acidité libre .....	35
IV.2.2.2. Détermination de l'indice de peroxyde.....	36
IV.2.2.3. Analyse spectrophotométrie dans l'Ultra-Violet .....	37
IV.3. Détermination de la teneur en polyphénols des huiles d'olive .....	38

IV.3.1. Extraction des polyphénols totaux de l'huile d'olive .....	38
IV.3.2. Dosage des composés phénoliques .....	38
IV.4. Déterminations des pro-anthocyanidines .....	39
IV.5. Analyse de la composition de l'huile d'olive en acides gras par CPG-SM .....	40
IV.5.1. Préparations des esters méthyliques .....	40
IV.5.2. Détermination du profil en acide gras .....	41
IV.6. Evaluation de l'activité antioxydante des huiles d'olive et des extraits méthanoliques .....	41
IV.6.1. Activité antioxydant totale .....	41
IV.6.2. Pouvoir réducteur du fer .....	42
IV.6.3. Activité anti-radicalaire .....	43

## **Chapitre V : Résultats et discussion**

V.1. Etude des caractéristiques physico-chimiques et activité antioxydante de l'huile d'olive vierge dans un emballage en plastique et en verre .....	45
V.1.1. Caractères physico-chimiques de l'huile d'olive vierges .....	45
V.1.1.1. Résultat de la teneur en eau et en matières volatils .....	45
V.1.1.2. Résultats du pH et de l'acidité .....	46
V.1.1.3. Résultats de l'indice de peroxyde .....	47
V.1.1.4. Résultats de l'analyse spectrophotométrique dans l'Ultra Violet .....	49
V.1.1.5. Profil en acides gras .....	51
V.1.2. Résultats de la teneur en pro anthocyanidines et en composés phénoliques .....	52
V.1.3. Résultats de l'évaluation de l'activité antioxydante des échantillons d'huile d'olive et des extraits méthanoliques .....	53
V.1.3.1. Activité antioxydant totale .....	53
V.1.3.2. Réduction de fer .....	54
V.1.3.3. Activité anti-radicalaire .....	56
V.2. Etude des caractéristiques physico-chimiques et activité antioxydante de l'huile d'olive additionnée de quelques extraits naturels .....	58
V.2.1. Caractères physico-chimiques de l'huile d'olive vierges .....	58
V.2.1.1. Résultat de la teneur en eau et en matières volatils .....	58
V.2.1.2. Résultats du pH et de l'acidité .....	59
V.2.1.3. Résultats de l'indice de peroxyde .....	60
V.2.1.4. Résultats de l'analyse spectrophotométrique dans l'Ultra Violet .....	61
V.2.2. Résultats de la teneur en pro anthocyanidines en composés phénoliques .....	62
V.3. Résultats de l'évaluation de l'activité antioxydante des échantillons d'huile d'olive et des extraits méthanoliques .....	63
V.3.1. Activité antioxydant totale .....	63
V.3.2. Réduction de fer .....	64
V.3.3. Activité anti-radicalaire .....	65

<b>Conclusion .....</b>	<b>68</b>
-------------------------	-----------

<b>Références bibliographiques .....</b>	<b>I</b>
--	----------

**Annexes**

**Résumé**

## Liste des abréviations

**A** : Acidité  
**AAPH** : chlorhydrate de 2,2'azobis (2-amidinopropane)  
**ADN** : Acide Désoxyribo Nucléique  
**AFNOR** : Association Française de la Normalisation  
**AG** : Acide Gallique  
**AOM** : Active Oxygen Méthode  
**A<sub>w</sub>**: Activity of water  
**C** : atome de carbone  
**CA** : Codex Alimentarius  
**CG** : Corps Gras  
**CE** : Conseil de l'Europe  
**CL** : Extrait Chloroformique d'*Evernia Prunastri*  
**CNE** : Conseil National de l'Emballage  
**COI** : Conseil Oléicole International  
**CPG** : Chromatographie Phase Gazeuse  
**DO** : Densité Optique  
**DPPH** : DiPhénylPicrylHydrazyl  
**E** : Echantillon  
**ET** : Extrait acétate d'éthyle d'*Evernia Prunastri*  
**FAO**: Food And Agriculture Organisation  
**FRAP**: Ferric Reducing Antioxydant Power  
**H** : Humidité  
**H°** : atome d'hydrogène libre  
**HCl** : acide chlorhydrique  
**HE** : Huile Essentielle  
**HOV** : Huile d'Olive Vierge  
**I%** : pourcentage d'inhibition du radical libre DPPH  
**IC50** : Concentration Inhibitrice Médiane  
**INRA** : Institut National de la Recherche Agronomique  
**IP** : Indice de Peroxyde  
**K** : Valeur d'extinction spécifique  
**K232** : Coefficient d'extinction à 232 nm  
**K270** : Coefficient d'extinction à 270 nm  
**KOH** : Hydroxyde de potassium  
**m** : masse  
**M** : molarité/ masse molaire  
**méqO<sub>2</sub>** : milliéquivalent d'Oxygène  
**MG** : Matière Grasse  
**mg EAA** : milligramme équivalent d'acide ascorbique  
**mg EAG** : milligramme équivalent d'acide gallique  
**NaOH** : Hydroxyde de sodium  
**nm** : Nanomètre  
**1O<sub>2</sub>** : Oxygène singulet  
**OG**: Huile Essentielle *Origanum glandulosum*  
**ORAC**: Oxygen Radical Absorbance Capacity  
**OSI** : Indice de Stabilité de l'huile  
**P** : Plastique  
**PEBD**: PolyEthylène Basse Densité  
**PEHD**: PolyEthylène Haute Densité  
**PET/PETE**: PolyEthylène Téréphtalate



**pH:** potentiel Hydrogène  
**PNDA:** Plan National de Développement Agricole  
**PP:** Polypropylène  
**ppm :** partie par million  
**PS:** PolyStyrène  
**PSE:** PolyStyrène Expansé  
**PVC:** PolyVinylChloride(polychlorure de vinyle)  
**R°:** Radical alkyle  
**RH:** acide gras insaturé  
**ROO°:** Radical hydroperoxyde  
**ROOH:** Radical hydro peroxyde  
**ROOR:** Peroxyde  
**RSA :** Radical Scavenging Activity  
**SM :** Spectrophotomètre de Masse  
**T :** témoin  
**TAC :** Activité Antioxydant Totale  
**TIR :** Temps d'Induction au test Rancimat  
**TYTO :** Huile Essentielle *Thymus numidicus*  
**UE :** Union Européen  
**UV :** Ultra-Violet  
**V :** Volume

## Liste des figures

<b>Fig.1</b> : Formation d'hydroperoxyde dans l'auto-oxydation de l'acide linoléique .....	18
<b>Fig.2</b> : Exemples d'emballages .....	25
<b>Fig.3</b> : Teneur en eau et en matières volatiles des échantillons conservées dans divers emballages.	45
<b>Fig.4</b> : Pourcentage d'acidité et le pH des échantillons conservés avec divers emballages .....	46
<b>Fig.5</b> : Indice de peroxyde des échantillons de l'huile d'olive vierge conservés dans divers emballages. ....	48
<b>Fig.6</b> : Extinctions spécifiques en UV des échantillons d'huile d'olive vierge conservée avec divers emballage. ....	50
<b>Fig.7</b> : Teneur en pro anthocyanidine et en polyphénols des échantillons de l'huile d'olive vierge dans divers emballages. ....	52
<b>Fig.8</b> : Capacité antioxydante totale des huiles d'olives et des extraits méthanoliques des échantillons conservées dans divers emballages. ....	54
<b>Fig.9</b> : Pouvoir réducteur ferrique des extraits méthanoliques et des huiles d'olive conservée dans divers emballage.....	55
<b>Fig.10</b> : Activité anti-radicalaire mg EAA/g des huiles d'olives et des extraits méthanoliques des échantillons conservée dans divers emballages.....	56
<b>Fig.11</b> : Activité anti-radicalaire en % DPPH des extraits méthanoliques et des huiles d'olive entiers conservée dans divers emballages .....	57
<b>Fig.12</b> : Teneur en eau et en matières volatiles des échantillons de l'huile d'olive vierge conservées avec différents extraits naturels .....	58
<b>Fig.13</b> : Pourcentage d'acidité et le pH des échantillons de l'huile d'olive vierge conservés avec différents extraits naturels .....	59
<b>Fig.14</b> : Indice de peroxyde des échantillons de l'huile d'olive vierge conservés avec des différents extraits naturels .....	60
<b>Fig.15</b> : Extinctions spécifiques en UV des échantillons de l'huile d'olive vierge conservée avec différents extraits naturels .....	61
<b>Fig.16</b> : Teneur en pro anthocyanidine et en polyphénols des échantillons de l'huile d'olive vierge conservés avec différents extraits naturels .....	62
<b>Fig.17</b> : Capacité antioxydante totale des huiles d'olive et des extraits méthanoliques des échantillons de l'huile d'olive vierge conservées avec différents extraits naturels.....	64
<b>Fig.18</b> : Pouvoir réducteur ferrique des extraits méthanoliques et de l'huile d'olive conservés avec différents extrait naturels.....	65
<b>Fig.19</b> : Activité anti-radicalaire mg EAA/g des extraits méthanoliques des échantillons de l'huile d'olive conservés avec différents extraits naturels. ....	66
<b>Fig.20</b> : Activité anti-radicalaire (% DPPH) des extraits méthanoliques et de l'huile d'olive conservés avec différents extraits naturels .....	66

## Liste des tableaux

<b>Tableau 1</b> : Composition en acides gras de l'huile d'olive. ....	10
<b>Tableau 2</b> : Caractéristiques physico-chimiques de différents types d'huile d'olive. ....	15
<b>Tableau 3</b> : Nomenclature et champ d'application des plastiques. ....	28

# *Introduction*

L'olivier est répandu dans toute la région méditerranéenne. L'oléiculture représente une des plus anciennes activités agricoles dans cette région où la production d'olive et de l'huile d'olive ont une fortune économique transmise sur plusieurs générations (**Elbir et al., 2014**).

L'huile d'olive est un produit très contemporain dont la consommation se développe dans tous les pays du monde en raison de ses propriétés nutritionnelles et sensorielles (principalement l'arôme). C'est un jus obtenue à partir du fruit de l'olivier « *Olea europaea* L » par des procédés mécaniques, éventuellement physiques et notamment thermiques, à condition qui n'altèrent pas l'huile (**Dabbou et al., 2011 ; Barsacq., 2014 ; Pouyet et Ollivier., 2014**). Pour une haute qualité à saveur délicate et unique, l'extraction se fait à partir de fruits frais, sains, et sans utilisation de solvant (**Aparicio et Harwood, 2013**).

D'une manière générale l'huile d'olive est la source principale de l'apport lipidique dans l'alimentation duquel des bénéfiques pour la santé sont reconnus, il a été démontré qu'elle protège contre importantes maladies (**Cecchi et al., 2010 ; Barsacq., 2014 ; Benlemlih et Ghanam., 2016**). Contrairement aux huiles végétales, l'huile d'olive vierge conserve ses propriétés plus longtemps grâce à sa composition riche en acides gras mono insaturés, en composants antioxydants naturels (composés phénoliques, les tocophérols et les pigments), ainsi que des composés volatils (**Dabbou et al., 2011**).

Les cultivars, l'échelle de maturation, les variations saisonnières et le climat sont les facteurs principaux qui influencent la concentration d'une huile d'olive en ces composants notamment "les antioxydants". Ces composés, en plus de la contribution aux propriétés organoleptiques sensorielles ; ils préviennent l'auto-oxydation de l'huile (**Nakbi et al., 2010**).

Les matières grasses s'altèrent essentiellement par oxydation. Selon les mécanismes réactionnels mis en œuvre, les oxydations sont subdivisées en autoxydation, photooxydation et oxydation enzymatique (**Rahmani., 2007**). L'oxydation est un phénomène complexe induit par l'oxygène, en présence d'initiateurs tels que la chaleur, les radicaux libres, la lumière, les pigments photo sensibilisants et les ions métalliques. En général, il se développe en trois étapes de formation de radicaux: initiation, propagation et terminaison (**Galanakis et al., 2018**) . Une flaveur de « rance » se développe; ce qui réduit la qualité marchande et conditionne directement sa durée de vie (**Rahmani., 2007**).

Le stockage de l'huile d'olive augmente le risque d'oxydation, ce qui nécessite des conditions particulières pour préserver sa qualité le plus longtemps possible. De même l'emballage peut influencer directement la qualité de l'huile d'olive en protégeant le produit à la fois de l'oxygène et de la lumière. Parmi les matériaux d'emballage le verre est le plus utilisé, le

Polytéréphtalate d'éthylène (PET) et le Polychlorure de vinyle (PVC) (Cecchi et al., 2010 ; Dabbou et al., 2011).

Notre étude consiste à évaluer l'effet de l'emballage sur les caractéristiques physico-chimiques et la stabilité oxydative de l'huile d'olive conservée dans deux matières d'emballage verre et plastique "PET". Pour se réaliser, un échantillon d'huile d'olive vierge, issu des olives collectés dans la région de Taher (Wilaya de Jijel), a été conservé pendant 24 mois dans deux emballages en plastique et verre pour une ultérieure comparaison. De même, différents extraits naturels (acide gallique, huiles essentielles de deux plantes aromatiques et extraits chloroformique et acétate d'éthyle d'un Lichen) ont été additionnés a l'huile d'olive vierge pour étudier leurs effets sur les différentes propriétés de cette huile pendant la conservation.

Pour développer cet aspect nous avons subdivisé notre travail en deux parties :

- \* Une partie bibliographique qui comprend trois chapitres dont le premier nous avons fait une description générale de l'olivier et de l'huile d'olive, le deuxième traite l'oxydation des lipides, le troisième chapitre traite les emballage alimentaire, leur rôle et les différents matériaux utilisés.

- \* Une partie expérimentale présentant le matériel et les méthodes utilisés pour effectuer les différents paramètres physicochimiques qui sont le pH, l'acidité libre, l'indice de peroxyde, les coefficients d'extinctions spécifiques K232, K270, la teneur en composés phénoliques et la composition en acides gras.

Pour évaluer l'activité antioxydante nous avons préconisé la méthode de phosphomolybdène, réduction du Fer et DPPH.

La dernière partie est consacrée aux résultats obtenus et aux différentes interprétations.

# ***PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE***

*Chapitre I : Olivier et huile  
d'olive*



## I.1. Généralité sur l'olive et l'huile d'olive

### I.1.1. Olivier

L'olivier est certainement l'un des plus anciens arbres cultivés, pour certains historiens depuis le néolithique (**Gaussorgues, 2009**). C'est l'un des arbres fruitiers les plus importants du bassin méditerranéen (**Fernandez et al., 2011; Meftah et al., 2014**). Il appartient à la famille des oléacées qui comprend 25 genres et plus de 500 espèces (**Henry, 2003**). "Olivier" est le nom commun d'environ 35 espèces du genre *Olea* et il est particulièrement utilisé pour l'espèce *Olea europaea* (**Benlemlih et Ghanam, 2016**).

L'olivier est un arbre typique des régions sèches et chaudes, de 6 à 8 m de hauteur, a tronc tortueux et a écorce grisâtre et crevassée. Les feuilles sont blanches argentées sur la face inférieure, vertes grisâtres sur la face supérieure, opposées, persistantes, coriaces et lancéolées. Les fleurs, petites et blanches, à quatre pétales, sont réunies en grappes dressées. Il est toujours vert mais dont les dimensions et les formes peuvent être très variables. C'est le seul arbre fruitier à feuilles persistantes.

L'olivier s'adapte à des sols variés, à croissance lente qui peut atteindre 15 à 20 mètres de hauteur. Il pousse sur des sédiments siliceux ou calcaires. Seuls les terrains très argileux ne lui conviennent pas (**Henry, 2003**).

### I.1.2. Olive

L'olive, est une drupe (comme la cerise ou la prune), de forme ovale, et elle se compose de deux parties principales: le péricarpe et l'endocarpe.

- ✓ Le péricarpe représente 66 à 85% du poids du fruit, il est composé de l'épicarpe (ou peau) et du mésocarpe (ou pulpe). contient 96 à 98% de la quantité totale d'huile
- ✓ L'endocarpe, également appelé noyau ; contient la graine, qui représente <3% du poids du fruit. Il contient la quantité totale restante d'huile représentée par 2 à 4% (**Paiva-Martins et Kiritsakis, 2017**).

### I.1.3. Huile d'olive

L'huile d'olive est l'huile provenant uniquement du fruit de l'olivier (*Olea europaea* L.) à l'exclusion des huiles obtenues par solvant ou par des procédés de ré estérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature (**COI, 2008**).

## I.2. Production d'huile d'olive

### I.2.1. Huile d'olive dans le monde

La superficie oléicole mondiale est estimée à 8 600 000 hectares, dont 95 % se situent dans le bassin méditerranéen. La production moyenne en olives est de 10 millions de tonnes par an dont 92 % sont utilisés pour l'extraction d'huile, le reste étant consommé en tant qu'olives de table (**Zouiten et El Hadrami, 2001**).

La production mondiale annuelle d'huile d'olive est élevée de 1,032 million de tonnes en 1958/1959 à plus de 2,7 millions de tonnes en 2001/2002, à environ 3 millions de tonnes en 2009/2010, et une prévision de 3,4 millions de tonnes en 2011/2012. Elle représente environ 3% de la production mondiale de graisses et d'huiles végétales (**Olivier, 2003; Aparicio et Harwood, 2013**).

Bien que l'olivier soit présent sur 4 continents, La production se concentre principalement dans les pays du pourtour méditerranéen (98%). Elle est répartie dans trois groupes de pays: les 27 membres de l'UE, qui dominent la production mondiale, représentant une part moyenne de 76% au cours des 50 dernières années ( l'Espagne 43 %, l'Italie 32 % et la Grèce 22 %); les 16 autres pays membres actuels de la COI (Albanie, Algérie, Argentine, Croatie, Égypte, Iran, Irak, Israël, Jordanie, Liban, Libye, Monténégro, Maroc, Syrie, Tunisie et Turquie) avec une moyenne de 22 %; et le reste du monde avec 2 % (**Olivier, 2003; Aparicio et Harwood, 2013**).

Les pays producteurs sont aussi généralement les principaux pays consommateurs, l'UE consomme 71 % (**Benyahia et Zein, 2003**).

### I.2.2. Huile d'olive en Algérie

En Algérie, l'huile d'olive joue un rôle économique, social et environnemental important. Le verger oléicole national couvre une superficie de plus de 400 mille hectares avec un nombre d'olivier atteignant les 61 millions d'arbres (**Amrouni Sais et al., 2021**).

L'oléiculture est concentrée exclusivement au niveau de 6 principales Wilayas, trois wilayas de la région du centre, qui représente plus de 50% de la surface oléicole nationale (Bejaia, Tizi-ouzou, Bouira), et trois de la région Est (Bordj Bouarreridj, Sétif et Jijel). Quant au reste du verger oléicole, plutôt consacré à la production d'olives de table, il se trouve essentiellement dans trois wilayas de l'Ouest (Tlemcen, Mascara et Relizane) (**Lamani et Ilbert, 2016**).

### I.3. Techniques d'extraction de l'huile d'olive

#### I.3.1. Récolte des olives (ou olivaison)

Elle s'effectue de différentes manières suivant la variété cultivée et les régions. Ainsi, les olives destinées à la table sont cueillies avant celles destinées à l'huilerie qui doivent attendre un degré de maturation plus avancé ; la récolte des olives de table se déroule fin septembre alors que celle des olives noires réservées à la fabrication de l'huile bat son plein en décembre pour se terminer à la fin de l'hiver, vers la mi-février. Toutefois, la date exacte de la récolte correspondant au juste degré de maturité reste difficile à déterminer. Elle peut varier d'une région à l'autre et d'une année à l'autre (**Henry, 2003**).

Il existe de nombreuses techniques de récolte des olives variant en fonction de la destination finale de ces olives, de la nature du sol et de la superficie de l'exploitation (**Veillet, 2010**).

- **Traditionnelle**

La récolte à la main : les olives sont cueillies une à une, au rythme de 7 à 10 kg par heure, mais la récolte est délicate et très longue ce qui pose un problème de main d'œuvre et de coût donc cette technique n'est plus utilisée que pour les olives de table (car elles ne doivent pas être abimées) (**Veillet, 2010**).

La cueillette au peigne manuel : c'est la méthode la plus communément utilisée, elle consiste à déposer des filets sur le sol en utilisant un peigne qui va arracher les olives. Ce procédé est parfois complété par le gaulage des fruits les plus hauts situés à l'aide de longues perches. Cependant, cette méthode endommage les olives et blesse les jeunes rameaux et qui réduit la prochaine récolte (**Veillet, 2010**).

- **Mécanisée**

La cueillette des olives mécanisée par des crochets secouant, car ses crochets sont accrochés à de petites branches d'olivier auxquelles ils transmettent une vibration vigoureuse et avec les peignes, le fruit est détaché par l'effet de vibration sur les pousses et les branches. Avec des crochets agitateurs, la récolte peut atteindre 90 à 95% de rendement uniquement en fin de récolte avec des fruits mûrs (**Nasini et Proietti, 2014**).

#### I.3.2. Effeillage et lavage des olives

Le nettoyage comporte deux opérations : l'effeuillage et le lavage. Les défoliateurs aspirent les feuilles, les brindilles et les saletés à travers un flux d'air puissant généré par un ventilateur d'extraction (**Benlemlih et Ghanam, 2016**). Les olives sont aussitôt transportées au

moulin dans des corbeilles, des caisses de bois ou des cagettes ajourées, assurant une bonne respiration des fruits (**Benlemlih et Ghanam, 2016**).

Des opérations de lavage sont nécessaires pour assurer l'élimination de tout corps étranger des olives, qui pourrait être nocif pour la machine ou le produit. Ces opérations sont effectuées par une cuve de lavage, à circulation forcée d'eau dans laquelle les olives sont lavées. De plus, l'eau de lavage permet d'éliminer les résidus des produits phytopharmaceutiques, ou leurs métabolites, qui peuvent y rester sur les drupes, en réduisant le risque qu'ils contaminent l'huile (**Aparicio et Harwood, 2013**).

### **I.3.3. Broyage**

Le broyage en industrie se fait à l'aide d'un broyeur métallique à marteau disque dentés ou cylindre striés (**Benyahia et Zein, 2003**). Cette opération est destinée à broyer les cellules de l'olive et à libérer les gouttelettes d'huile contenues dans la vacuole et aboutit à la formation d'une pâte (**Benlemlih et Ghanam, 2016**).

### **I.3.4. Malaxage**

Ce processus est réalisé au moyen d'un équipement dénommé malaxeur, muni d'un système permettant le réchauffement contrôlé et adéquat de la pâte pendant un temps donné de brassage continu et lent. L'objectif est de concentrer les gouttelettes d'huile dispersées dans la pâte broyée en gouttes de dimensions plus grosses jusqu'à ce qu'elles forment des poches (**COI, 2006**).

### **I.3.5. Séparation des phases**

#### **I.3.5.1. Système d'extraction par presse (discontinu)**

La pression est le procédé d'extraction de l'huile le plus ancien. La pâte est répartie en couche sur des courtins, disques en fibre naturelle ou synthétique, faisant office d'armature et permettant la filtration lors de la pression. Ces disques sont empilés les uns sur les autres pour être ensuite pressés. Deux phases sont obtenues : une liquide, l'huile et l'eau de végétation (margines), et une solide, les grignons (pulpe et noyaux), qui reste entre les courtins (**Benyahia et Zein, 2003**).

Les inconvénients de ce système sont :

- Le déclenchement de l'auto-oxydation de l'huile à cause de l'exposition à l'aire libre au cours des opérations de broyage et pressage de la pâte des olives ;

- Génération d'une grande quantité de margine ce qui pose un problème de pollution de l'environnement (**Chimi, 2006**).

### **I.3.5.2. Système d'extraction continu**

Cette méthode est basée sur la séparation des différents constituants d'un mélange en fonction de leur densité à l'aide des centrifugeuses horizontales.

#### **❖ Processus d'extraction par centrifugation à deux phases**

Ce procédé technologique permet de séparer la pâte des olives à deux phases : huileuse et solide (grignons et margines) sans addition d'eau. Il est caractérisé par une capacité de traitement élevé (100 tonnes d'olives /j), un rendement en huile un peu plus élevé que ceux obtenus par système de presse et centrifugation à trois phases et des huiles d'olives plus stable (plus riche en polyphénols et o-diphénols) (**Chimi, 2006**).

#### **❖ Processus d'extraction par centrifugation a trois phases**

Ce processus est dit à trois phases car il sépare : les grignons, l'huile avec un peu d'eau et les margines avec un peu d'huile (**Veillet, 2010**). Il nécessite l'ajout d'eau pour séparer les trois phases précitées. L'huile extraite se trouve appauvrie de polyphénols naturels et composés aromatiques, et par conséquent ne résiste pas à l'oxydation (**Chimi, 2006**).

### **I.3.6. Conditions de stockage**

L'huile d'olive peut être stockée pendant plusieurs mois. Durant son stockage, il peut subir des changements organoleptiques caractérisés par l'augmentation de l'acidité et le développement des réactions de rancissement. Pour cela, des précautions doivent être mis en place et qui sont :

- les réservoirs devraient être construits en matière inerte et imperméable à l'huile ;
- l'huile doit être abritée de l'air, de la lumière et de fluctuation de la température ;
- l'huile doit être conservée à l'intérieur de la chambre de stockage ;
- l'huile doit être stockée à une température entre 12-18 °C, évitant à la fois le chauffage et le gel (**Benlemlih et Ghanam, 2016**).

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

### I.4.1. Huiles d'olive vierges

Huiles obtenues à partir du fruit de l'olivier, uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions, thermiques notamment, qui n'entraînent pas l'altération de l'huile, et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration. Elles sont classées et dénommées comme suit :

❖ **Les huiles d'olive vierges propre à la consommation en l'état :**

▪ Huile d'olive vierge extra : huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,8 gramme pour 100 grammes et dont les autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie ;

▪ Huile d'olive vierge : huile d'olive dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 2 grammes pour 100 grammes et dont les autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie ;

▪ Huile d'olive vierge courante : huile d'olive dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 3,3 grammes pour 100 grammes et dont les autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie (COI, 2019).

❖ **Les huiles d'olives vierges qui doivent faire l'objet d'un traitement avant leur consommation :**

▪ Huile d'olive vierge lampante : huile d'olive dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est supérieure à 3,3 grammes pour 100 grammes et/ou dont les caractéristiques organoleptiques et les autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie. Elle est destinée au raffinage en vue de son utilisation pour la consommation humaine ou destinée à des usages techniques (COI, 2019).

### I.4.2. Huile d'olive raffinée

C'est l'huile d'olive obtenue des huiles d'olive vierges par des techniques de raffinage qui n'entraînent pas de modifications de la structure glycéridique initiale. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,3gramme pour 100 grammes (COI, 2019).

### I.4.3. Huile d'olive composée d'huile d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges

C'est l'huile constituée par le coupage d'huile d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges propres à la consommation en l'état. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 1,00 gramme pour 100 grammes (COI, 2019).

Une autre catégorie d'huiles peut être mise en évidence ; il s'agit des huiles des grignons d'olive. Cette huile est obtenue par traitement aux solvants ou d'autres procédés physiques des grignons d'olive, à l'exclusion des huiles obtenues par des procédés de ré-estérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature (COI, 2019).

### **I.5. Composition chimique de l'huile d'olive**

La composition de l'huile d'olive est principalement un mélange de glycérides, qui sont des esters de glycérol avec des acides gras. En outre, de petites quantités d'acides gras libres, de glycérol, de phosphatides (par exemple, la lécithine) sont présentes. De même, de pigments, des hydrocarbures, des tocophérols, des alcools aliphatiques, de glucides, de protéines, de composés aromatiques, de stérols et de substances résineuses d'identité incertaine ont été également identifiés (Kiritsakis et Markakis, 1987).

La composition de l'huile d'olive est divisée en deux fractions : la fraction saponifiable, représente 98-99% du poids total de l'huile, et la fraction insaponifiable, qui représente environ 2% du poids de l'huile (Boskou et al., 2006).

La composition de l'huile d'olive change selon la variété, les conditions climatiques, l'origine géographique et le stade de maturation du fruit (Benlemlih et Ghanam, 2016).

#### **I.5.1. Fraction saponifiable (majoritaire)**

##### **I.5.1.1. Triglycérides**

Les triglycérides ou plus exactement les triacylglycérols, sont des triples esters d'acides gras et de glycérol. Il s'agit de molécules très hydrophobes (Cuvelier et al., 2004).

La plupart des acides gras de l'huile d'olive sont présents sous forme de triglycérides (triacylglycérols) (Kiritsakis et Markakis, 1987).

##### **I.5.1.2. Acides gras**

Les acides gras sont des acides carboxyliques à chaîne aliphatique hydrophobe, saturés ou non saturés (Cuvelier et al., 2004).

La composition en acides gras (AG) de l'huile d'olive joue un rôle important au niveau de sa qualité nutritionnelle. Divers facteurs, tels que le degré de maturité des olives, le climat, la variété ont une incidence sur le profil de composition en acides gras de l'huile d'olive (Haddam et al., 2014).

Les principaux acides gras présents sous forme de glycérides dans l'huile d'olive sont oléiques (18: 1), linoléiques (18 : 2), palmitoléiques (16 : 1), palmitiques (16 : 0) et stéariques (18 : 0) (**Kiritsakis et Markakis, 1987**). La répartition en pourcentage des acides gras dans l'huile d'olive est indiquée dans le tableau ci-dessous.

**Tableau 1** : Composition en acides gras de l'huile d'olive (COI, 2019).

Acide gras	Symboles	Teneur (%)
Acide myristique	C14 :0	≤0,05
Acide palmitique	C 16 :0	7,5-20
Acide heptadécanoïque	C17 :0	≤0 ,3
acide palmitoléique	C16 :1	0,3-3,5
Acide heptadécénoïque	C17 :1	≤0,3
Acide stéarique	C18 :0	0, 5-5
Acide oléique	C18 :1	55-8 3
Acide linoléique	C18 :2	2,5-21
Acide α-linolénique	C18 :3	≤1
Acide arachidonique	C20 :0	≤0,6
Acide gadoléique	C20 :1	≤0 ,4
Acide béhénique	C22 :0	≤0,2
Acide lignocérique	C24 :0	≤0,2

## I.5.2. Fraction insaponifiable

### I.5.2.1. Composés phénoliques

Le mésocarpe d'olive contient des composés phénoliques qui sont principalement solubles dans l'eau et qui ne sont présents dans aucune autre huile végétale. Ils sont considérés comme un élément important du système de défense chimique du fruit (**Kiritsakis et Markakis, 1987 ; Sanchez et al., 2009**).



Les polyphénols sont des composés qui constituent l'une des caractéristiques de l'huile d'olive. Ils contribuent à son goût et à son arôme particulier. Ces composés phénoliques font partie des antioxydants naturels les plus importants de l'huile d'olive et contribuent pour une grande partie à la stabilité de l'huile en augmentant sa résistance à l'auto-oxydation (**Faghim et al., 2017**).

Les principaux polyphénols de l'huile d'olive sont le tyrosol et l'hydroxytyrosol (dérivés de l'hydrolyse de l'oleuropéine). L'acide benzoïque et l'acide cinnamique, probablement issus de la dégradation des flavonoïdes, sont également présents dans l'huile d'olive (**Kiritsakis et Markakis, 1987**).

### I.5.2.2. Stérols

Les stérols représentent 30 à 60% de la fraction insaponifiable. Ce sont des composés tétracycliques comportant 27 à 29 atomes de carbone. Ils sont présents sous forme libre (80%) et estérifiée. La teneur totale en stérols de l'huile d'olive est comprise entre 180 et 265 mg/100 g (**Kiritsakis et Markakis, 1987**).

Pendant la maturation des olives ou même le stockage d'huile, le taux de stérols totaux diminue ce qui conduit à une augmentation de la valeur en peroxyde de l'huile d'olive. Dans une huile d'olive vierge, les stérols les plus trouvés sont le  $\beta$ -Sitostérol, 5-Avenasterol et Campesterol avec des pourcentages respectifs d'environ 80 à 85%, 7% et 2,90 à 4% (**Giuffrè et al., 2012**).

### I.5.2.3. Hydrocarbures

De petites quantités d'hydrocarbures saturés, terpéniques et même aromatiques sont toujours présentes dans les huiles d'olives vierges (**Diego et Ramón, 2008**).

Le principal hydrocarbure de l'huile d'olive est le squalène, un triterpène qui apparaît dans la voie de la biosynthèse du cholestérol et qui constitue environ 50% des insaponifiables (**Assmann et Wahrburg, 1999 ; Diego et Ramón, 2008**). Outre le squalène, d'autres hydrocarbures aromatiques polycycliques, comme le phénanthrène, le pyrène, le fluoranthrène, le 1,2 benzanthracène, le chrysène et le périlène ont été identifiés (**Kiritsakis et Markakis, 1987**).

Le  $\beta$ -carotène (une provitamine A) est également présent dans l'huile d'olive, mais en très faibles quantités ( 0.03 - 0.36 mg/100 g), cette dernière désaltère l'oxygène singlet et inhibe l'oxydation lipidique (**Kiritsakis et Markakis, 1987 ; Assmann et Wahrburg, 1999**).

#### I.5.2.4. Pigments

Les chlorophylles et les caroténoïdes sont deux pigments qui donnent aux végétaux et aux plusieurs fruits leurs couleurs spécifiques. La teneur totale en pigment dans l'huile d'olive est un paramètre important de qualité car il est corrélé avec la couleur qui est le résultat des teintes vertes et jaunes. Par ailleurs, les pigments sont impliqués dans les mécanismes d'auto-oxydation et photo-oxydation (**Faghim et al., 2017**).

✧ **Les chlorophylles :** La chlorophylle est l'un des principaux contributeurs à la couleur des huiles d'olive vierges. Il a été démontré que des concentrations élevées en chlorophylle compromettent la résistance à l'oxydation des huiles d'olive exposées à la lumière. La photo-oxydation de l'huile en présence de chlorophylles conduit à la formation de singlets hautement instables et réactifs qui a tendance à réagir avec les acides gras insaturés, ce qui conduit à la formation d'hydro peroxydes (**Ayton et al., 2012**).

✧ **Caroténoïdes :** Parmi les principaux caroténoïdes présents dans l'huile d'olive, le bêta-carotène est un composé naturel de l'huile d'olive vierge qui agit comme protecteur en désactivant l'oxygène singulet produit par les chlorophylles (**Boskou, 2015**).

#### I.5.2.5. Tocophérols

Les tocophérols sont des composés hétéroacides de poids moléculaire élevé (**Sánchez et al., 2009**). Ils ont une action antioxydante et vitaminique et contribuent à la stabilité de l'huile vis-à-vis de l'oxydation (**Dabbou et al., 2011**).

L'huile d'olive contient principalement l' $\alpha$ -tocophérol (vitamine E) qui représente à elle seule 95 % des tocophérols totaux (**Haddam et al., 2014**). Sa concentration initiale joue un rôle clé dans la préservation de l'huile du rancissement pendant le stockage ; elle prolonge sa durée de conservation et préserve sa qualité (**Dabbou et al., 2011**). Les formes  $\beta$ ,  $\gamma$  et  $\delta$  se retrouvent en très faibles proportions (**Sánchez et al., 2009**).

#### I.5.2.6. Acides triterpéniques

Ce sont des composés biologiquement actifs et sont présents à l'état de traces dans l'huile d'olive. L'acide oléanolique (acide  $3\beta$ -hydroxyoléan-12-en-28-oïque) et l'acide maslinique (acide  $2\alpha$ ,  $3\beta$ -dihydroxyoléan-12-en-28-oïque) sont les principaux acides triterpéniques présents dans l'huile d'olive vierge car ils sont présents dans l'enveloppe de l'olive (**Boskou et al., 2006**).

### I.5.2.7. Composés aromatiques

Plus de 70 composés contribuent au parfum et au goût particulier de l'huile d'olive. Parmi ceux-ci figurent des produits de dégradation d'acides gras insaturés comme des aldéhydes (notamment hexanal, nonanal, 1-hexanol ou 2,4-décadienal). De plus, des hydrocarbures aliphatiques et aromatiques, des alcools, des cétones, des éthers, des esters ainsi que des furanes et des dérivés thioterpéniques contribuent de manière notable à l'odeur et à la saveur de l'huile (Assmann et Wahrburg, 1999).

## I.6. Caractéristiques de l'huile d'olive

### I.6.1. Caractéristique organoleptique

C'est un liquide limpide, transparent, jaune ou jaune vert, d'odeur caractéristique, pratiquement insoluble dans l'alcool, miscible à l'éther et à l'éther de pétrole (Henry, 2003).

### I.6.2. Caractéristique microbiologique

En général, la qualité microbiologique de l'huile d'olive est corrélée à la qualité chimique et sensorielle du produit. La levure et les autres micro-organismes que trouvés dans l'huile d'olive proviennent principalement du fruit lui-même. Lorsque les olives sont pressées en une pâte, ces microorganismes se mettent en suspension dans les gouttelettes d'huile (Dawson, 2018).

Les levures font partie des micro-organismes présents dans l'huile d'olive, pouvant améliorer ou altérer la qualité de l'huile en fonction de leurs activités enzymatiques. Certains, augmentent la durée de conservation de l'huile d'olive, d'autres agissent comme des catalyseurs de réactions chimiques qui conduisent au rancissement de l'huile. Certaines espèces de levures oléagineuses peuvent également exercer un effet positif sur les caractéristiques sensorielles de l'huile d'olive vierge nouvellement produite en favorisant le processus d'extraction. D'autres, sont considérées comme nocives car elles peuvent nuire à la qualité de l'huile par hydrolyse des triacylglycérols et production de saveurs désagréables (Dawson, 2018).

### **I.6.3. Caractéristiques physico-chimiques**

La qualité de l'huile d'olive se caractérise principalement par trois facteurs : le taux d'acidité, l'indice de peroxyde et l'absorbance spécifique dans l'Ultraviolet (tableau 2).

#### **I.6.3.1. Indice d'acidité**

L'acidité de l'huile d'olive est évaluée par la quantité d'acides gras libres, exprimée, en gramme d'acide oléique par 100g d'huile d'olive. Elle est apparue comme moyen simple et efficace pour l'évaluation qualitative et la classification par catégorie commerciale des huiles d'olive (**Tanouti et al., 2010**).

L'huile d'olive présente une très faible acidité, dans le cas contraire et au cours du stockage, l'huile peut s'altérer et son acidité augmente suite à la libération d'acides gras par hydrolyse des triglycérides (**Tanouti et al., 2010**).

#### **I.6.3.2. Indice de peroxyde**

L'indice de peroxyde est exprimé généralement en milliéquivalent d'oxygène par kg d'huile, cet indice sert à évaluer l'état de conservation d'une matière grasse au cours du stockage, la quantité de peroxydes présents dans l'huile et les premiers niveaux d'oxydation de l'huile par l'oxygène (**Tanouti et al., 2010 ; et Bouchenak et al., 2018**). Cet indice indique également la détérioration de certains composants d'intérêt nutritionnel tels que la vitamine E (**Herrera et Dueñas, 2008**).

#### **I.6.3.3. Absorbance dans l'UV**

L'absorbance dans l'UV ou l'examen spectrophotométrique dans l'Ultraviolet peut fournir des indications sur la qualité d'une matière grasse, sur son état de conservation et sur les modifications dues aux processus technologiques (**Tanouti et al., 2010**).

En effet, à 232 nm, elle permet d'évaluer la présence de produits primaires d'oxydation des acides gras (hydroperoxydes linoléiques,...), alors qu'à 270 nm, les produits secondaires d'oxydation des acides gras (alcools, cétones,...) sont détectés (**Meftah et al., 2014**).

**Tableau 2** : Caractéristiques physico-chimique des différentes types d'huile d'olive (COI, 2019).

	Acidité (% acide oléique)	Indice peroxyde (meq 02/Kg)	Absorbance dans l'UltraViolet			Teneur en eau et en matières volatiles % m/m
			270 nm	230nm	$\Delta k$	
Huile d'olive extra vierge	$\leq 0,80$	$\leq 20,0$	$\leq 0,22$	$\leq 2,50$	$\leq 0,01$	$\leq 0,2$
Huile d'olive vierge	$\leq 2,0$	$\leq 20,0$	$\leq 0,25$	$\leq 2,60$	$\leq 0,01$	$\leq 0,2$
Huile d'olive vierge courante	$\leq 3,3$	$\leq 20,0$	$\leq 0,25$		$\leq 0,01$	$\leq 0,2$
Huile d'olive raffiné	$\leq 0,30$	$\leq 5,0$	$\leq 0,1$		$\leq 0,16$	$\leq 0,1$
Huile d'olive lampante	$> 3,3$	Non limité	$\leq 0,3$			$\leq 0,3$
Huile d'olive (HOR + HOVs)	$\leq 1,0$	$\leq 15,0$	$\leq 1,15$		$\leq 0,15$	$\leq 0,1$

*Chapitre II : Oxydation des  
lipides*

## II.1. Généralité

L'oxydation ou le rancissement oxydatif est un phénomène purement chimique et spontané (lorsque des acides gras insaturés sont en présence d'oxygène atmosphérique. Elle se caractérise également par son caractère évolutif (dû à la succession dans le temps de différentes réactions chimiques, conduisant à plusieurs familles de produits réactionnels intermédiaires et finaux), irréversible et altératif (puisque l'attaque des acides gras par l'oxygène atmosphérique conduit à des dégradations organoleptiques et fonctionnelles, affectant directement la qualité marchande des corps gras et des produits finis) (**Jude, 2004**).

Plus précisément, l'oxydation est générée par des radicaux libres (réaction de type radicalaire). Un radical libre est une espèce chimique neutre ou chargée instable qui ne cherche qu'à récupérer un électron dans leur environnement pour retrouver un état plus stable. Ces deux propriétés font que les réactions d'oxydation sont très rapides et se propagent en cascade (**Jude, 2004; Rolland, 2004**).

Comme produits de dégradations, les composés aldéhydiques volatils jouent le rôle clef car ils sont responsables des saveurs de « rance » : pour cette raison, la réaction d'oxydation est souvent associée à la notion de **rancissement chimique aldéhydique** (à distinguer du rancissement butyrique ou du rancissement cétonique, qui sont des phénomènes enzymatiques d'hydrolyse) (**Jude, 2004**).

L'oxydation des lipides peut réduire leur qualité nutritionnelle, en raison notamment de la dégradation partielle des AG indispensables et des vitamines E et A ; modifier la texture et la couleur des aliments et produire des composés nocifs pour la santé humaine (**Cuvelier et Maillard, 2012; Croguennec, 2016**).

Il existe trois altérations conduisant au rancissement oxydatif : l'autooxydation, la photooxydation et l'oxydation enzymatique (**Rahmani, 2007**).

### ❖ Auto-oxydation

Dans le cas de l'huile d'olive, l'auto-oxydation se déroule principalement lors de sa préparation et durant son stockage (**Plard, 2014**).

L'auto-oxydation des lipides (ou la réaction de peroxydation) est depuis longtemps reconnue comme étant un enchaînement de réactions radicalaires (**Plard, 2014 ; Hennebelle et al., 2004**). C'est une réaction très lente (autocatalytique) et dépend essentiellement du taux d'oxygène présent dans l'huile. Cet oxygène sera appelé oxygène atmosphérique et noté  $3O_2$ . Il sera à distinguer de l'oxygène singulet ( $1O_2$ ) intervenant dans les réactions photosensibilisées (oxydation photochimique). Elles conduisent à la rupture des chaînes carbonées avec le

développement de produits pour la plupart volatils, à structure carbonylée (**Rahmani, 2007; Plard, 2014; Croguennec, 2016**).

Cette réaction radicalaire se déroule en trois phases : initiation, propagation et terminaison (**Plard, 2014; Hennebelle et al., 2004**).

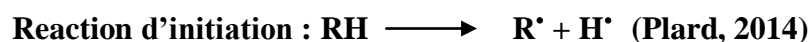
## II.2. Mécanismes réactionnels d'oxydation

Une fois que l'oxydation lipidique a été initiée par l'élimination d'un atome d'hydrogène d'une chaîne d'acides gras, les trois groupes de réactions ont lieu simultanément (**Croguennec, 2016**).

Une séquence impliquant une étape d'initiation correspondant à l'activation de la molécule d'acide gras, une phase de propagation et des réactions de terminaison a été proposée pour décrire l'autooxydation lipidique (**Rahmani, 2007**).

Lorsque la matière grasse sera en contact avec l'oxygène elle constitue un ensemble complexe de réactions, qui conduisent à la rupture des chaînes carbonées avec un développement de produits pour la plupart volatils, à structure carbonylée. L'autooxydation des acides gras insaturés (RH) procède par un ensemble de réactions en chaîne auxquelles participent surtout des radicaux libres ( $R^\bullet$ ) (**Rahmani, 2007**).

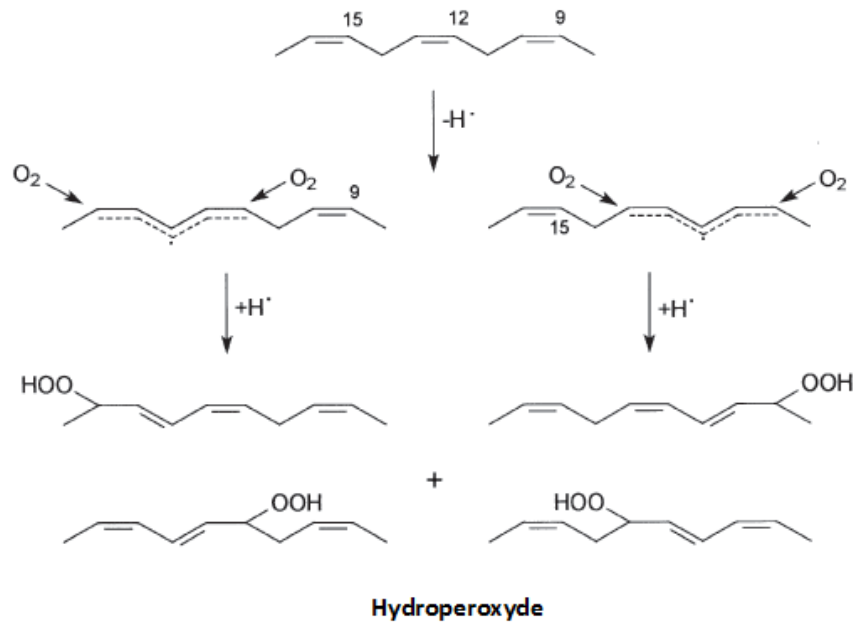
- **Phase d'initiation** : très lente, elle correspond à la formation des radicaux libres ( $R^\bullet$ ) directement par l'élimination d'un atome d'hydrogène d'une chaîne d'acides gras (RH) (habituellement insaturée) (fig. 1), à l'aide d'initiateurs radicalaire tels que la température, la lumière, d'autres radicaux libres et des métaux lourds (**Aparicio et Harwood, 2013 ; Croguennec, 2016**).



- **Phase de propagation** : elle correspond à la formation, à partir des radicaux libres, des peroxydes et à l'apparition consécutive des composés secondaires d'oxydation (des aldéhydes volatiles et d'autres composés responsables à l'odeur nauséabonde) (**Jude, 2004 ; Hennebelle et al., 2004**). Dans cette phase, les radicaux libres  $R^\bullet$  vont se combiner immédiatement avec l'oxygène dissous dans l'huile, et les radicaux  $ROO^\bullet$  ainsi formés, très réactifs vont aller à leur tour arracher un  $H^\bullet$  à une autre molécule d'acide gras, libérant alors un nouveau radical  $R^\bullet$  et formant un hydroperoxyde  $ROOH$ . Il s'agit bien d'un mécanisme de propagations radicalaire, autocatlytique, qui devient très rapidement irréversible (**Cuvelier et Maillard, 2012**)

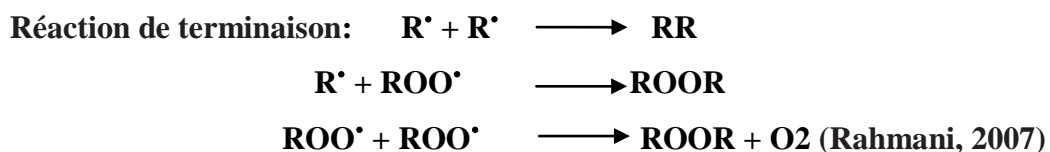






**Fig. 1 :** Formation d'hydroperoxyde dans l'auto-oxydation de l'acide linoléique (Edwin, 2005).

- **Phase de terminaison :** elle correspond à une oxydation complète du substrat c'est-à-dire la fin de la réaction ; par combinaison des radicaux libres (concentration suffisamment élevée), disparition des peroxydes et accumulation des composés secondaires d'oxydation (Jude, 2004; Croguennec, 2016). Toute réaction qui empêche la propagation de la peroxydation ou élimine les radicaux libres du système joue un rôle clé dans cette phase (Aparicio et Harwood, 2013).



### II.3. Impact d'oxydation des huiles d'olive

- ⊗ **impact nutritionnel et organoleptique :** dégradation des vitamines liposolubles et des acides gras essentiels ; développement de saveurs anormales, changement de couleur,...
- ⊗ **impact sanitaire:** les composés secondaires d'oxydation montrent des effets cytotoxiques et mutagènes (cas du malondialdéhyde, par exemple, qui réagit avec l'ADN) ou encore des effets cancérigènes, mutagènes et athérogènes (cas des monomères cycliques et oxystérols).
- ⊗ **impact économique :** perte de la valeur marchande suite à l'oxydation qui déprécie la qualité du produit. C'est le cas, par exemple, des huiles d'olive vierges dont le prix est fonction de la qualité : « extra », « fine », « courante » et « lampante ». L'huile d'olive

vierge « extra » est de meilleure qualité et se vend plus chère que les autres catégories. L'huile d'olive vierge « lampante », ne pouvant être consommée en l'état, est vendue à bas prix pour un usage industriel ou aux unités de raffinage. Il est à remarquer que près de 60% de la production nationale d'huile d'olive vierge est de qualité « lampante » (**Rahmani, 2007**).

#### II.4. Facteurs influençant l'oxydation

Le taux d'oxydation dépend d'un certain nombre de facteurs physico-chimiques, notamment la disponibilité de l'oxygène, la présence de lumière, la température, l'activité de l'eau, le pH et l'activité d'agents pro-oxydants ou antioxydants (**Pristouri, 2010; Croguennec, 2016**).

- **Lumière**

Lorsque les huiles végétales sont exposées à la lumière, la photo-oxydation se produit par l'action de photo sensibilisants naturels 'la chlorophylle'. Il est bien connu que cette dernière peut être excitée électroniquement par absorption de la lumière. Par la suite, la molécule excitée transfère son excès d'énergie à une molécule d'oxygène triplet, pour former l'oxygène singulet, qui réagit à son rôle avec les doubles liaisons (l'oxygène singulet réagit 1000 à 10 000 fois plus rapidement que l'oxygène normal) (**Velasco et Dobarganes, 2002 ; Pristouri, 2010**).

Cependant, l'influence de la lumière sur l'oxydation devient moins appréciable lorsque la température augmente. Ainsi, une protection contre la lumière directe est requise pour les huiles comestibles commerciales (**Velasco et Dobarganes, 2002 ; Pristouri, 2010**).

- **Oxygène**

La présence d'oxygène est essentielle pour l'oxydation des lipides. Lorsque la teneur en oxygène est élevée, le taux d'oxydation des lipides devient indépendant de la teneur en oxygène, alors qu'il est directement proportionnel à la teneur en oxygène lorsque celle-ci est faible (**Croguennec, 2016**).

- **Température**

L'effet de la température sur l'oxydation des lipides est également complexe et dépend de la concentration en oxygène dans le milieu. Lorsque l'oxygène n'est pas limité, le taux d'oxydation des lipides augmente avec la température. Cependant, la contribution relative des différents mécanismes d'initiation de l'oxydation varie en fonction de la température (**Croguennec, 2016**).

- **Inhibiteurs de l'oxydation des lipides**

Certaines molécules naturellement présentes dans les aliments, ont un effet antioxydant sur les lipides soit en limitant la propagation des radicaux libres, soit en contrôlant l'activité des catalyseurs d'oxydation. Ainsi, ils retardent ou ralentissent le début de la coloration et / ou du développement de la saveur de rancissement. La consommation des antioxydants augmente dans les lipides hautement insaturés, et l'inverse. Dès que les antioxydants sont entièrement consommés, l'oxydation s'accélère rapidement (**Croguennec, 2016**).

- **Eau et activité de l'eau (aw)**

L'activité de l'eau et l'état physique de l'eau influencent fortement la stabilité oxydative d'un aliment. La stabilité maximale des lipides vis-à-vis de l'oxydation est atteinte dans une plage aw comprise entre 0,2 et 0,4. Le taux relatif d'oxydation lipidique augmente fortement de part et d'autre de cette plage, pour des valeurs aw comprises entre 0,2 et 0 ou 0,4 et 0,7. Le taux d'oxydation des lipides ralentit ou diminue au-dessus d'une aw de 0,7.

L'eau peut augmenter le taux d'oxydation des lipides en augmentant la mobilité des réactifs. Il peut également ralentir l'oxydation en retardant la décomposition des hydroperoxydes et en diluant les catalyseurs d'oxydation (**Croguennec, 2016**) ;

- **Traces de métaux pro-oxydants (fer et cuivre sous forme libre)**

Ils augmentent les cinétiques de formation des radicaux et de décomposition des hydroperoxydes pour des teneurs faibles (centaines de ppb) (**Jude, 2004**).

- **Protéines, peptides, acides aminés**

De manière générale, il est noté un rôle favorable des fonctions amines sur la stabilité oxydative des huiles végétales (**Jude, 2004**).

- **Émulsifiants**

Ils sont placés aux interfaces, ils sont souvent associés à une limitation de la diffusion de l'oxygène entre les phases aqueuses et huileuses des émulsions (**Jude, 2004**).

- **PH**

Le pH est impliqué dans le mécanisme d'oxydation des lipides, principalement en modifiant la solubilité et l'activité des catalyseurs et des inhibiteurs d'oxydation (**Croguennec, 2016**).

## **II.5. Méthodes de mesures de l'oxydation**

Si les mécanismes de l'oxydation sont maintenant bien décryptés et admis par tous, il n'en est pas de même pour les méthodes de mesure de l'oxydation ou du pouvoir antioxydant des principes actifs (**Rolland, 2004**).

Ces méthodes présentent certains inconvénients puisque le taux d'oxydation dépend de la concentration en oxygène dont la solubilité diminue avec l'augmentation de la température. Aussi que malgré les conditions expérimentales proches que possible aux conditions de stockage, ils sont néanmoins inadaptés d'un point de vue pratique (Croguennec, 2016).

#### ◊ Piégeage du radical DPPH en solution micellaire aqueuse

Le principe de ce test se résume en la capacité de l'extrait à réduire le DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl) qui est un radical libre stable de couleur violette foncée, qui se transforme en coloration jaunâtre (après réduction). Cette décoloration est mesurable par spectrophotométrie (Merouane et al., 2015).

Il est largement utilisé dans les solutions pour une estimation simple de la capacité antioxydante de phénols grâce à leur capacité à délivrer des atomes H et/ou des électrons (Bubonja-Sonje et al., 2011).

Le test de DPPH est réalisé comme suivant : une série de concentration d'extrait est préparée dans le méthanol, 50 µl de chacune sont ajoutés à 05 ml d'une solution méthanolique de DPPH (0,004%). Après une période d'incubation de 30 min à 25 °C, l'absorbance est lue à 517nm. L'inhibition du radical libre de DPPH en pourcentage (I %) est calculée de la manière suivante:

$$I \% = [(A \text{ blanc} - A \text{ échantillon}) / A \text{ blanc}] \times 100 \text{ (Merouane et al., 2015)}$$

#### ◊ Mesure de l'oxygène absorbé

Cette méthode mesure le temps en heures nécessaire pour qu'un échantillon de 20 g d'huile ou de graisse atteigne une valeur de peroxyde prédéterminée (100 meq/kg) dans les conditions spécifiques de l'essai. L'échantillon d'huile est placé dans un tube de verre standard et est aéré en continu à 98°C. Des échantillons d'un gramme sont prélevés périodiquement pour la détermination de la valeur en peroxyde. La durée de la période de temps pour atteindre une valeur de peroxyde égale à 100 meq/kg est supposée être un indice de résistance de l'huile au rancissement, bien que les relations exactes entre la valeur de peroxyde, le rancissement et la stabilité oxydative n'aient pas été fermement établies jusqu'à présent (Velasco et et Dobarganes, 2002).

#### ◊ Test de stabilité de Swift ou AOM

Ce test consiste à faire passer un courant d'air purifié dans un échantillon d'huile à 97,8 °C. La mise en évidence de l'oxydation est montrée par la mesure de l'indice de peroxyde de 100 meq d'oxygène actif/kg de matière grasse en fonction du temps (Rolland, 2004 ; Rahmani, 2007).

Ce test consiste à décolorer une solution de rouge de crésol (un indicateur de pH) par un barbotage du flux de gaz, un virage de couleur vers le jaune lors du contact avec les produits volatils acides formés pendant l'oxydation. Le temps (heures) nécessaire à la décoloration de l'indicateur coloré, encore appelé « temps de Swift » mesure la résistance de la matière grasse à l'oxydation (**Rahmani, 2007; Rolland, 2004**).

Cette méthode est utilisée pour analyser les huiles ou les graisses, mais ne convient pas à l'analyse des aliments (**Croguennec, 2016**).

#### ✧ Méthode à l'étuve ou test Shaal

Le test consiste à oxyder la matière grasse dans une étuve éclairée à 60°C. La mise en évidence de l'oxydation est montrée par la mesure de l'indice de peroxyde sur des prélèvements faits toutes les 4, 8, ou 24h. Cette méthode présente l'avantage de se rapprocher des conditions réelles de stockage (cas des flacons transparents d'huiles conservés à la lumière du jour et à température ambiante) (**Rahmani, 2007**).

C'est le test accéléré le plus simple. Normalement, 50 g d'huile sont chauffés dans un verre hermétiquement fermé dans un four qui est maintenu à une température de 63 °C. L'échantillon est ensuite examiné périodiquement jusqu'à l'apparition du rancissement. Alternativement, les valeurs de peroxyde peuvent être mesurées (**Velasco et Dobarganes, 2002**).

#### ✧ Test au Rancimat

C'est une version automatique du test de Swift, le principe du test consiste à vieillir prématurément un échantillon de matières grasses par décomposition thermique à 98°C (jusqu'à 105° C), sous un bullage intensif d'un flux d'air fixé à 20 L/h. Les acides organiques, produits de dégradation de cette oxydation poussée, sont entraînés par un courant d'air et recueillis dans une cellule de mesure remplie d'eau distillée. Le temps d'induction est déterminé par conductimétrie et correspond au TIR (Temps d'Induction au test Rancimat, exprimé en heures) (**Rolland, 2004 ; Rahmani, 2007**).

#### ✧ Indice de stabilité de l'huile (OSI=Oil Stability Index)

Cette méthode est un remplacement automatisé de l'AOM. Rancimat et l'instrument de stabilité à l'huile, fonctionnant tous deux selon le même principe, sont les deux instruments disponibles dans le commerce pour cette analyse. En appliquant cette méthode, un flux d'air purifié est passé à travers un échantillon de 5 g d'huile ou de graisse qui est maintenu à une température et un débit d'air constants. L'air effluent de l'échantillon d'huile est ensuite bouillonné à travers un récipient contenant de l'eau désionisée. La conductivité de l'eau est surveillée en permanence. L'air de l'effluent contient des acides organiques volatils balayés par l'huile oxydante, qui augmentent la conductivité de l'eau au fur et à mesure de l'oxydation. L'OSI

est défini comme le temps, exprimé en heures, nécessaire pour atteindre le changement maximal de conductivité. Bien qu'il puisse fonctionner à de nombreuses températures, la plage de 100 à 140 °C s'est avérée appropriée pour la plupart des huiles (**Velasco et Dobarganes, 2002**).

#### ⚙ **Utilisation de l'appareil Oxypress**

L'échantillon est placé dans une étuve hermétiquement close, sous une pression d'oxygène de 3 à 5 bars, à une température de 105 °C. L'évolution de l'oxydation est suivie en mesurant la diminution de la pression d'oxygène, correspondant à l'incorporation du gaz dans la matière oxydée (formation d'hydroperoxydes). La pression est enregistrée en fonction du temps et le temps de résistance de l'échantillon préservé est déterminée par des antioxydants ou non à l'oxydation (**Rolland, 2004**).

*Chapitre III : Emballage  
alimentaire*

### III.1. Définition d’emballage alimentaire

Selon **La Directive Européenne 94/62 /CE**, l’emballage est défini comme tout objet constitué de matériaux de toute nature, destiné à contenir et à protéger des marchandises données allant des matières premières aux produits finis, à permettre leur manutention et leur acheminement du producteur au consommateur ou à l’utilisateur, et à assurer leur présentation.

Les principaux critères auxquels les emballages pour produits alimentaires doivent répondre sont les suivants :

- conserver les propriétés organoleptiques des produits emballés ;
- présenter une qualité hygiénique adaptée aux exigences de sécurité alimentaire ;
- protéger les aliments des agressions extérieures ;
- s’adapter aux différents modes de conditionnement et de distribution nécessaires aux produits de consommation ;
- résister à des conditions de température extrêmes d’utilisation ;
- répondre aux attentes et aux exigences en termes d’ergonomie, d’usage et d’information des consommateurs (**Hervé, 2002**).

Un emballage est souvent formé de multiples composantes de formes, de fonctions et de matériaux différents afin de répondre à des besoins complémentaires pour un produit déterminé. Plus particulièrement, l’emballage alimentaire (produits sensibles et périssables) ne doit pas présenter un risque pour la santé humaine et doit être compatible avec la nature du produit, sa forme physique, sa protection et sa dégradation causée par différentes causes biologiques ou chimiques (**CTAC, 2010**).

### III.2. Différent type d’emballage

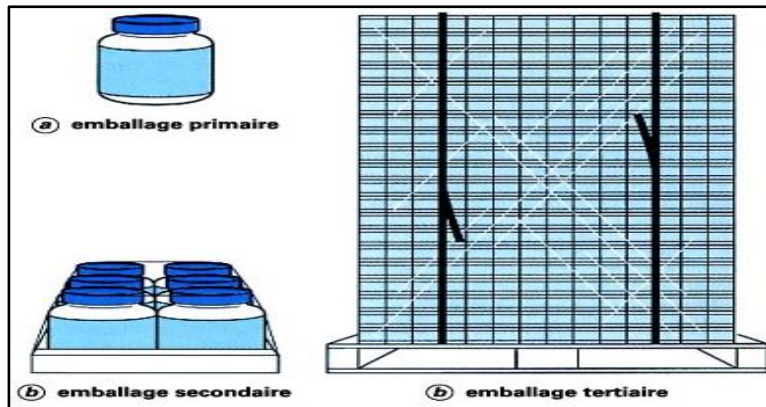
Afin de se constituer une base lexicale technique de qualité, il est essentiel de revenir sur une classification des termes clés de l’industrie de l’emballage alimentaire (**CTAC, 2010**).

#### ◦ **Emballage primaire ou emballage de vente**

C’est-à-dire l’emballage conçu de manière à constituer, au point de vente, un article destiné à l’utilisateur final ou au consommateur (**CNE, 2013**); il est en contact direct avec le produit, il a pour but de contenir et de préserver celui-ci (fig. 2). Cet emballage doit être compatible avec le produit et le protéger de tout contaminant extérieur pouvant causer une éventuelle dégradation non souhaitée. Il est souvent utilisé pour la protection de l’unité ou pour faciliter l’utilisation du produit (**CTAC, 2010**).



Plusieurs emballages primaires peuvent être contenus dans un emballage secondaire qui correspond donc à l'unité de vente. Il a également pour fonction de communiquer au consommateur l'information sur le produit et, par conséquent, de vendre le produit (CTAC, 2010).



**Figure 2** : Exemples d'emballages (Hervé, 2002).

#### ◦ **Emballage de groupage ou emballage secondaire (emballage d'expédition)**

C'est l'emballage conçu de manière à constituer, au point de vente, un groupe d'un certain nombre d'articles, qu'il soit vendu à l'utilisateur final ou au consommateur, ou qu'il serve seulement à garnir les présentoirs aux points de vente (fig. 2). Il peut être séparé des marchandises qu'il contient ou protège sans en modifier les caractéristiques (CNE, 2013). Il regroupe plusieurs emballages secondaires pour la manutention et la protection des contenants durant le transport (CTAC, 2010).

**Exemple** : pack en carton de boîtes de boisson, lot sous film en plastique de deux flacons (Hervé, 2002).

#### ◦ **Emballage de transport ou emballage tertiaire**

C'est l'emballage conçu de manière à faciliter la manutention et le transport d'un certain nombre d'articles ou d'emballages groupés en vue d'éviter leur manipulation physique et les dommages liés au transport (fig. 2) (CNE, 2013). Il est souvent fait par des palettes réutilisables en bois ou en plastique (CTAC, 2010).

L'emballage de transport ne comprend pas les conteneurs de transport routier, ferroviaire, fluvial, maritime ou aérien (CNE, 2013).

**Exemple** : plateau en carton pour fruits et légumes, casier en plastique pour bouteilles, métallique pour produits chimiques.

L'ensemble des matériaux d'emballage d'un emballage de transport permettant de regrouper des unités de distribution afin de constituer une charge de manutention et de transport, se nomme le **suremballage (Hervé, 2002)**.

### III.3. Fonctions de l'emballage alimentaire

Les fonctions d'emballage doivent répondre aux exigences de tous les participants à la chaîne de distribution des produits de l'usine au consommateur comme celles qui suivent **(Lechevalier, 2016)** :

- ✗ **Préserver/protéger** : Assurer la conservation du produit et protéger le produit contenu face à l'environnement extérieur, etc;
- ✗ **Informé** : Renseigner sur les informations légales et obligatoires et diffuser des informations liées aux caractéristiques propres au produit, afin d'éviter les mauvais usages ;
- ✗ **Regrouper** : Rassembler les produits en unités manipulables afin d'assumer les modes de consommation divers et assurer la préhension, faciliter la mise en rayon, etc ;
- ✗ **Transporter/Stocké** : Assurer la livraison du lieu de production au lieu de vente sans dommages et les possibilités de rangement chez le consommateur, etc ;
- ✗ **Faciliter l'usage** : Faciliter l'ouverture pour certains groupes de consommateurs et doser au juste besoin, etc ;
- ✗ **Industrialiser l'opération de conditionnement du produit** : Garantir la sécurité des employés responsables du conditionnement, etc ;
- ✗ **Etre visible et véhiculer les valeurs de la marque de l'entreprise** : Faciliter l'acte d'achat et Garantir l'acceptabilité pour le consommateur **(CNE, 2010)**.

### III.4. Rôle technique de l'emballage alimentaire

Les emballages ont pour rôle de contenir le produit, de le préserver de toute contamination, de permettre son transport, sa distribution, son stockage, son étalage, son utilisation et enfin sa disposition finale **(CTAC, 2010)**.

Il est cependant rare de trouver un seul emballage qui répond à tous ces rôles, d'où la nécessité d'un ensemble de matériaux qui forment un système d'emballage parfaitement adapté au produit. L'emballage est donc un système de formes interdépendantes qui nécessite une approche globale afin de composer un système efficace **(CTAC, 2010)**.

L'approche système intègre plusieurs facteurs pour le design de l'emballage : le design du produit, sa fabrication, son entreposage, sa distribution, la vente au détail et la consommation en tenant compte de l'image de marque et de l'environnement législatif.

Les matériaux d'emballage les plus fréquemment utilisés dans l'industrie alimentaire sont : les plastiques (flexibles ou rigides), les papiers, les cartons, le verre et les métaux. Les utilisateurs finaux sont les institutions, les grossistes, les détaillants et les consommateurs (CTAC, 2010).

### III.5. Interactions emballage et alimentaire

Trois types d'interactions sont possibles entre l'emballage et l'aliment : la perméation, l'adsorption et la migration.

#### ✕ Perméation

C'est une caractéristique déterminante de l'emballage et détermine le transfert de masse à travers le matériau d'emballage. Elle correspond à la pénétration en profondeur dans la matrice polymérique d'un ou plusieurs constituants de l'aliment pouvant aller jusqu'à le transpercer. Ces transferts bidirectionnels (de l'atmosphère externe à l'atmosphère interne et inversement) peuvent y avoir soit perte d'arôme de la part de l'aliment, soit contamination de l'aliment par des substances provenant de l'environnement (gaz, odeurs) ou de la paroi externe de l'emballage (comme les encres situées à la surface de l'emballage) ce qui peut avoir des effets négatifs tant sur le plan toxicologique qu'organoleptique (Pradeau, 2004; Severin et al., 2010 ; Lechevalier, 2016).

#### ✕ Sorption

Sorption pour lesquels des constituants de l'aliment peuvent être absorbés par l'emballage, ce qui d'une part nuit à la qualité de l'aliment et qui d'autre part peut conduire à la détérioration de l'emballage (Severin et al., 2010 ).

#### ✕ Migration

Il s'agit de transfert vers l'aliment de constituants du matériau d'emballage (additifs, monomères, composés néoformés,...). Ce phénomène de migration dépend de la composition de l'emballage (nature, volatilité, concentration des molécules) mais également de celle de l'aliment, puisque la migration est fonction des affinités entre le migrant et le produit emballé, elle est généralement plus importante dans un milieu gras que dans un milieu aqueux (INRA, 1998 ; Severin et al., 2010 ).

### III.6. Matériaux d'emballage

Les emballages peuvent être souples ou rigides, sachant que la forme souple remplace rapidement la forme rigide, plus classique, compte tenu des avantages qu'elle procure en termes de coûts et d'adaptabilité. Les emballages souples comprennent des matériaux tels que le film, la feuille d'aluminium ou la feuille de papier. Les emballages rigides sont à base de verre, de métal rigide ou de bois, entre autres (FAO, 2014).

#### III.6.1. Plastique


Le plastique, dérivé du pétrole ou du gaz naturel, est un terme générique qui désigne un ensemble de composés chimiques que nommés polymère. Ce dernier se retrouve sous forme granulée, fluide ou en poudre, et est souvent identifiés par le mot résine. Les six principales résines comptent pour environ 97 % de la production totale d'emballages de produits domestiques. Il s'agit du polyéthylène basse densité (PEBD), le polyéthylène haute densité (PEHD), le polypropylène (PP), le polychlorure de vinyle (PVC), le polyéthylène téréphtalate (PÉT) et le polystyrène (PS) (Recyc-Québec, 2006).

##### III.6.1.1. Nomenclature et champ d'application des plastiques

Du point de vue de l'emballage, les plastiques se caractérisent par leurs qualités intrinsèques qui permettent, selon les procédés de fabrication utilisés, de leur conférer des propriétés de résistance à la traction, d'élasticité, de transparence, de thermoformabilité, de thermorétractabilité, de souplesse ou de rigidité et d'inertie chimique élevée (Deschênes, 1991).

Le tableau ci-dessous résume les différents plastiques et leurs utilisations les plus fréquentes dans l'industrie alimentaire (CTAC, 2010).

**Tableau 3 : Nomenclature et champ d'application des plastiques (CTAC, 2010)**

Nomenclature et champ d'application des plastiques	
 PETE /PET	<p><b>Polyéthylène téréphtalate (PETE) :</b> Souvent utilisé pour les bouteilles de boisson gazeuse, d'huile de cuisine, etc. En film, il est surtout utilisé pour ses propriétés de scellage à n'importe quel autre matériau d'emballage, et comme film moulant. C'est actuellement le plastique le plus recyclé. Pour les micro-ondes et les fours, l'industrie utilise le PET qui résiste à des températures plus élevées.</p>



HDPE

**Polyéthylène haute densité** : Souvent utilisé pour les bouteilles de détergent, jus de fruits, contenants pour congélation, chaudières, barils et bouchons. Il représente 50 % du marché des bouteilles en plastique. En film, il est souvent utilisé pour des doublures pour baril et boîtes en industrie alimentaire. Coût bas et bonne barrière à l'oxygène.



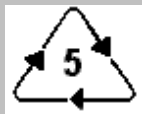
PVC

**Polychlorure de vinyle (PVC)** : C'est le 2ème plastique le plus utilisé dans le monde (20 % de l'ensemble des plastiques) après les polyéthylènes (32 %). Utilisé pour des bouteilles et pots de miel, confiture et mayonnaise avec une excellente transparence. En film, il est utilisé aussi pour les manchons thermo-rétractables et sceaux de sécurité.



LDPE

**Polyéthylène basse densité** : Généralement utilisé pour certains sacs ou emballages plastiques (bouteilles comprimables, bouchons ou capsules). En film, il est utilisé pour stabiliser les caisses ou palettes (étirable, ou thermo-rétractable). Coût bas et barrière moyenne à l'oxygène.



PP

**Polypropylène (PP)**: Utilisé pour certaines tasses pour enfants, gourdes souples réutilisables pour sportifs, récipients alimentaires réutilisables, pots de yogourt, de lait et de margarine. Il est surtout le plus utilisé pour le remplissage à chaud et les couvercles. Coût bas et barrière à l'humidité.



PS

**Polystyrène (PS)** : Utilisé principalement pour les gobelets et contenants thermoformés ou par injection. En alimentaire, surtout présent dans les barquettes et contenants en styromousse pour les produits frais et emballage de protection. Le PS expansé est surtout utilisé comme support pour rouleau d'étiquettes. Ne jamais chauffer les aliments dans des récipients en polystyrène (peut représenter des risques pour la santé).



OTHER

◆ **Autres plastiques** : comme le Polycarbonate : Utilisé pour les biberons et certaines tasses pour bébé en polycarbonate translucide et rigide, tout comme les bonbonnes d'eau de 20 litres et certaines de 3,5 litres.

### III.6.1.2. Matière de plastique utilisée dans l'industrie alimentaire

#### a) Polystyrène

Le **polystyrène (PS)** est produit par polymérisation du styrène. Le PS est un matériau transparent, dur, fragile et à faible résistance et peut être thermoformé dans des récipients

jetables ou des plateaux transparents (**Min et Ahn, 2014**). Il résiste aux acides faibles, il résiste aux alcalis faibles et forts, il est soluble dans les hydrocarbures aromatiques et les hydrocarbures chlorés. Sa perméabilité à la vapeur d'eau est six fois supérieure à celle du polyéthylène et il convient donc pour l'emballage de denrées qui doivent respirer, puisqu'il permet le passage de la vapeur d'eau et de l'oxygène, tout en s'opposant à celui des huiles essentielles (**Genin, 1963**).

Il peut être moussé pour former du polystyrène expansé (EPS) (mousse de polystyrène), qui est thermoformé en plateaux pour les viandes fraîches (**Min et Ahn, 2014**).

### **b) Polypropylène**

Le PP est un polymère d'addition de propylène formé sous chaleur et pression. Le PP a la densité la plus faible et le point de fusion le plus élevé de tous les thermoplastiques à usage intensif. Ce plastique polyvalent peut être traité de plusieurs façons et a de nombreuses applications d'emballage alimentaire sous forme de film flexible et de forme rigide (**Kirwan et al., 2011**).

Le polypropylène présente de nombreux avantages :

- ✗ Il est flexible, autoclavable, translucide, rigide, semi-cristallin, dur ;
- ✗ Il a une meilleure résistance aux chocs ;
- ✗ il a un point de fusion plus élevé (160°C) : le rend approprié pour les applications nécessitant une résistance thermique par exemple dans le remplissage à chaud et l'emballage à micro-ondes ;
- ✗ Il convient pour une utilisation dans le stockage congelé ;
- ✗ Il est chimiquement inerte et résistant aux produits chimiques les plus courants, organiques et inorganiques ;
- ✗ C'est une barrière à la vapeur d'eau et a une résistance à l'huile et aux graisses (**Kirwan et al., 2011; Subramanian, 2011**).

Cependant, il est fragile, sensible aux UV et à l'oxydation (**Subramanian, 2011; Lechevalier, 2016**).

### **c) Polyéthylène basse densité**

Le PEBD est un bon agent d'étanchéité à température relativement basse. Il est légèrement transparent et est très résistant aux solvants acides, alcalins et inorganiques, mais est sensible à l'huile, à la graisse et aux solvants organiques. De plus, le PEBD offre de bonnes propriétés de barrière contre la vapeur d'eau, mais est médiocre contre l'oxygène et les autres gaz, ce qui le rend approprié pour les fruits et légumes frais (**Min et Ahn, 2014**).

#### d) Polyéthylène haute densité

Le PEHD présente une résistance à la chaleur, une résistance à la traction, une rigidité et une bonne résistance à l'huile et à la graisse. De plus, il offre des propriétés de barrière améliorées contre la vapeur d'eau, ainsi que l'oxygène et d'autres gaz. Cependant, le PEHD a moins de translucidité, une résistance aux chocs et à la déchirure plus faible et une scellabilité considérablement pire que le PEBD (**Min et Ahn, 2014 ; Shin et al., 2014**).

#### e) Polyéthylène téréphtate PET

Polyéthylène téréphtalate est formé de l'acide téréphtalique réagit avec l'éthylène glycol, le PET est un membre de la famille générale des polyesters. Les propriétés du PET sont attrayantes en tant que matériau d'emballage alimentaire, il constitue une bonne barrière aux gaz (oxygène et dioxyde de carbone) et à l'humidité. Il a une grande stabilité sur une large plage de températures (-60 à 220 C), une bonne résistance, aux huiles minérales, aux solvants et aux acides, mais pas aux bases (**Shin et al., 2014**).

Le PET présente une résistance mécanique très élevée, une bonne résistance chimique, un poids léger, une excellente clarté car sa transparence semblable au verre. Par conséquent, PETE devient le matériau d'emballage de choix pour de nombreux produits alimentaires, en particulier les boissons et les eaux minérales (**Marsh et Bugusu, 2007; Min et Ahn, 2014 ; Shin et al., 2014**).

Le PET est applicable aux emballages sous vide, aux sachets stérilisables et aux applications de cuisson dans des sacs pour produits carnés, en raison de sa résistance et de sa stabilité à la chaleur (**Min et Ahn, 2014**).

#### f) Polychlorure de vinyl

Le poly (chlorure de vinyle) (PVC) est un polymère d'addition de chlorure de vinyle. Il est lourd, rigide, ductile et un matériau transparent, amorphe et moyennement résistant. Il présente une excellente résistance à la graisse et à l'huile.

Le PVC peut être transformé en matériaux ayant une grande flexibilité avec l'addition de plastifiants tels que les phtalates, les adipates, les citrates et les phosphates. Ses utilisations alimentaires incluent les bouteilles et les films d'emballage parce qu'ils sont facilement thermoformés et ses feuilles sont largement utilisées pour les blisters tels que ceux des produits carnés (**Marsh et Bugusu, 2007**).

## III.6.2. Verre

### III.6.2.1. Définitions

Le verre est défini comme “un produit inorganique amorphe de fusion qui a été refroidie à un état rigide sans cristallisation. Le verre est principalement composé de silice, dérivée du sable ou du grès. Pour la plupart des verres, la silice est combinée avec d'autres matières premières dans diverses proportions. Il généralement utilisé pour l'emballage alimentaire, contient de la silice (68-73%), du calcaire (10-13%), du carbonate de soude (12-15%) et de l'alumine (1,5-2%) (Bourhis, 2014).

### III.6.2.2. Caractéristiques du verre

Le verre présente plusieurs avantages pour les applications d'emballage alimentaire:

- Le verre est rigide ;
- L'imperméabilité : le verre est imperméable aux gaz et aux vapeurs, de sorte qu'il maintient la fraîcheur du produit pendant une longue période sans altérer le goût ou la saveur ;
- Traitement thermique : le verre est thermiquement stable, ce qui le rend adapté au remplissage à chaud et à la stérilisation à la chaleur et à la pasteurisation des produits alimentaires en récipient ;
- Potentiel de conception : il offre une bonne isolation et peut être produit sous de nombreuses formes différentes ;
- La transparence du verre permet aux consommateurs de voir le produit, mais les variations de couleur du verre peuvent protéger le contenu sensible à la lumière ;
- Les emballages en verre profitent à l'environnement car ils sont réutilisables et recyclables ;
- Intégrité chimique : le verre résiste et est chimiquement inerte à tous les produits alimentaires, liquides et solides, et il est inodore ;
- L'hygiène : les surfaces en verre sont facilement mouillées et séchées pendant le lavage et le nettoyage avant remplissage ;
- Protection UV : le verre ambré offre une protection UV au produit et, dans certains cas, le verre vert peut offrir une protection UV partielle (Marsh et Bugusu, 2007 ; Grayhurst et Girling, 2011).



Comme tout matériau, le verre présente certains inconvénients. Malgré les efforts pour utiliser du verre plus fin, son poids élevé augmente les coûts de transport. Une autre préoccupation est sa fragilité et sa sensibilité à la rupture due à la pression interne, aux chocs ou aux chocs thermiques (Marsh et Bugusu, 2007).

### III.6.2.3. Utilisations du verre

Le verre est utilisé pour une très large gamme d'applications. Parmi ses applications les emballages en verre qui comprend :

- **Les bouteilles en verre** : sont largement utilisées pour les liqueurs, les boissons gazeuses, de certaines huiles et l'eau minérale. Dans ces catégories d'aliments et de boissons, les produits vont des poudres sèches et granulés aux liquides, dont certains sont gazéifiés et emballés sous pression, et produits stérilisés à la chaleur (Grayhurst et Girling, 2011),
- **Les flacons** : de forme allongée, mais de plus petit format que les bouteilles, ils sont peu fréquents en alimentaire;
- **Les bocaux et pots** : de forme moins longiligne et de diamètre plus important que les bouteilles, ils ont une contenance supérieure à celle des pots. Les bocaux peuvent être destinés à la fabrication de produits stérilisés tels que des pâtés, des légumes et des fruits ou pasteurisés comme des confitures, des sauces acides, des cornichons, etc. Quant aux pots, sont rencontrés pour le conditionnement de yaourts, de desserts lactés, etc. (Boutonnier, 2012).

# ***PARTIE EXPERIMENTALE***

*Chapitre IV : Matériel et  
Méthodes*

## IV.1. Préparation de l'échantillon

L'ensemble du travail de cette étude a été réalisé dans le Laboratoire de Contrôle de Qualité, de La Faculté Des Sciences de la Nature et de la Vie de l'Université de Jijel.

Notre étude a pour but de suivre l'évolution de certains paramètres physicochimiques et la stabilité oxydative de l'huile d'olive conservée dans deux types d'emballage : verre et plastique (PET) et additionnée de quelques extraits naturels et entreposée pendant 24 mois, à température ambiante et à l'obscurité.

L'étude a porté sur une huile d'olive vierge de la campagne oléicole 2018/2019 de la région Taher (Wilaya de Jijel). Cette huile a été obtenue par un système continu et collectée dans une huilerie située dans la même région.

Après extraction, un même échantillon de l'huile d'olive a été mis dans des récipients comme suit :

- Récipient en verre de 250 ml de contenance rempli à plein (témoin positif) (EchT) ;
- Récipient en verre de 250 ml de contenance rempli à 50% (EchV)
- Récipient en plastique (PET) 330 ml rempli à 50% (témoin négatif) (EchP).

D'autres échantillons ont été mis dans des récipients en verre rempli à 50% et préparés par ajout de quelques extraits naturels à 200 ppm qui sont :

- Huiles essentielles de deux plantes aromatiques de la région de Bejaia « **L'Origan** et **le Thyme** » (*Origanum glandulosum*(OG) (EchOG) et *Thymus numidicus* (TYTO) (EchTYTO));
- Extraits phénoliques d'un Lichen collecté dans la région de Jijel (*Evernia prunastri*) (fraction d'acétate d'éthyle (ET) (EchET) et fraction chloroformique (CL) (EchCL)) ;
- Acide gallique (EchAG).

## IV.2. Analyses physico-chimique de l'huile d'olive

### IV.2.1. Analyses physiques

#### IV.2.1.1. Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles

##### ✖ Principe

Il consiste à provoquer le départ d'eau par chauffage d'une quantité connue d'huile jusqu'à élimination complète de l'eau.

##### ✖ Matériel

- ♦ Balance analytique
- ♦ Dessiccateur

- ♦ Béchers
- ♦ Plaque chauffante
- ✗ Mode opératoire

Chauffage d'une prise d'essai à  $103 \pm 2^\circ\text{C}$  jusqu'à l'élimination complète de l'eau et des matières volatiles et détermination de la perte de masse (COI, 2011).

- ✗ Expression des résultats

$$\text{H}\% = \frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0} \times 100$$

Avec :

$M_0$  : Masse (g) du bécher vide ;

$M_1$  : Masse (g) du bécher avec la prise d'essai avant le chauffage ;

$M_2$  : Masse (g) du bécher avec la prise d'essai après le chauffage.

#### IV.2.1.2. Détermination du pH

- ✗ Principe

Le pH donne une indication sur l'acidité ou l'alcalinité du milieu, il est déterminé à partir de la quantité d'ions d'hydrogènes libres contenue dans l'huile d'olive (Audigie et al., 1984).

- ✗ Mode opératoire

La mesure du pH consiste à plonger l'électrode du pH mètre dans l'échantillon, le pH mètre est étalonné avec des solutions tampon pH= 4.00 et pH= 7.02 (Campaniello et al., 2005).

#### IV.2.2. Analyses chimiques

##### IV.2.2.1. Détermination de l'acidité libre (A)

- ✗ Principe

Mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange de solvants, puis titrage des acides gras libres présents à l'aide d'une solution de soude (NaOH 0,1 N) ou d'hydroxyde de potassium (KOH).

- ✗ Matériels et réactifs utilisés

- ♦ Balance
- ♦ Erlenmeyer
- ♦ Pipettes
- ♦ Burette
- ♦ Eau distillée

- ♦ Solution d'éthanol
- ♦ Solution d'Hydroxyde de potassium 0,1 N
- ♦ Solution d'Phénolphtaléine à 1%

× Mode opératoire

L'acidité libre, exprimée en pourcentage d'acide oléique, a été déterminée sur une prise d'essai de 1g d'huile d'olive dissoute dans 50 ml d'éthanol. Le mélange a été titré par une solution d'hydroxyde de potassium 0,1 N en présence de phénolphtaléine (**Boulfane et al., 2015**).

× Expression des résultats

L'acidité est déterminée comme suit :

$$\text{Acidité (A\%)} = \frac{V \times N \times 56,11}{10 \times m}$$

Avec :

**56,11**: Masse molaire, exprimée en grammes par mole de (KOH) ;

**N** : Normalité de la solution d'hydroxyde de potassium (0.1 N) ;

**V** : Volume de la solution d'hydroxyde de potassium utilisé pour titrer l'échantillon ;

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

#### IV.2.2.2. Détermination de l'indice de peroxyde

× Principe

La détermination de la teneur en peroxydes dans les huiles permet d'évaluer le niveau d'oxydation primaire produite au cours du stockage et/ou l'élaboration de l'huile (**Tanouti et al., 2010**).

× Matériel et réactifs

- ♦ Balance
- ♦ Erlenmeyer
- ♦ Pipettes
- ♦ Burette
- ♦ Eau distillée
- ♦ Acide acétique / chloroforme (3V/2V)
- ♦ Empois d'amidon
- ♦ Solution d'iodure de potassium saturée
- ♦ Solution de thiosulfate de sodium à 0,01N

✦ Mode opératoire

1g d'huile d'olive est dissout dans 12,2 ml du mélange acide acétique / chloroforme (3V/2V). 15 ml d'une solution d'iodure de potassium saturée sont additionnés au mélange. Ce dernier est placé à l'obscurité pendant 5 min. Ensuite 60 ml d'eau distillée et 1 ml d'une solution d'empois d'amidon sont ajoutés (une couleur violette apparaît), puis agiter énergiquement pendant environ une minute. Le mélange obtenu a été titré par une solution de thiosulfate de sodium à 0,01N (**Boulfane et al., 2015**).

✦ Expression des résultats

Le résultat est exprimé en milliéquivalent d'oxygène actif par 1000g d'échantillon :

$$\text{Indice de peroxyde (IP)} = \frac{(V1 - V0) \times N}{M} \times 1000$$

Avec

**V0** : Volume de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc en ml ;

**V1** : Volume de thiosulfate de sodium utilisé pour la détermination en ml ;

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

**M** : Masse de la prise d'essai en g.

#### IV.2.2.3. Analyse spectrophotométrie dans l'Ultra-Violet

✦ Principe

Cette méthode consiste à déterminer les absorbances à 232 nm et à 270 nm qui correspondent au maximum d'absorbance des hydro peroxydes et des produits secondaires d'oxydation.

✦ Matériel et Réactifs

- ♦ Balance
- ♦ Micropipette
- ♦ Pipettes
- ♦ Spectrophotomètre
- ♦ Eau distillée
- ♦ Ether de pétrole

✦ Mode opératoire

0,05 g de l'échantillon est dissout dans 5 ml de l'éther de pétrole. Après homogénéisation, on mesure les extinctions aux longueurs d'onde 232 nm et 270 nm (**Boulfane et al., 2015**).

✖ Expression des résultats

Les valeurs d'extinctions spécifiques à 232 nm et 270 nm sont calculées selon la formule suivante :

$$K = A_k / C \times S$$

$A_k$  : Absorbance à la longueur d'onde  $k$ ,

$C$  : Concentration de la solution en g/100 ml,

$S$  : Chemin optique (1 cm).

### IV.3. Détermination de la teneur en polyphénols des huiles d'olive

#### IV.3.1. Extraction des polyphénols totaux de l'huile d'olive

✖ Principe

Il s'agit d'une extraction liquide/ liquide qui consiste à dissoudre l'huile dans un solvant organique et mélangé avec un solvant polaire pour la récupération des composés phénoliques.

✖ Matériel et Réactifs

- ♦ Balance
- ♦ Centrifugeuse
- ♦ Pipettes
- ♦ Tubes à essais
- ♦ Hexane
- ♦ Méthanol / eau (60: 40, V/ V)

✖ Mode opératoire

2,5 g de l'huile d'olive ont été dissous dans 5 ml de l'hexane, puis additionnés de 5 ml d'un mélange méthanol / eau (60: 40, V/ V). Le mélange résultant a été secoué vigoureusement au moyen d'un agitateur mécanique (vortex), puis centrifugé à 3500 tr/min pendant 10 min (la phase méthanolique correspond à la phase inférieure et l'hexane correspond à la phase supérieure). La fraction méthanolique polaire est récupérée et qui va servir pour le dosage des polyphénols totaux (**Kalantzakis et al., 2006**).

#### IV.3.2. Dosage des composés phénoliques

✖ Principe

Les polyphénols totaux sont dosés par le suivi de leur capacité à réduire les acides phosphotungstiques et phosphomolybdiques, contenus dans le réactif de Folin-Ciocalteu en oxydes de tungstène et molybdène (W8O23 et Mo8O23). Ces derniers présentent une coloration



bleutée mesurée à 760 nm proportionnelle à la quantité des polyphénols présents dans les échantillons (**Singleton et al., 1999**).

✖ Matériel Réactifs

- ♦ Pipettes ;
- ♦ Tubes à essais ;
- ♦ Spectrophotomètre ;
- ♦ L'eau distillée ;
- ♦ Folin-Ciocalteu ;
- ♦ Carbonate de sodium à 35%.

✖ Mode opératoire

La teneur en composés phénoliques totaux des échantillons de l'huile d'olive est estimée par la méthode décrite par **Turkmen et al. (2006)**. 1 ml de l'échantillon dilué 10-75 fois (de notre cas dilué 20 fois) avec de l'eau distillée a été mélangé à 1 ml de Réactif Folin-Ciocalteu dilué 3 fois. Deux millilitres de la solution de carbonate de sodium à 35% est ajoutés au mélange, bien agiter et diluer à 6 ml en ajoutant 2 ml d'eau distillée. Laisser le mélange reposé pendant 30 min, la couleur bleue formée est mesurée à 700 nm en utilisant un spectrophotomètre. Une courbe d'étalonnage de l'acide gallique (allant de 0,005 à 0,05 mg / ml) a été préparée (Annexes) (**Turkmen et al., 2006**).

✖ Expression des résultats

Les résultats ont été déterminés à partir de l'équation de régression de la courbe d'étalonnage, et qui sont exprimés en mg équivalent d'acide gallique (EAG) par 100 gramme de l'huile d'olive (**Turkmen et al., 2006**).

#### IV.4. Détermination des pro-anthocyanidines

✖ Matériel et Réactifs

- ♦ Pipettes
- ♦ Tubes à essais
- ♦ Vortex
- ♦ Bain-marie
- ♦ Spectrophotomètre
- ♦ butanol-HCl (butanol: HCl, 95: 5; V / V)
- ♦ Ferrique à 2% (2% de sulfate d'ammonium ferrique dans 2M HCl)

✧ Mode opératoire

La méthode suivie est celle décrite par **Maksimovic et al. (2005)**. Des aliquotes de 0,5 ml des échantillons préparés ont été transférés dans des éprouvettes. Après addition de 3,0 ml de réactif butanol-HCl (butanol: HCl, 95: 5; V / V) et 0,1 ml de réactif ferrique à 2% (2% de sulfate d'ammonium ferrique dans 2M HCl), les tubes à essai ont été mélangés à l'aide d'un vortex et mis au bain-marie bouillant pendant 60 min. Après refroidissement, les absorbances sont mesurées à 550 nm en utilisant un blanc contenant 0,5 ml de solvant au lieu de l'échantillon.

✧ Expression des résultats

Les concentrations en pro-anthocyanidines sont exprimées en mg/100 g de l'huile d'olive en appliquant la formule suivante (**Hatipoglu et al., 2013**) :

$$\text{Quantité de Pro-anthocyanidine} = \frac{(A_{550nm})E - (A_{550nm})B}{\epsilon \times L} \times (MW) \times (DF) \times 1000$$

Avec :

(A550) E = absorbance de l'échantillon à 550 nm ;

(A550) B = absorbance du blanc 550 nm ;

$\epsilon$  = Coefficient d'extinction molaire de cyanidine (17,360 M<sup>-1</sup> cm<sup>-1</sup>) ;

L = Trajet de la cuve (1 cm)

MW = Poids moléculaire de cyanidine (287 g mol<sup>-1</sup>) ;

DF = Facteur de dilution (g l<sup>-1</sup>) ;

1000 = Facteur de conversion du gramme en milligramme.

## IV.5. Analyse de la composition de l'huile d'olive en acides gras par CPG-SM

### IV.5.1. Préparation des esters méthyliques pour l'huile d'olive

✧ **Principe**

La Chromatographie en Phase Gazeuse couplée à la Spectrométrie de Masse (CPG/SM) a été utilisée pour déterminer la composition en acide gras.

✧ Matériel et Réactifs

- ♦ Balance
- ♦ Bain marie (45°C)
- ♦ Centrifugeuse
- ♦ Pipettes et Tubes à essais
- ♦ Eau distillée

- ♦ Heptane
- ♦ HCl à 2 mol/l
- ♦ NaOH à 2 mol/l

✖ Mode opératoire

20 mg d'un échantillon de l'huile d'olive a été placée dans un tube avec un bouchon à vis pins, additionner de 0,5 ml d'heptane. Après agitation, un volume correspond à 0,2 ml de NaOH à 2 mol/l dans du méthanol a été ajouté au contenu du tube, porter au bain marie, agiter puis additionner 0,2 ml de HCl à 2 mol/l. Après une nouvelle agitation, ce mélange a été transvasé dans un petit tube en verre et laissé dans un endroit pour décanter. Un volume de 100 µl de la phase supérieure a été relevé, placé dans un tube en verre et évaporé en milieu ventilé. Le contenu du tube a été repris dans 50 µl d'heptane (Karleskind, 1992). Après extraction à l'heptane, les esters méthyliques ont été ensuite analysés par CPG sur des colonnes polaires pour obtenir le profil en acide gras (AG).

#### IV.5.2. Détermination du profil en acide gras par CPG/SM

Les analyses CPG/SM de trois échantillons d'huile d'olive (EchT, EchV et EchP) ont été réalisées à l'aide d'un Chromatogramme associé à un Spectrophotomètre de Masse (Appareil: GC/MS Shimadzo QP 2010). La température de l'injecteur est de 250°C, la température de four a été programmée de 100°C (2 min) à 165°C, avec une augmentation 1°C/5min, suivi d'une stabilisation à cette même température pendant 15min, puis une augmentation de 5°C/min jusqu'à une température de 210°C (le temps nécessaire pour le chromatogramme est d'environ (44 min). L'Hélium est le gaz de combustion avec un flux de 1,4 ml/min. L'injection de 1 µl de l'échantillon est opérée à travers un injecteur diviseur. Les spectres de la masse ont été enregistrés à 70 eV d'énergie électronique. Les composés sont identifiés en outre, par comparaison des temps de rétentions relatifs du CPG et les spectres de masse avec ceux des substances authentiques analysées sous les mêmes conditions. Le pourcentage de chaque composé au sein de l'échantillon est déterminé à partir des aires des pics.

#### V.6. Evaluation de l'activité antioxydante des huiles d'olives et des extraits méthanoliques

##### IV.6.1. Activité antioxydant totale (TAC)

✖ Principe

La capacité antioxydant totale (TAC) des extraits est évaluée par la méthode de phospho-molybdène. Cette technique est basée sur la réduction de molybdène Mo (VI) présent

sous la forme d'ions molybdate  $\text{MoO}_4^{2-}$  à molybdène Mo (V)  $\text{MoO}_3$  en présence de l'extrait pour former un complexe vert de phosphate/ Mo(V) à pH acide (Prieto et al., 1999).

✖ Matériel et Réactifs

- ♦ Pipettes
- ♦ Tubes à essais
- ♦ Vortex
- ♦ Bain-marie
- ♦ Spectrophotomètre
- ♦ Méthanol
- ♦ Réactif (0.6 M acide sulfurique, 28 mM phosphate de sodium et 4 mM molybdate d'ammonium)

✖ Mode opératoire

Un volume de 0.5 ml de chaque échantillon (l'huile est diluée dans du méthanol : 0,1 ml huile + 0,4 ml méthanol) est mélangé avec 5 ml de solution du réactif (0.6 M acide sulfurique, 28 mM phosphate de sodium et 4 mM molybdate d'ammonium). Les tubes sont vissés et incubés à 95°C pendant 90 min. Après refroidissement, l'absorbance des solutions est mesurée à 695 nm contre un blanc qui contient 5 ml de la solution du réactif et 0.5 ml du méthanol et qui est incubé dans les mêmes conditions que l'échantillon.

✖ Expression des résultats

La capacité antioxydant totale est exprimée en milligramme équivalent d'acide ascorbique par cent gramme d'huile d'olive (mg EAA/100g) (courbe étalonnage, Annexe).

#### **IV.6.2. Pouvoir réducteur du fer des huiles d'olives et des extraits méthanoliques (FRAP : Ferric Reducing Antioxydant Power)**

✖ Principe

Ce pouvoir mesure la capacité d'un antioxydant à réduire le fer ferrique  $\text{Fe}^{3+}$  ( $\text{FeCl}_3$ ) en fer ferreux  $\text{Fe}^{2+}$  ( $\text{FeCl}_2$ ) en présence d'un agent chromogène ferricyanure de potassium  $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ . Ceci se traduit par le virage de la couleur de ferricyanure de potassium vers une couleur bleu verte dont l'intensité dépend du pouvoir réducteur de l'antioxydant (Chou et al. 2003).

✖ Matériel et Réactifs

- ♦ Pipettes
- ♦ Tubes à essais
- ♦ Centrifugeuse

- ♦ Bain-marie
- ♦ Spectrophotomètre
- ♦ Eau distillée
- ♦ Solution tampon phosphate (0.2 M, pH 6.6)
- ♦ Ferricyanure de potassium [K<sub>3</sub>Fe(CN)<sub>6</sub>] (1%)
- ♦ Acide trichloracétique (10%)
- ♦ FeCl<sub>3</sub>, 6 H<sub>2</sub>O (0.1%).

✱ Mode opératoire

La méthode appliquée est celle préconisée par **Gülçin et al. (2002)**. 1 ml d'extrait méthanolique est mélangées avec 2.5 ml de la solution tampon phosphate (0.2 M, pH 6.6) et 2.5 ml de ferricyanure de potassium [K<sub>3</sub>Fe(CN)<sub>6</sub>] (1%). Les mélanges sont incubés à 50°C pendant 20 min puis additionnés de 2.5 ml de l'acide trichloracétique (10%). Le tout est centrifugé à 3000 tr/10min. Enfin, 2.5 ml du surnageant de chaque extrait est mélangé avec 2.5 ml de l'eau distillée et 0.5 ml de FeCl<sub>3</sub>, 6 H<sub>2</sub>O (0.1%). L'absorbance est mesurée à 700 nm. L'augmentation de l'absorbance dans le milieu réactionnel indique l'augmentation de la réduction de fer.

✱ Expression des résultats

La concentration des composés réducteurs (antioxydants) dans l'extrait est exprimée en milligramme Equivalent Acide Ascorbique par cent gramme d'huile d'olive (mg EAA/100g de l'huile d'olive en se référant à une courbe d'étalonnage (Annexe).

### IV.6.3. Activité anti-radicalaire (DPPH Scavenging Activity)

✱ Principe

Le principe de ce test se résume dans la capacité de l'extrait à réduire le radical libre DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl) qui se traduit par la transformation de la couleur violette foncée à une couleur jaunâtre (après réduction). Cette décoloration est mesurée par spectrophotométrie (**Marouane et al., 2014**).

✱ Matériel et Réactifs

- ♦ Micropipette
- ♦ Tubes à essais
- ♦ Bain-marie
- ♦ Spectrophotomètre
- ♦ Solution méthanolique du DPPH (0,004%)

✖ Mode opératoire

Un volume de 50 µl de chaque extrait est ajouté à 05 ml de la solution méthanolique du DPPH (0,004%). Après une période d'incubation à l'obscurité pendant 30 min à 25°C, la lecture des absorbances est effectuée à 517nm à l'aide d'un spectrophotomètre (**Marouane et al., 2014**).

✖ Expression des résultats

Le pourcentage d'inhibition du radical libre DPPH est calculé par la formule suivante :

$$I \% = [(A \text{ blanc} - A \text{ Echantillon}) / A \text{ blanc}] \times 100$$

La capacité antioxydant totale est exprimée en milligramme équivalent d'acide ascorbique par 100 gramme d'huile d'olive (mg EAA/ 100g) en se référant a une courbe d'étalonnage (Annexe).

*Chapitre V : Résultats et  
Discussion*

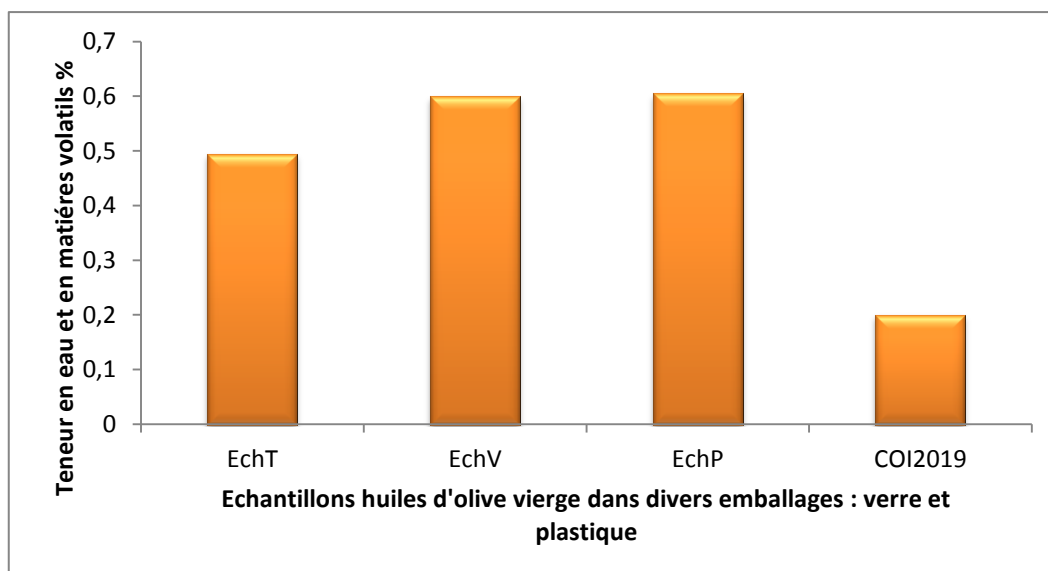
## V.1. Etude des caractéristiques physico-chimiques et activité antioxydante de l'huile d'olive vierge dans un emballage en plastique et en verre

### V.1.1. Caractères physico-chimiques de l'huile d'olive vierge

#### V.1.1.1. Résultat de la teneur en eau et en matières volatils

L'eau et les substances volatiles sont déterminées par la perte de poids de l'échantillon chauffé à 105°C pendant un temps suffisant pour permettre leurs élimination totale (COI, 2011).

La figure 3 montre l'évolution de la teneur en eau et en matière volatile des huiles pour les trois échantillons conservées dans différents emballages :



**Fig.3 :** Teneur en eau et en matières volatiles des échantillons de l'huile d'olive vierge conservés dans divers emballages.

EchT : Récipient en verre rempli à plein (témoin);

EchV : Récipient en verre rempli à 50% ;

EchP : Récipient en plastique rempli à 50%.

La teneur en eau et en matières volatiles, sont de 0,495 %; 0,6 % et 0,605 % pour les échantillons EchT ; EchV et EchP respectivement, ces valeurs sont relativement élevée par rapport à la norme fixée COI (2019) et qui est au maximum 0,2%.

Pour les deux échantillons (EchV et EchP), nous constatons que le taux d'humidités sont très similaire ce qui signifie que la teneur en eau et matières volatiles de même ordre après 24



mois de conservation, ce qui s'explique que le verre et plastique ont le même effet sur l'huile d'olive vierge.

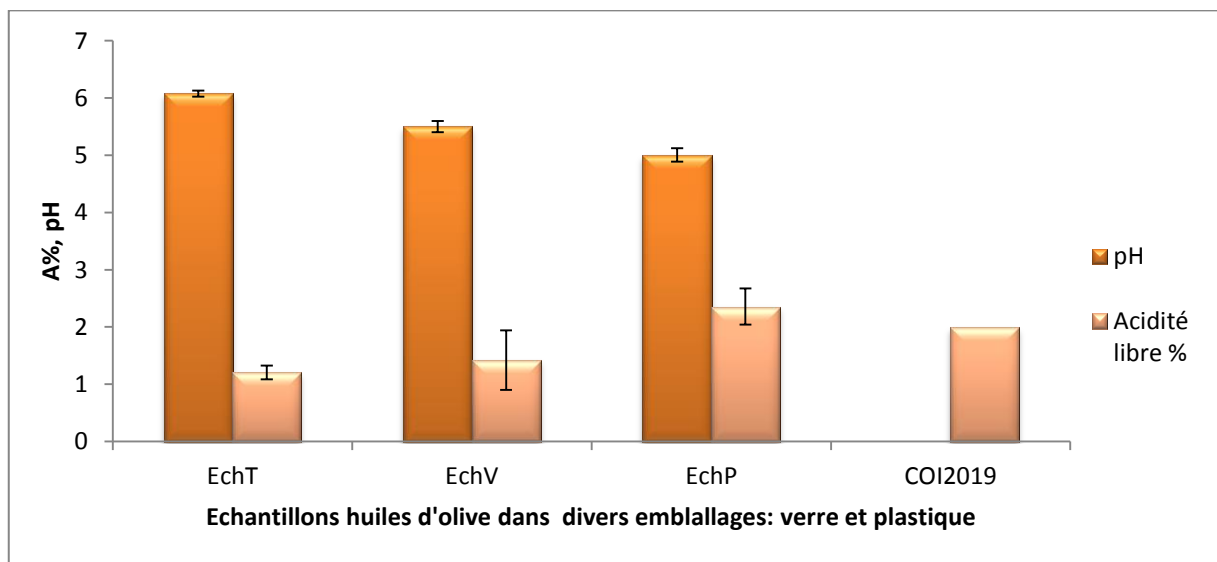
Généralement, le taux d'humidité diminue au fur et à mesure de l'avancement du stade de maturité, alors que l'augmentation de la teneur en matière volatile peut être expliquée par l'oxydation des acides gras (Kalua et al., 2007 ; Mahhou et al., 2014).

Ainsi, une activité de l'eau  $> 0,3$  favorise l'oxydation enzymatique de l'huile, donc il faut la déshydrater avant de la conserver pour éviter le rancissement précoce de cette huile (Novidzro et al., 2019)

### V.1.1.2. Résultats du pH et de l'acidité

L'acidité libre est un paramètre qui permet de contrôler le niveau de dégradation hydrolytique, enzymatique ou chimique des chaînes d'acides gras des triglycérides en acides gras libres et de glycérides partiels, suite à un mauvais traitement ou à une mauvaise conservation (Tanouti et al., 2011). L'acidité libre est exprimée en pourcentage (%) d'acide oléique (Boulfane et al., 2015).

La figure ci-dessous représente le pH et l'acidité oléique des trois échantillons analysés de l'huile conservée dans différent emballage :



**Fig.4 :** Pourcentage d'acidité et le pH des échantillons l'huile d'olive vierge conservés avec divers emballage.

EchT : Récipient en verre rempli à plein (témoin);

EchV : Récipient en verre rempli à 50% ;

EchP : Récipient en plastique rempli à 50%.

A partir des résultats obtenus, nous pouvons toujours classer l'huile d'olive des échantillons EchT et EchV après 24 mois de conservation dans la catégorie « huile d'olive vierge » ou l'acidité est inférieure à 2 % (valeur fixée par COI 2019). Tandis que l'acidité libre de l'échantillon conservée dans le plastique et en présence de l'oxygène « EchP » a donné une valeur de  $2,356 \pm 0,317\%$  qui dépassait la norme fixée par COI.

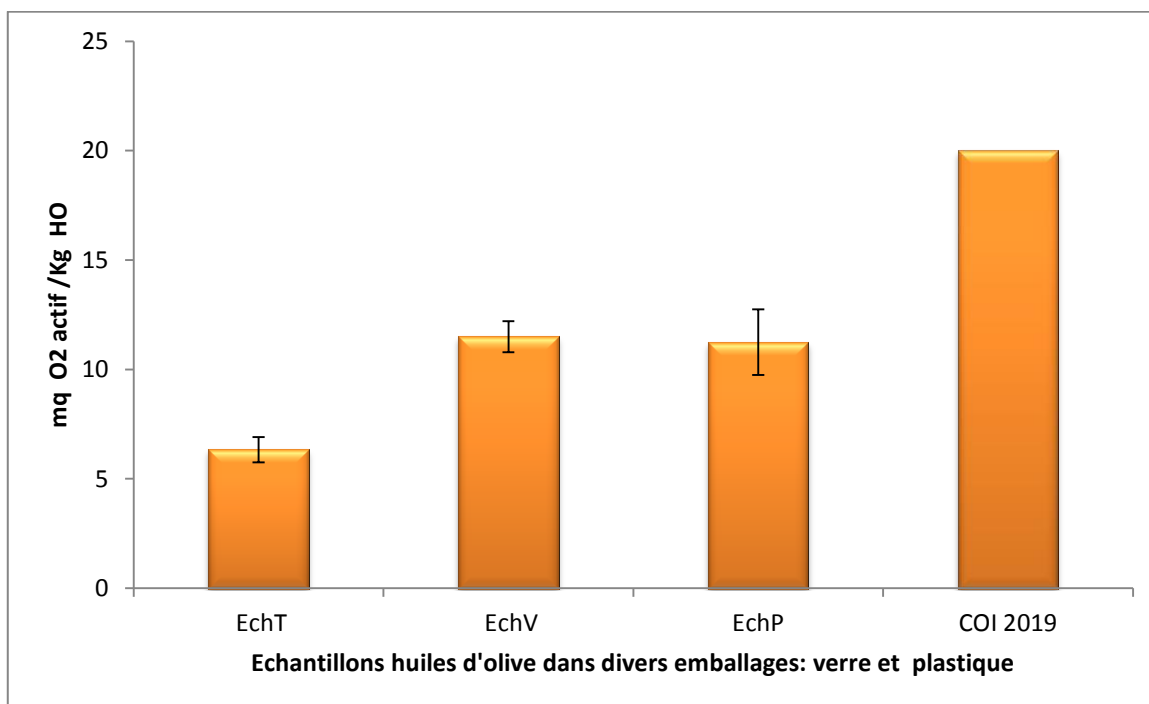
Après les 24 mois de conservation le pourcentage de l'acidité libre de l'huile d'olive conservée dans l'emballage de plastique était plus élevé par rapport au témoin (EchT) et à l'huile conservée dans un emballage en verre (EchV). Ce qui peut s'expliquer par l'hydrolyse des triglycérides et libération des acides gras libres. Selon **Ben Tekaya et Hassouna, 2005**, le type d'emballage (verre, métal) n'a pas d'effet significatif sur la stabilité des huiles d'olive par comparaison au plastique (PET) qui a occasionné des changements significatives en fin de stockage de l'huile d'olive.

Concernant le pH, les résultats obtenus coïncidaient avec ceux d'acidité. En effet, le pH des huiles d'olive conservées dans différent emballages varié entre 5,003 et 6,076. La valeur maximale ( $6,076 \pm 0,05$ ) est observée avec l'échantillon EchT et qui correspondre aux faible taux d'acidité ( $1,206 \pm 0,12\%$ ). Par contre, l'échantillon EchP qui a la valeur d'acidité la plus élevée ( $2,356 \pm 0,32\%$ ) prend la valeur du pH la plus basse ( $5,03 \pm 0,12$ ).

### V.1.1.3. Résultats de l'indice de peroxyde

L'indice de peroxyde (IP) estime le niveau d'auto-oxydation de l'huile d'olive. En présence d'oxygène dissout dans l'huile et certains facteurs comme la température élevée, eau, enzyme, trace de métaux Cu, Fe, etc. Les corps gras s'oxydent et conduisent à la formation de peroxydes (ou hydro peroxydes) qui se décomposent ultérieurement en dérivés carbonylés aldéhydes et hydro cétones (responsables de l'odeur de rance) et en divers produits oxygénés (alcools, acides,...) (**Tanouti et al., 2011**).

La figure 5 représente les résultats de l'indice de peroxyde de différents échantillons d'huile d'olive conservés dans divers emballages. Tous les résultats sont exprimés en milliéquivalent d'oxygène actif par Kilogramme d'huile d'olive (még O<sub>2</sub> actif /Kg d'huile olive).



**Fig.5 :** Indice de peroxyde des échantillons de l'huile d'olive vierge conservés dans divers emballages.

EchT : Récipient en verre rempli à plein (témoin);

EchV : Récipient en verre rempli à 50% ;

EchP : Récipient en plastique rempli à 50%.

En comparant ces valeurs à ceux de la norme commerciale du COI ( $\leq 20$  méq O2 actif / kg d'huile olive), nous constatons que ces trois échantillons sont toujours conformes à cette norme. Donc, ces faibles valeurs de l'IP montrent que l'huile peut avoir été extraite rapidement après la récolte des olives et qu'elle a été stockée dans des bonnes conditions. Ce que veut dire que cette huile est de bonne qualité.

Après les 24 mois de conservation, la valeur de l'indice de peroxyde (IP) des échantillons décroît dans l'ordre suivant : EchV > EchP > EchT, avec une valeur de  $6,333 \pm 0,58$  méq O2 actif / Kg HO pour l'échantillon EchT conservé dans un récipient en verre sans O2. Cependant, les échantillons conservés dans le plastique et le verre présentent des valeurs en IP presque similaires et plus élevées par rapport à celle de l'EchT. Cela s'explique par l'oxydation de l'huile d'olive vierge stimulée par la présence de l'oxygène dans l'espace de tête du récipient (récipients remplis à 50%). Cependant, le type d'emballage dans ce cas n'a pas d'effet.

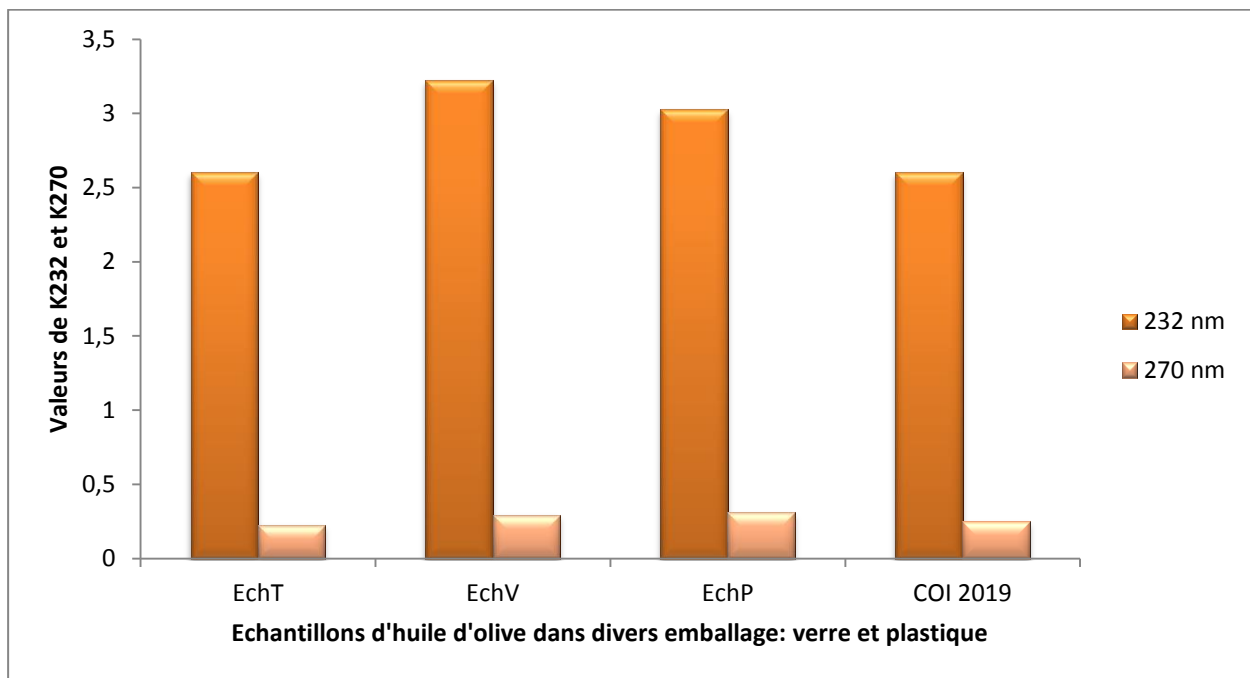
La qualité de l'HOV au cours de son stockage dépend non seulement du matériau d'emballage utilisé mais également de la géométrie de cet emballage et de la quantité initiale de l'oxygène présente dans l'espace de tête. Ainsi, en diminuant soit la capacité volumétrique de la

bouteille, soit la pression partielle en oxygène de l'espace de tête des bouteilles en PET, la cinétique d'oxydation des HOV est ralentie. Par ailleurs, lorsque le conditionnement de l'huile dans les bouteilles en PET est effectué à pression partielle en oxygène réduite (égale à 0 ou à 0,2), la quantité d'hydroperoxydes formés diminue avec le rapport (volume de l'espace de tête de la bouteille en PET)/ (volume de l'huile). Ce même phénomène a été observé pour les huiles conditionnées dans les bouteilles en verre à pression partielle en oxygène égale à 0,2. En revanche, lorsque la pression partielle dans le verre est nulle, un phénomène inverse se produit. En fait, dans ce dernier cas, l'espace de tête des bouteilles agit comme un réservoir vide qui attire vers lui le flux d'oxygène contenu dans l'huile. C'est pour cette raison, que plus le rapport (volume de l'espace de tête de la bouteille en verre)/(volume de l'huile) est important, plus la quantité d'oxygène de l'huile qui diffuse vers l'espace de tête est importante (**Ben tekaya et al., 2007**).

#### **V.1.1.4. Résultats de l'analyse spectrophotométrique dans l'UltraViolet (K232 nm et K270 nm)**

La détermination de l'absorbance à 232 nm et à 270 nm permet la détection et l'évaluation des produits primaires : les hydroperoxydes linoléiques qui absorbent la lumière ultraviolette vers 232 nm et les produits secondaires de l'oxydation en particulier des cétones insaturées qui absorbent la lumière vers 270 nm. Cette méthode se base sur une mesure spectrométrique de l'absorbance d'un échantillon en solution, dans un domaine spécifié de longueur d'onde dans l'UV. Cet examen spectrophotométrique dans l'UltraViolet peut fournir des indications sur la qualité d'une matière grasse. (**Abdelaziz et al., 2015; Ziani, 2015**)

Les valeurs des extinctions spécifiques obtenues pour les échantillons conservés dans divers emballages en Ultra-Violet à 232 nm et à 270 nm sont présentées dans les figures ci-dessous.



**Fig.6** : Extinctions spécifiques en UV des échantillons de l'huile d'olive vierge conservée avec divers emballage.

EchT : Récipient en verre rempli à plein (témoin);

EchV : Récipient en verre rempli à 50% ;

EchP : Récipient en plastique rempli à 50%.

Les valeurs des extinctions en Ultra-Violet K232 et K270 obtenues pour tous les échantillons d'huile d'olive vierge dans divers emballage, indiquent qu'elles excèdent la limite fixée par le Conseil Oléicole International (**COI 2019**) qui sont respectivement inférieur ou égales à 0,25 et 2,60 pour K232 et K270. Cependant, pour les échantillons (EchV, EchP), les valeurs excèdent les limitées fixées par COI 2019, ce qui nous renseigne sur la formation des produits primaire et secondaire d'oxydation.

Les résultats obtenues montrent également que les échantillons EchV et EchP possèdent les indices de peroxydes les plus élevés par rapport à l'échantillon EchT. Cette donnée peut s'expliquée par l'effet de la présence de l'oxygène et non pas de l'emballage, du moment que les résultats obtenues pour les échantillons EchV et EchT ne sont pas loin.

**Ben tekaya et Hassouna (2005)**, qui ont fait une étude de la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge extra tunisienne au cours de son stockage, ont constaté que le type d'emballage (verre) n'a pas d'effet significatif sur la stabilité des huiles d'olive vierges par comparaison au PET qui a occasionné une augmentation significative du K232 et du K270 en fin de stockage de

l'huile ce qui suggère que l'emballage en plastique favorise l'oxydation primaire, en raison probablement de sa perméabilité à l'oxygène de l'air.

De plus **Ben tekaya et al., (2007)**, qui ont étudié le conditionnement de l'huile d'olive dans des emballages plastiques, ont constaté que l'évolution de l'IP et du K232 de l'huile d'olive a montré une augmentation plus prononcée pour cette matière grasse conditionnée dans le PET que celle dans le verre ; et ils ont obtenu des résultats similaires pour des huiles d'olive vierges stockées à température ambiante pendant deux ans à la lumière et à l'obscurité. Ceci s'explique par la perméabilité à l'oxygène du PET plus importante que celle du verre.

**Kanavouras et coutelieris (2006)** ont étudié la durée de consommation de l'huile d'olive conditionnée pendant 24 mois à différentes conditions de stockage courantes, ils ont constaté que tous les matériaux d'emballage testés pourraient être considérés comme adéquats pour préserver la qualité de l'huile d'olive dans diverses conditions de stockage car les récipients en plastique avaient un rôle protecteur particulièrement fort lorsque l'huile est stockée à la lumière, tandis que le verre est le matériau le plus protecteur lorsque l'huile est stockée dans l'obscurité.

L'extinction spécifique des huiles dans l'ultraviolet constitue un paramètre important de leur qualité. En effet, à 232 nm, elle permet d'évaluer la présence de produits primaires d'oxydation des acides gras (hydroperoxydes linoléiques,...), alors qu'à 270 nm les produits secondaires d'oxydation des acides gras (alcools, cétones,...) sont détectés (**Meftah et al., 2014**).

D'après les résultats de l'acidité, l'indice de peroxydes et l'analyse spectrophotométrique dans l'UltraViolet (K232 nm et K270 nm) des trois échantillons analysés (EchT, EchV, EchP), nous pouvons constater que l'emballage en plastique provoque d'hydrolyse des triglycérides et libération des acides gras libre (acidité élevée pour l'échantillon à emballage en plastique). Cependant, la peroxydation lipidique est liée à l'oxygène qui se trouve au niveau de la tête de récipient (récipients en plastique et en verre rempli à 50%) et non pas au type de l'emballage du fait que les deux échantillons (EchV et EchP rempli à 50%) présentent des valeurs de K232, K270 et des indices de peroxydes qui sont proches par rapport à l'EchT (récipient rempli 100%).

#### **V.1.1.5. Profil en acides gras**

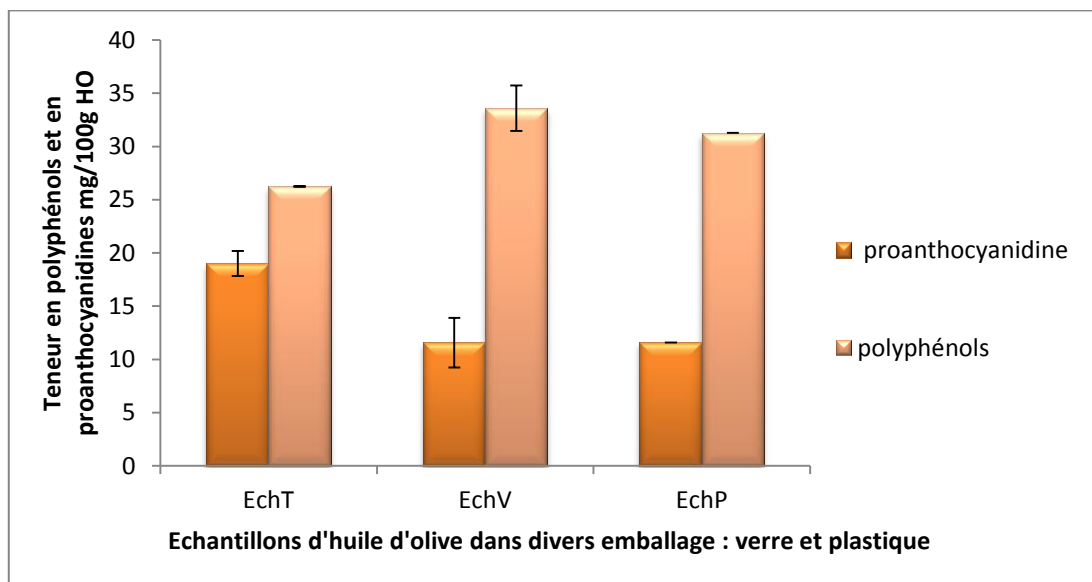
Les chromatogrammes obtenus pour les trois échantillons révèlent la présence de deux pics 1 et 2 avec des temps de retentions de 25,32 min et 35,78 min et qui correspondent à l'acide palmitique et oléique respectivement. Les pourcentages en acide palmitique, ils sont de 24,65%, 27,37% et 25,01% pour les échantillons EchT, EchV et EchP respectivement. Pour l'acide oléique, les pourcentages obtenus les mêmes échantillons sont les suivants : 76,27%, 74,59% et

79,65%. De même, nous constatons la présence d'un autre pic (36,34 min) qui correspond à l'acide stéarique pour l'EchT et l'EchV avec des pourcentage qui sont respectivement de 2,81% et 2,35%. Cependant, pour l'EchP, nous avons noté l'absence de cet acide gras. Ces résultats sont conforme aux normes fixées par COI (2019), excepte pour les pourcentages en acide palmitique qui dépassent la norme ( $\leq 20\%$ ).

### V.1.2. Résultats de la teneur en pro anthocyanidines en composés phénoliques

Le dosage des composés phénoliques des extraits a été déterminé à l'aide du test Folin-Ciocalteu rapporté par **Chan et al., (2008)**. Ce réactif est un acide de couleur jaune, constitué par un mélange d'acide phosphotungstique ( $H_3PW_{12}O_{40}$ ) et d'acide phosphomolybdique ( $H_3PMO_{12}O_{40}$ ) ne contient pas spécifique des phénols. Il est réduit, lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxyde bleus de tunganèse et de molybdène, ce qui aide à doser les phénols dans le visible à une longueur d'onde de 765nm. (**Singleton et al, 1999 ;Tuck et Hayball, 2002**)

Les résultats de la teneur en pro anthocyanidines et en polyphénols sont illustrés dans la figure ci-dessus en mg/100g de l'huile d'olive.



**Fig.7 :** Teneur en pro anthocyanidine et en polyphénols des échantillons de l'huile d'olive vierge dans divers emballages.

EchT : Récipient en verre rempli à plein (témoin);

EchV : Récipient en verre rempli à 50% ;

EchP : Récipient en plastique rempli à 50%.

A partir des résultats obtenus, les échantillons EchV et EchP présentent les teneurs en polyphénols totaux les plus élevées qui sont respectivement 33,59 et 31,27 mg EAG /100g.

Pour les pro anthocyanidines, nous constatons des teneurs similaires pour les échantillons (EchV et EchP) avec 11,57 mg EAG /100g). Alors que pour l'échantillon EchT la teneur est de 19,01 mg EAG /100g.

Les huiles d'olives sont connues pour leur contenance élevée en composés phénoliques par rapport aux autres huiles végétales raffinées. Ces composés contribuent à la saveur globale complexe de l'huile d'olive et lui fournissent des effets antioxydants et sont en grande partie responsables de sa durée de conservation (**Meftah et al., 2014**).

La composition et le contenu phénoliques dépendent de différents facteurs tels que la variété des olives, les conditions climatiques, la maturité des fruits, les conditions de stockage des olives, le processus technologique d'extraction de l'huile et également les conditions de stockage de l'huile (**Škevin et al., 2003**). Par contre, **Bouhadjra (2011)** dans sa recherche, a démontré que la teneur en polyphénols totaux décroît lors du stockage des huiles d'olive vierges.

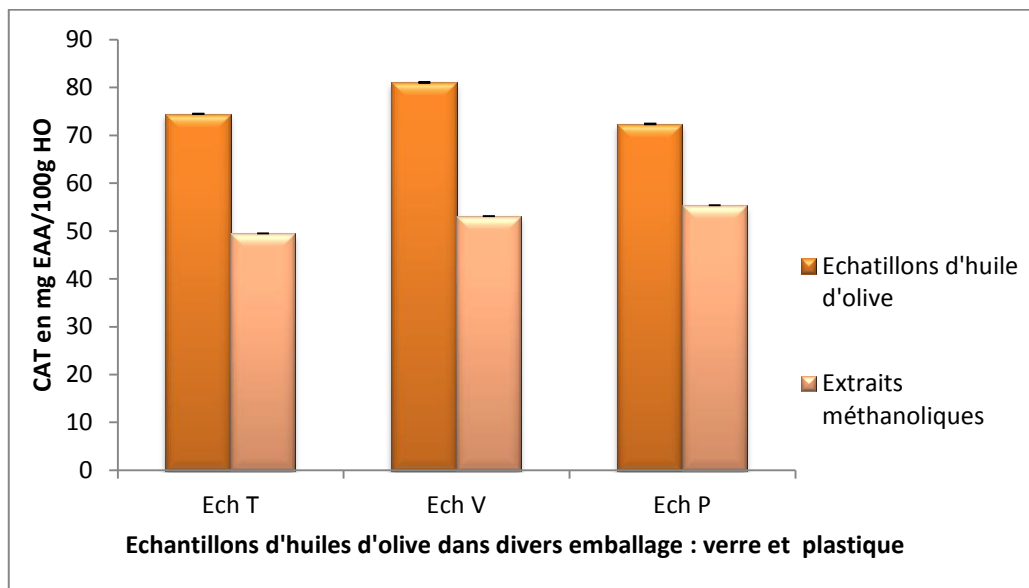
La teneur en composés phénoliques diminue avec le temps et les conditions de stockage ; pendant le stockage, les phénols subissent des modifications qualitatives et quantitatives dues à des réactions de décomposition et d'oxydation (**Dabbou et al., 2011**).

### **V.1.3. Résultats de l'évaluation de l'activité antioxydante des échantillons d'huile d'olive et des extraits méthanoliques**

#### **V.1.3.1. Activité antioxydant totale (TAC)**

Les résultats de la capacité antioxydante totale des échantillons d'huile d'olive conservées dans différents emballages et des extraits méthanoliques de ces échantillons sont présentés dans la figure ci-dessous :





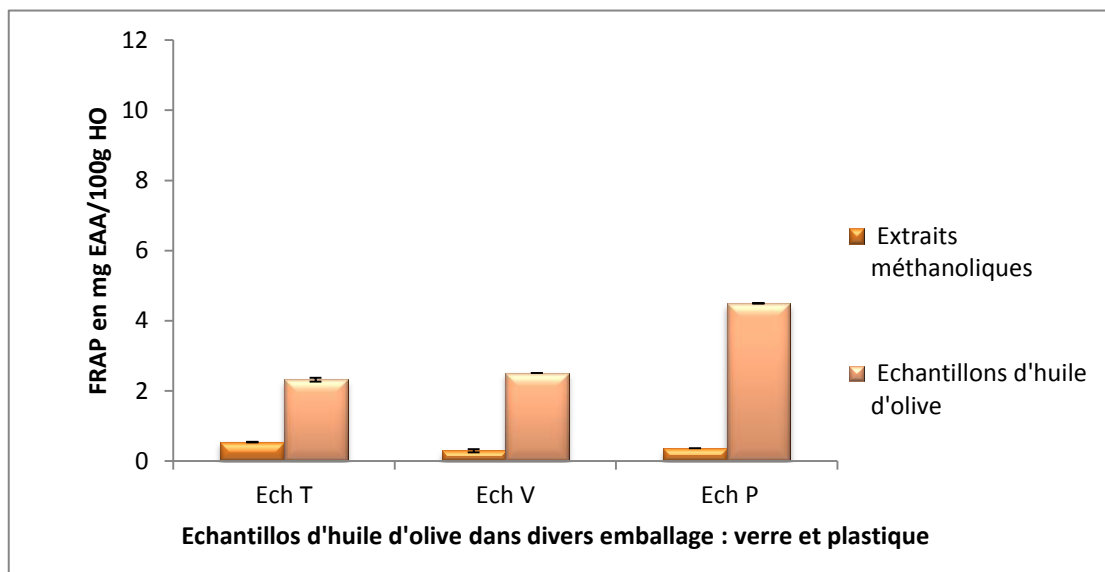
**Fig.8 :** Capacité antioxydante totale des huiles d’olive et des extraits méthanoliques des échantillons conservées dans divers emballages.

Les capacités antioxydantes totales (CAT) des extraits méthanoliques les plus importantes ont été obtenues pour l’échantillon (EchP) avec une valeur de 55,39 mg EAA/100 g HO, suivi de celle de l’EchV avec 53,12 mg EAA/100h HO. L’échantillon EchT présente une valeur de 49,49 mg EAA/100g HO. Nous constatons, d’après ces résultats que la capacité antioxydante totale CAT des huiles d’olive est supérieure à celle des extraits méthanoliques et ce pour les trois échantillons. Cela peut être dû à la richesse de l’huile d’olive par d’autres composés antioxydants autres que ceux trouvés dans les extraits méthanoliques.

#### V.1.3.2. Réduction de fer : FRAP (Ferric Reducing Antioxidant Power)

Le dosage du pouvoir antioxydant réducteur ferrique (FRAP) a été utilisé pour évaluer les capacités antioxydantes de trois échantillons d’huile d’olive vierge conservés dans divers emballages. La méthode de la réduction du fer est basée sur la réduction de fer ferrique ( $Fe^{3+}$ ) en sel de fer (bleu de Prusse) comme signal ou indicateur de réaction par les antioxydants qui donnent la couleur bleue (Benzie, et Devaki, 2017; Ben-Moussa et al., 2020).

La concentration des composés réducteurs (antioxydants) dans les extraits méthanoliques et les échantillons d’huile d’olive dans divers emballages sont exprimée en mg Equivalent Acide Ascorbique (EAA)/100g d’extrait. Les résultats obtenus sont illustrés dans la figure ci-dessous :



**Fig.9 :** Pouvoir réducteur ferrique des extraits méthanoliques et des huiles d'olive conservée dans divers emballage.

EchT : Récipient en verre rempli à plein (témoin);

EchV : Récipient en verre rempli à 50% ;

EchP : Récipient en plastique rempli à 50%.

D'après la figure 9, l'extrait méthanolique de l'échantillon EchT donne une réduction des ions ferriques en ions ferreux la plus élevée de l'ordre de 0,54 mg EAA/100g d'huile d'olive.

Une absorbance plus élevée du mélange réactionnel indique une plus grande FRAP. L'action antioxydante de l'agent réducteur ferrique est basée sur la capacité de donner des électrons des antioxydants par la réduction du ferricyanure de potassium. Les antioxydants réduisent le complexe ion ferrique / ferricyanure à la forme ferreuse. Le pouvoir réducteur est associé à la présence des composés, qui exercent leur action en cassant la chaîne radicalaire en donnant des composés d'atomes d'hydrogène (Maltas et al., 2011).

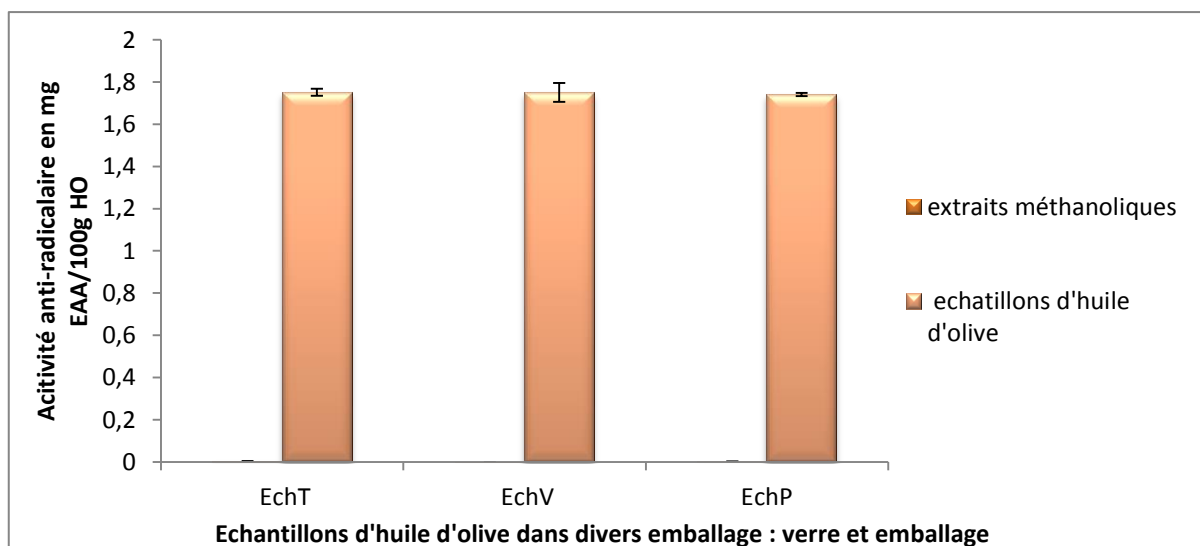
Les échantillons d'huile d'olive avaient un FRAP significativement plus fort que celui des extraits méthanoliques. Cela pourrait être dû à la quantité élevée de composés réducteurs dans les échantillons d'huile d'olive par rapport aux extraits méthanoliques de ces mêmes échantillons.

### V.1.3.3. Activité anti-radicalaire (DPPH Scavenging activity)

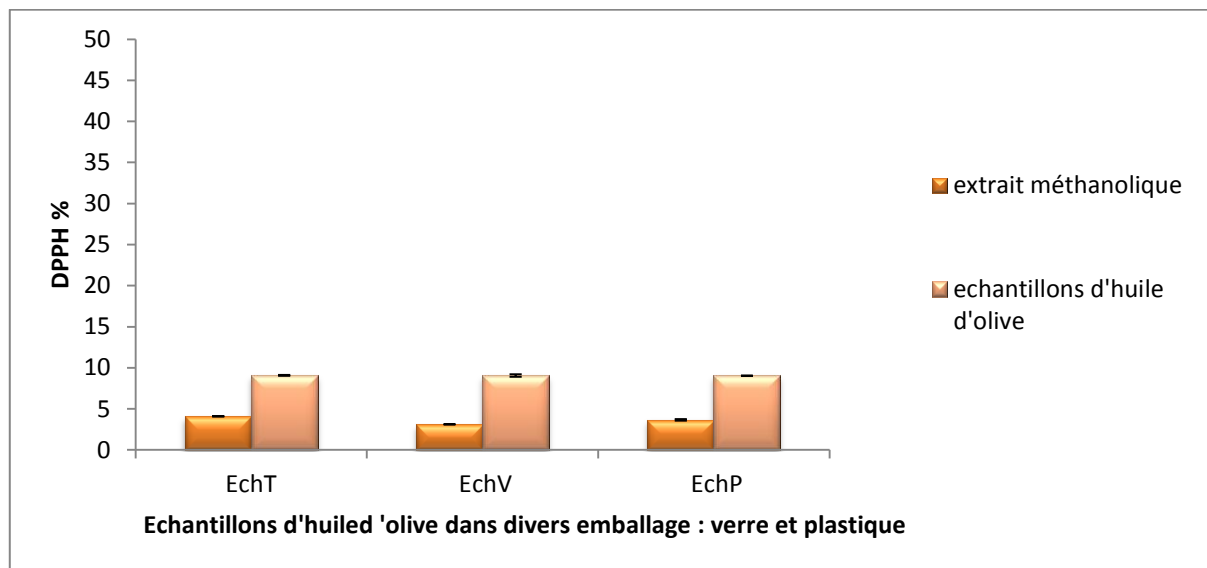
La méthode de DPPH a été utilisée pour l'estimation de l'activité anti radicalaire (RSA) de l'huile d'olive par spectrophotométrie en mesurant la disparition du radical 1,1-diphényl-2-picrylhydrazyle (DPPH) (Kalantzakis et al., 2006).

Le principe de ce test se résume dans la capacité de l'extrait à réduire le radical libre DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl) de couleur violette foncée, qui se transforme en coloration jaunâtre (après réduction). Cette décoloration est mesurable par spectrophotométrie (Merouane et al., 2015).

Les résultats de l'activité anti-radicalaire des extraits méthanoliques et de l'huile d'olive dans divers emballage sont exprimés en mg EAA/100g (figure 10) et en pourcentage d'inhibition du radical DPPH (figure 11):



**Fig.10 :** Activité anti-radicalaire mg EAA/g des huiles d'olives et des extraits méthanoliques des échantillons conservée dans divers emballages.



**Fig.11** : Activité anti-radicalaire en % DPPH des extraits méthanoliques et des huiles d'olive entières conservée dans divers emballages.

EchT : Récipient en verre rempli à plein (témoin);

EchV : Récipient en verre rempli à 50% ;

EchP : Récipient en plastique rempli à 50%.

D'après les deux figures, les extraits méthanoliques des échantillons EchT EchV et EchP présentent des très faibles valeurs d'activité anti radicalaire avec des pourcentages qui sont de l'ordre de 4,06%; 3,12% et 3,65% du radical DPPH respectivement. L'EchT présente le pourcentage le plus élevé.

Nous avons constaté que presque les mêmes activités antioxydantes sont obtenues pour les trois échantillons (EchT, EchV et EchT) avec une légère élévation pour l'EchT (récipient rempli a 100%), ce qui coïncide avec les teneurs en proanthocyanidines obtenus pour ces échantillons.

Nous constatons également que la capacité antioxydante totale CAT, la réduction de fer et l'activité anti-radicalaire de l'huile est supérieure à celle de l'extrait méthanolique et ce pour les trois échantillons.

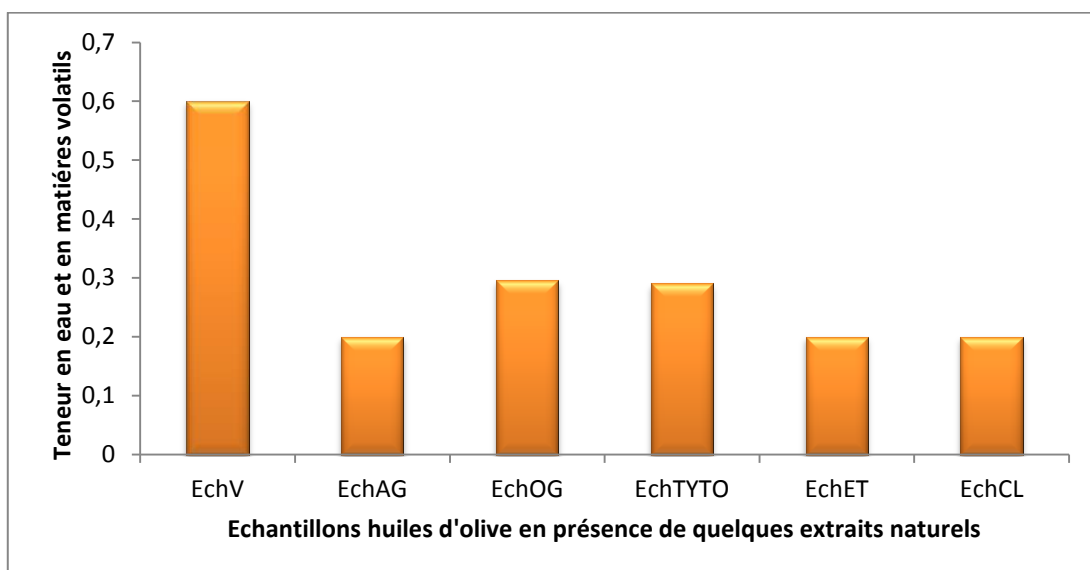
L'étude effectuée par **Jayaprakasha et al. (2008)**, a montré que l'activité antioxydante dépend de la teneur en composés phénoliques des échantillons, de la position et du nombre de groupements hydroxylés. De même, **Meot-Duros et al. (2008)**, ont remarqué que l'activité antioxydante est estimée par l'activité réductrice n'est pas due seulement aux polyphénols, mais aussi à d'autres composés tels que les acides organiques qui peuvent augmenter l'activité antioxydante.

## V.2. Etude des caractéristiques physico-chimiques et activité antioxydante de l'huile d'olive additionnée de quelques extraits naturels

### V.2.1. Caractères physico-chimiques de l'huile d'olive vierges

#### V.2.1.1. Résultat de la teneur en eau et en matières volatils

Les résultats des huiles conservées avec des extraits naturels sont présentés dans la figure ci-dessous :



**Fig.12** : Teneur en eau et en matières volatiles des échantillons l'huile d'olive vierge conservées avec différents extraits naturels.

EchAG : échantillon additionné Acide gallique ;

EchOG : échantillon additionné de l'huile essentielle d'*Origanum glandulosum* ;

EchTYTO : échantillon additionné de l'huile essentielle de *Thymus numidicus* ;

EchET : échantillon additionné la fraction chloroformique de l'extrait d'*Evernia prunastri* ;

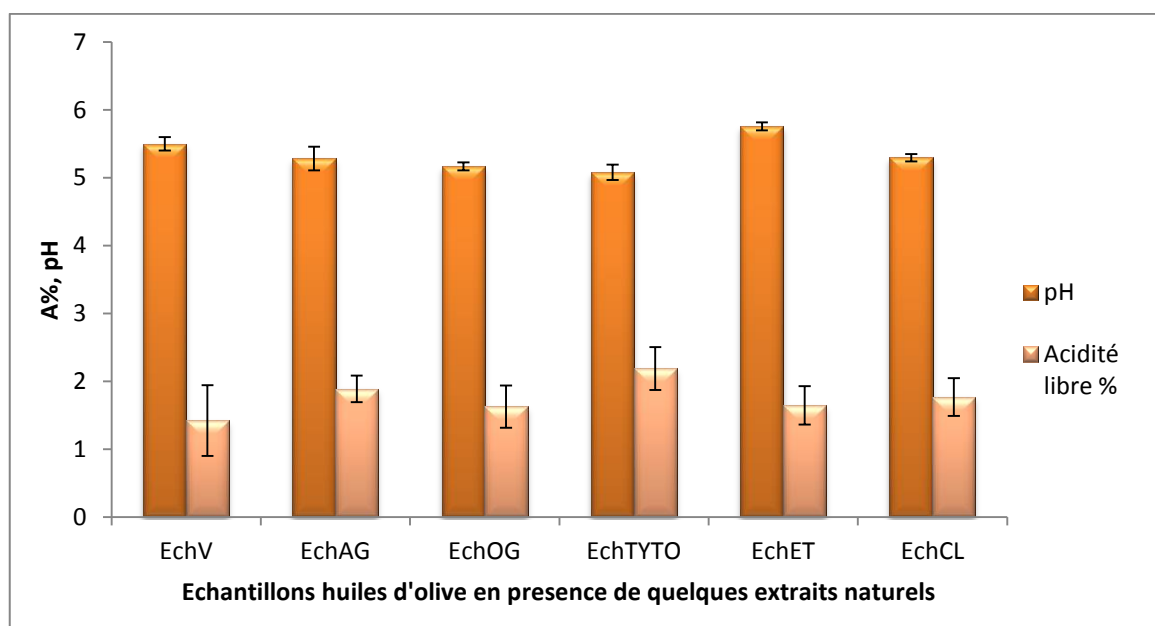
EchCL : échantillon additionné la fraction d'acétate d'éthyle d'*Evernia prunastri* ;

Les échantillons EchAG, EchOG, EchTYTO, EchET et EchCL presentes des teneurs en eau et en matières volatiles qui sont respectivement :  $0.1995 \pm 0.001\%$  ;  $0.295 \pm 0.134\%$  ;  $0.29 \pm 0.141\%$  ;  $0.199\%$  et  $0.199\%$ . Et qui sont dans l'ensemble conforme à la norme COI (2019) ( $\leq 0,2$ ). Ces teneurs sont très inferieur par rapport a la teneur obtenue pour l'EchV (0.6%) sans extrait naturel.

D'après **Moirence et Nicolas (2006)** l'augmentation de l'humidité peut être expliquée par des problèmes techniques lors de l'extraction, plus exactement la quantité d'eau ajoutée au cours de malaxage, ou bien à un problème lors de la culture elle-même et qui peut être lié à la fréquence d'irrigation. Mais, dans notre cas il s'agit peut être de l'augmentation des composés volatiles issus de l'oxydation pour l'EchV ou bien de la capacité des extraits naturels à réduire les teneurs en eau pour les autres échantillons.

### V.2.1.2. Résultats du pH et de l'acidité

Le pH et l'acidité oléique des échantillons additionnés des extraits naturels sont illustrés dans la figure suivante :



**Fig.13 :** Pourcentage d'acidité et le pH des échantillons l'huile d'olive vierge conservés avec différents extraits naturels.

Les résultats obtenus dans la figure 13, montrent que l'EchV présente l'acidité libre la plus faible ( $1,421 \pm 0,521\%$ ) et l'acidité la plus importante a été enregistrée pour l'EchTYTO et dépasse la norme fixé par COI (2019) ( $\leq 2\%$ ) ce qui veut dire que cette huile d'olive n'est plus propre pour la consommation.

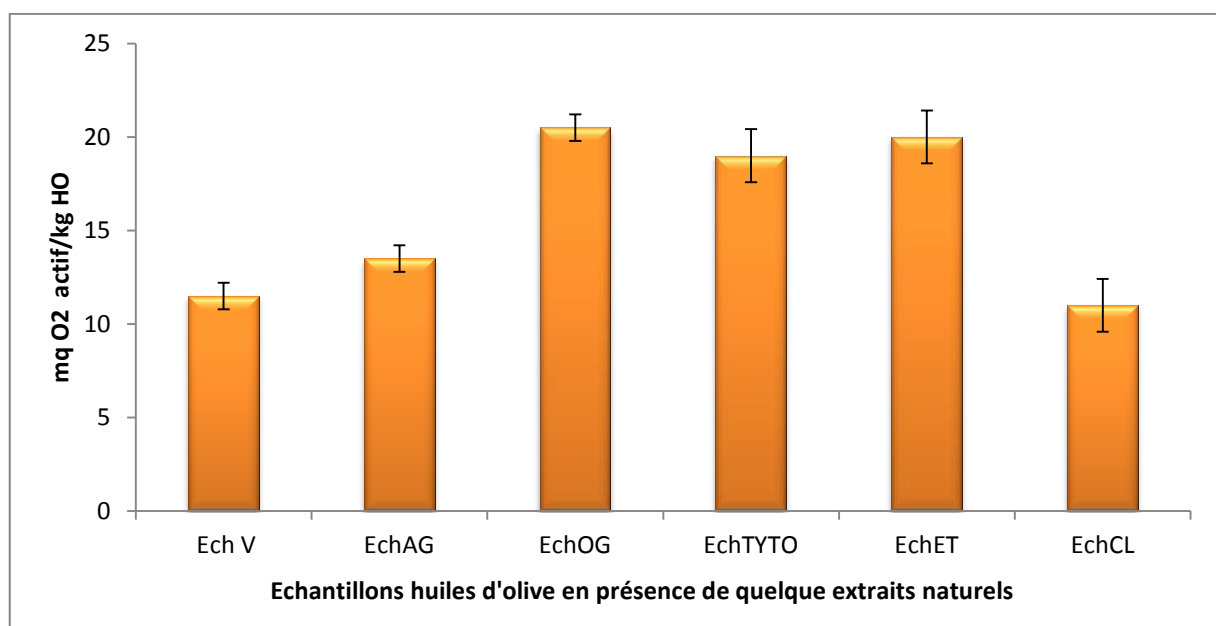
D'après les valeurs précédentes, nous pouvons conclure que l'OG et l'ET semblent être plus efficace que les autres additifs utilisés (AG, CL et TYTO) pour empêcher la dégradation oxydative des huiles.

D'après **Tanouti et al. (2010)**, une huile d'olive fraîchement extraite à partir des olives saines, en respectant les de bonnes pratiques de trituration, présente une très faible acidité. Dans

le cas contraire et au cours du stockage, l'huile d'olive peut s'altérer et son acidité augmente suite à la libération d'acides gras libre par hydrolyse des triglycérides. Par ailleurs, **Meftah et al. (2014)**, ont rapporté que l'acidité élevée est le résultat d'une oxydation poussée, qui se traduit par un rancissement de l'huile et qui est due à la dégradation des acides gras insaturés (acide oléique et linoléique) et à la production des composés secondaires d'oxydation.

### V.2.1.3. Résultats de l'indice de peroxyde

La figure 14 est représentée les résultats de l'IP de différents échantillons de l'huile d'olive vierge conservée avec des extraits naturel (les résultats sont exprimés en méq O<sub>2</sub> actif / Kg d'huile olive).

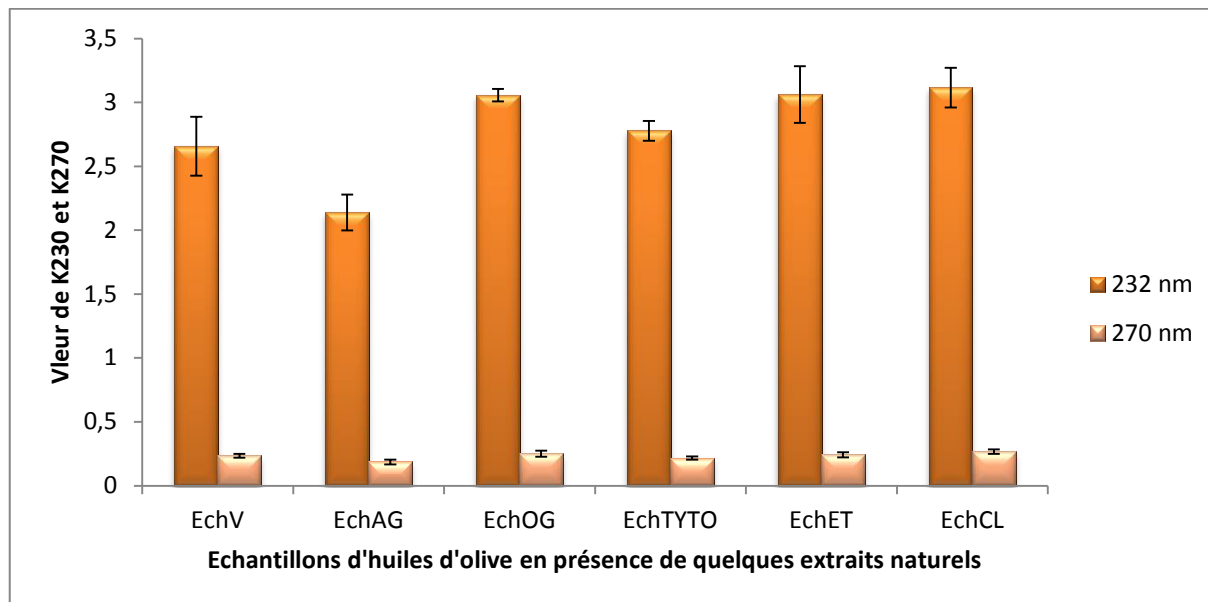


**Fig.14** : Indice de peroxyde des échantillons conservés avec des différents extraits naturels.

Les indices de peroxyde des échantillons EchOG, EchTYTO et EchET sont supérieurs ou bien se situent à proximité de la norme fixée par COI (2019) (20 meq O<sub>2</sub> /Kg HO) et sont également supérieurs à l'indice de peroxyde de l'EchV (échantillon sans extrait naturel), ce qui nous laisse supposer que la présence de ces extraits dans l'huile d'olive favorise sa dégradation au cours du temps suite à la formation des produits d'oxydation. Cependant, l'Ech CL présente un indice de peroxyde proche de celui de l'EchV (sans extrait) : nous pouvons dire que cet extrait est neutre. De ce fait, nous pouvons dire que ces extraits n'améliorent pas la stabilité oxydative de cette huile lors du stockage (après 24 mois).

#### V.2.1.4. Résultats de l'analyse spectrophotométrique dans l'UltraViolet (K232 nm et K270 nm)

Les valeurs des extinctions spécifiques obtenues pour les échantillons conservés en présence de quelques extraits naturels sont présentées dans ci-dessous.



**Fig.15** : Extinctions spécifiques en UV des échantillons conservée avec différents extraits naturels

La lecture de la figure 15 a révélé que l'échantillon EchCL montre les plus grandes valeurs d'extinctions spécifiques  $3,11 \pm 0,115$  pour K232 et  $2,66 \pm 0,016$  pour K270; ce qui dépasse d'une part les normes du COI (2019) et qui ne coïncides pas avec les IP obtenues pour cette huile d'une autre part. Cela peut supposer une dégradation avancée de cet échantillon et formation des composés secondaires d'oxydation.

L'échantillon Ech AG manifeste de très faibles valeurs de K232 et K270 nm en comparaison avec l'échantillon EchV (sans extrait) qui sont conformes aux normes fixées par COI (2019) et coïncides avec la valeur de l'IP. Cela suppose que cet extrait améliore la conservation de cette huile d'olive vierge au cours du temps (après 24 mois). Cet extrait est bien connu pour son pouvoir antioxydant (**Shahidi et Zhong, 2005**)

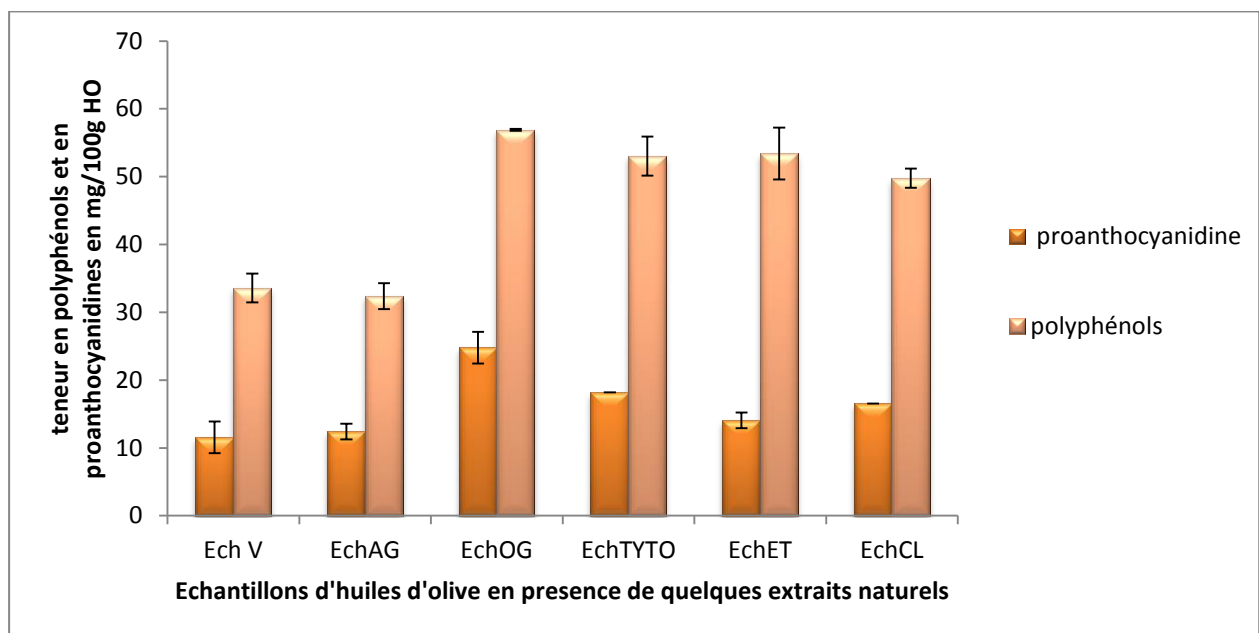
L'absorption à 232 nm est due à la présence d'hydroperoxydes (au stade primaire d'oxydation) et de diènes conjugués (au stade intermédiaire d'oxydation) ; l'absorption à 270 nm est due à la présence de composés carbonyliques (au stade secondaire d'oxydation) et de triènes conjugués (traitement technologique) (**Wiesman, 2009**).



L'extinction spécifique à 232 nm et à 270 nm d'une huile reflète son état d'oxydation. Plus son extinction à 232 nm est forte, plus elle est peroxydée. De même, plus l'extinction à 270 nm est forte, plus l'huile est riche en produits d'oxydation secondaires et traduit sa faible aptitude à la conservation (Boulfane et al., 2015).

### V.2.2. Résultats de la teneur en pro anthocyanidines en composés phénoliques

Les résultats de la teneur en pro anthocyanidines et en polyphénols (mg/100g) en présence de quelques extraits naturels sont illustrés dans les figures ci-dessus de l'huile d'olive.



**Fig.16 :** Teneur en pro anthocyanidine et en polyphénols des échantillons de l'huile d'olive conservés avec différents extraits naturels.

D'après les résultats obtenus, nous remarquons que l'EchOG présente la valeur la plus élevée de ( $56,89 \pm 0,154$  mg EAG /100g) par rapport au EchV ( $33,59 \pm 2,134$  mg EAG /100g) suivi par EchTYTO, EchET, EchCL. L'échantillon EchAG présente la valeur la plus faible ( $32,39 \pm 1,906$  mg EAG /100g) qui est proche de celle de l'échantillon EchV. Nous pouvons expliquer ce résultat par la diminution de taux de l'Acide gallique incorporé dans l'huile d'olive au cours de sa conservation, suit a son implication dans l'activité antioxydante

Les polyphénols sont importants pour la saveur et la stabilité de l'huile. Lorsque leur teneur dépasse 300 mg / kg, l'huile peut avoir un goût amer. Cependant, une teneur élevée en polyphénols semble être bénéfique pour la durée de conservation de l'huile et il existe une bonne corrélation entre stabilité et teneur totale en polyphénol (Boskou et al., 2005).

La réduction de la teneur totale en polyphénol dans les huiles d'olives pendant le stockage est le résultat de leur dégradation (**Jaber et al., 2012**).

Les mêmes constatations sont obtenus pour les proanthocyanidines qui sont également appelés les tanins condensés, car ils libèrent des anthocyanes lorsqu'ils sont chauffés dans des conditions acides, sont des polymères constitués d'unités flavane reliées par des liaisons. Ils sont des composants végétaux omniprésents, constitués de chaînes d'unités flavan-3-ol (**Singleton et al., 1999 ; Achat, 2013**).

Les proanthocyanidines sont un groupe de bioflavonoïdes polyphénols trouvés par tout dans les fruits et les légumes et qui ont suscité l'intérêt en raison de leur vaste activité pharmacologique et de leur potentiel thérapeutique (**Bagchi et al., 1988**).

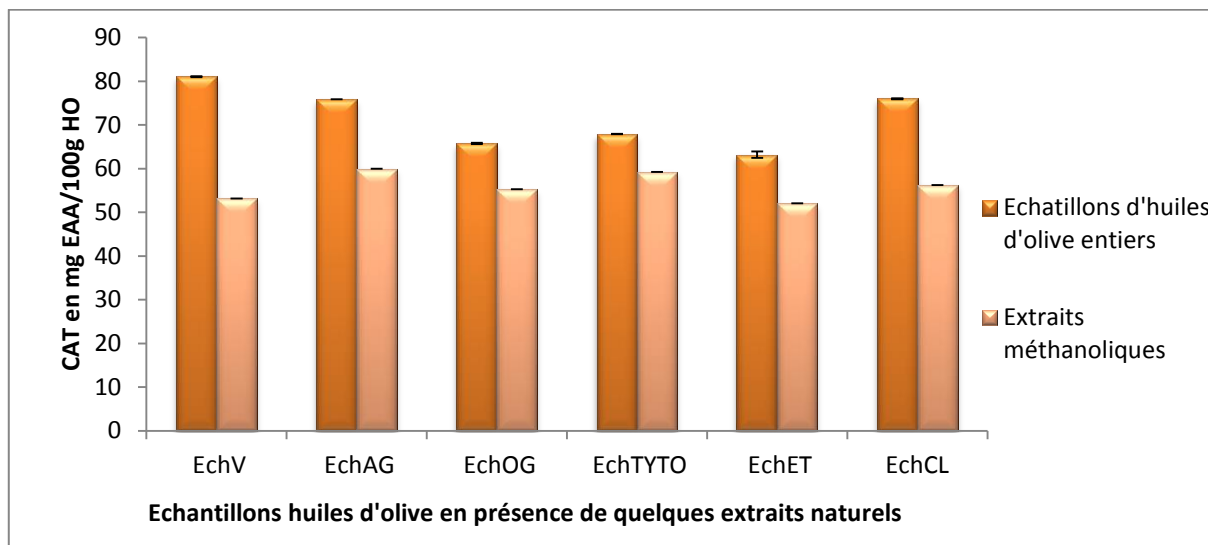
Les teneurs en proanthocyanidines peuvent être variables en raison de plusieurs facteurs tels que : la sensibilité des tanins aux différentes voies de dégradation (oxydation, la lumière...), le stade de maturité des fruits, les conditions culturales, climatiques ou le stress de prédation (**Ghedadba et al., 2015**).

Les propriétés chimiques des bioflavonoïdes en ce qui concerne la disponibilité des hydrogènes phénoliques en tant que piègeurs de radicaux donneurs d'hydrogène et extincteurs d'oxygène singulet supposent leur activité antioxydante. Pour qu'un cyanidine ou un bioflavonoïde soit défini comme un antioxydant, il doit remplir deux conditions de base : lorsqu'il est présent à de faibles concentrations par rapport au substrat à oxyder, il peut retarder ou empêcher l'auto oxydation ou l'oxydation induite par les radicaux libres (**Bagchi et al., 1998**).

### **V.3. Résultats de l'évaluation de l'activité antioxydante des échantillons d'huile d'olive vierge et des extraits méthanoliques**

#### **V.3.1. Activité antioxydant totale (TAC)**

Les résultats de la capacité antioxydante des échantillons de l'huile d'olive et de différents extraits méthanoliques de ces échantillons sont présentés dans la figure ci-dessous.



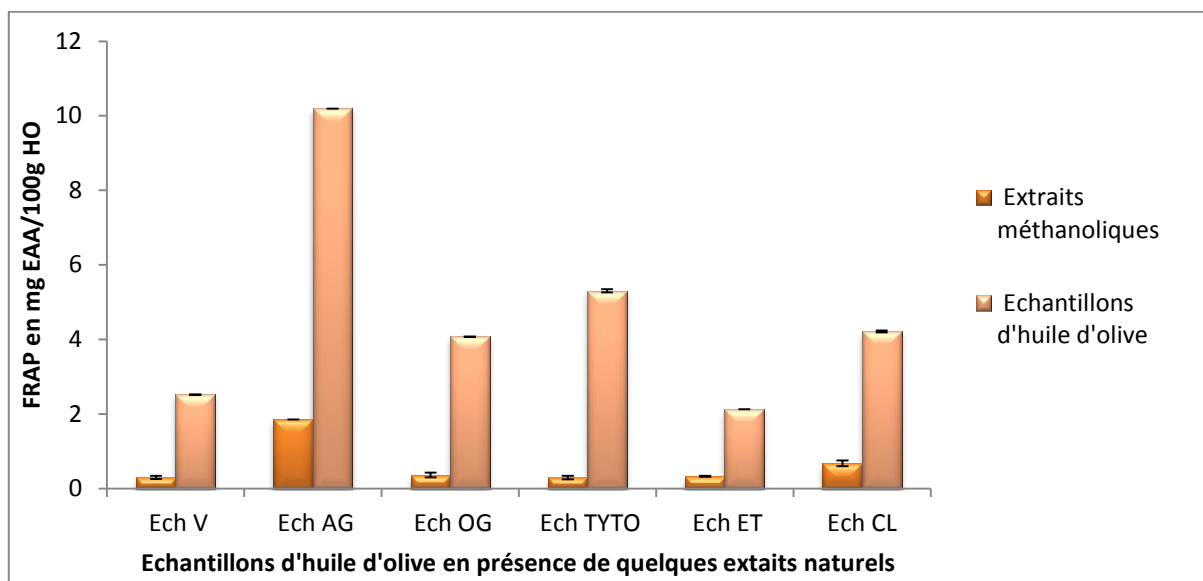
**Fig.17 :** Capacité antioxydante totale des huiles d'olive et des extraits méthanoliques des échantillons conservées avec différents extraits naturels.

D'après les résultats obtenus pour les huiles d'olive vierge et leurs extraits méthanoliques, les capacités antioxydantes totales des échantillons additionnés des extraits naturels ne suivent aucune règle claire.

D'après **Prieto et al. (1999)** cette méthode est une bonne alternative pour la détermination de la vitamine E qui contribue avec d'autres composés (caroténoïdes, flavonoïdes...) à la capacité antioxydante lipidique totale.

### V.3.2. Réduction de fer : FRAP (Ferric Reducing Antioxidant Power)

La concentration des composés réducteurs (antioxydants) dans les extraits méthanoliques et les échantillons d'huile d'olive en présence de quelques extraits naturels sont exprimée en mg Equivalent Acide Ascorbique (EAA)/100g d'extrait. Les résultats obtenus sont illustrés dans la figure ci-dessous :



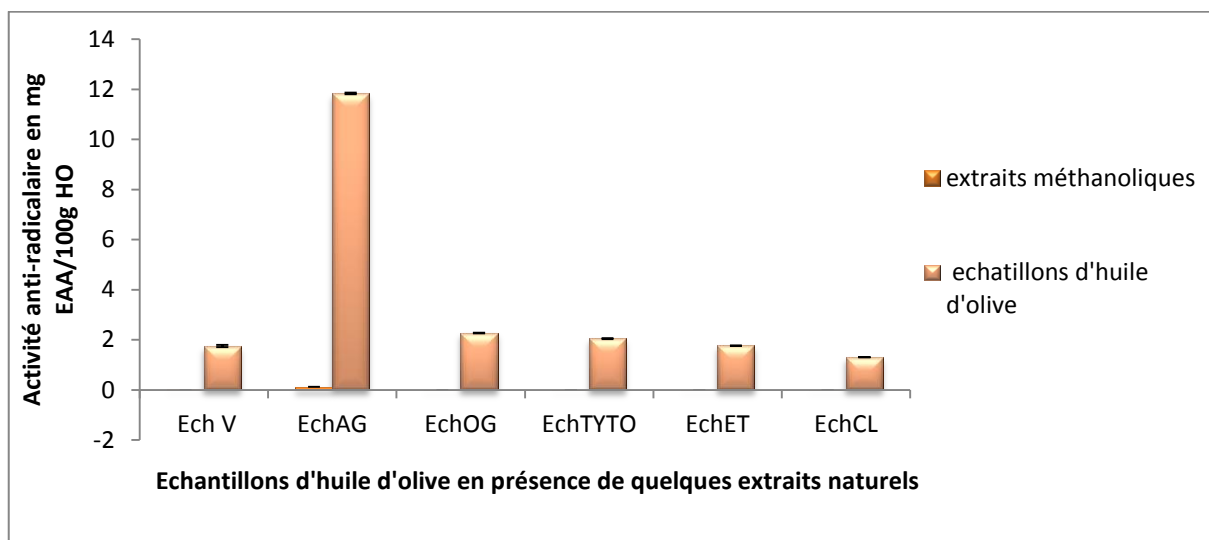
**Fig.18 :** Pouvoir réducteur ferrique des extraits méthanoliques et des huiles d'olive conservée avec différents extrait naturels.

D'après les résultats obtenus, l'EchAG montre un très fort pouvoir réducteur ferrique ions ferreux avec 1,85 mg EAA/100g pour l'extrait méthanolique, ce qui prouve toujours son pouvoir antioxydant. De même, les autres présentent des activités proches ou un peu plus élevées par rapport à l'EchV (sans extrait). Cela peut supposer la contribution de ces extraits à protéger ces huiles d'olives contre l'oxydation au cours de la conservation.

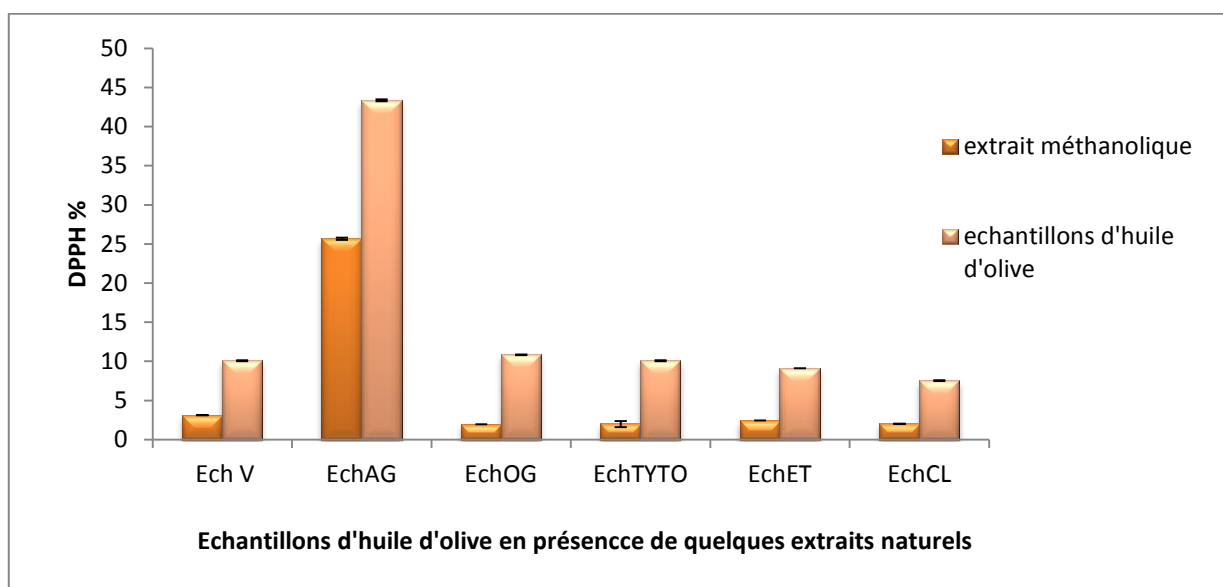
Ce résultat traduit la richesse de ces extraits en composés phénoliques ; ce test joue un rôle très important dans la chélation des métaux de transition impliqués dans la réaction de Fenton par les polyphénols (formation de radicaux hydroxyles résultant de la réaction du fer avec le peroxyde d'hydrogène) (Ghedadba et al., 2015).

### V.3.3. Activité anti-radicalaire (DPPH Scavenging activity)

Les résultats de l'activité anti-radicalaire des extraits méthanoliques et des huiles d'olive en présence de quelques extraits naturels sont exprimés en mg EAA/100g (figure 19) et en pourcentage d'inhibition du radical DPPH (figure 20).



**Fig.19 :** Activité anti-radicalaire en mg EAA/g des extraits méthanoliques des échantillons de l'huile d'olive conservés avec différents extraits naturels.



**Fig.20 :** Activité anti-radicalaire (% DPPH) des extraits méthanoliques et des huiles d'olive conservés avec différents extraits naturels.

Les mêmes constatations sont obtenus pour l'activité antiradicalaire (DPPH) (EchAG= 25,65% pour l'extrait méthanolique e), cette activité peut être attribuée la plus forte polarité de l'acide gallique (Popovici et al., 2009).

**Popovici et al. (2009)** confirme également une certaine corrélation entre la teneur en composés phénoliques et l'activité anti-radicalaire, car le piégeage des radicaux libres par des antioxydants est tributaire de deux types de mécanismes: la libération de l'atome d'hydrogène du groupement hydroxyle (cinétique rapide de certaines acides et dérivées phénoliques) et la libération d'un électron (cinétique lente des dérivées glycolyses et des anthocyanes). Dans le cas des composés phénoliques, le mécanisme principal d'action est le piégeage des radicaux libres par le transfert de l'atome H sur le DPPH• et formation d'une molécule stable DPPHH.

D'après **Rodriguez-Bernaldode et al., (2009)**, les polyphénols qui ont un nombre élevé de groupements hydroxyles présentent l'activité antioxydante la plus élevée qui est due à leur capacité de donner plus d'atomes pour stabiliser les radicaux libres et d'après notre résultats en ressort que nos échantillons ont un nombre faible de polyphénols ce qui explique cette faible activité anti-radicalaire. De ce fait, nous supposons la dégradation de nos échantillons au cours du temps de conservation, qui est du probablement a plusieurs paramètres autres que l'oxygène moléculaire.

*Conclusion générale et  
perspectives*

Le but de ce travail est de suivre l'évolution de certains paramètres physicochimiques et la stabilité oxydative de l'huile d'olive conservée pendant 24 mois, à température ambiante dans deux types d'emballage : verre et plastique (PET) et d'étudier ces mêmes paramètres pour des échantillons de l'huile d'olive conservés dans un emballage en verre avec addition de quelques extraits naturels.

Nous avons analysé huit échantillons : EchT est l'échantillon de l'huile d'olive conservée dans un récipient en verre rempli à 100%, EchV est l'échantillon de l'huile d'olive conservée dans un récipient en verre rempli à 50% et EchP est l'échantillon de l'huile d'olive conservée dans un récipient en plastique rempli à 50%

Les autres échantillons ont été mis dans des récipients en verre rempli à 50% et préparés par l'ajout de quelques extraits naturels (acide gallique, huiles essentielles de deux plantes aromatiques et extraits chloroformique et acétate d'éthyle d'un Lichen).

D'après les résultats, nous pouvons constater les points suivants :

- ♦ La teneur en eau et en matières volatiles, sont de 0,495 %; 0,6 % et 0,605 % pour les échantillons EchT ; EchV et EchP respectivement, ces valeurs sont relativement élevées par rapport à la norme fixée COI (2019) et qui est au maximum 0,2% ;
- ♦ Après les 24 mois de conservation le pourcentage de l'acidité libre de l'huile d'olive conservée dans l'emballage de plastique était plus élevé par rapport au témoin (EchT) et à l'huile conservée dans un emballage en verre (EchV) ;
- ♦ Les indices de peroxydes obtenus pour ces échantillons sont conformes à la norme commerciale du COI ( $\leq 20$  méq O<sub>2</sub> actif / kg d'huile olive) ;
- ♦ Les valeurs des extinctions en Ultra-Violet K232 et K270 obtenues pour tous les échantillons d'huile d'olive vierge dans divers emballages, indiquent qu'elles n'excèdent pas la limite fixée par le Conseil Oléicole International (COI 2019) ;
- ♦ Les chromatogrammes obtenus pour les trois échantillons révèlent la présence de deux acides gras qui sont l'acide palmitique et oléique ;
- ♦ A partir des résultats obtenus, les échantillons EchV et EchP présentent les teneurs en polyphénols totaux les plus élevées qui sont respectivement 33,59 et 31,27 mg EAG /100g ;
- ♦ Nous avons constaté que presque les mêmes activités antioxydantes sont obtenues pour les trois échantillons (EchT, EchV et EchP) avec une légère élévation pour l'EchT (récipient rempli à 100%).



En analysant l'ensemble des résultats obtenus pour les trois échantillons (EchT, EchV, EchP), il ressort que les variations obtenues pour les paramètres étudiés sont à l'origine de l'oxygène moléculaire qui se trouve au niveau de la tête du récipient et non pas à la matière de l'emballage en elle-même du moment que les résultats obtenus pour l'EchV et EchP sont très proches par rapport à ceux de l'EchT.

- ♦ Pour les échantillons additionnés de différents extraits naturels, les résultats obtenus montrent des effets qui semblent soit protecteurs, soit détériorant de la qualité de l'huile d'olive. L'échantillon additionné par l'acide gallique présente les meilleures propriétés physico-chimiques et des pouvoirs antioxydants les plus élevés.

Pour une meilleure évaluation de la qualité des huiles et afin de compléter ce travail, il serait souhaitable de poursuivre notre étude par un suivi de ces caractères pour une plus longue durée de conservation et faire des analyses de migration contenant et contenu pour expliquer mieux l'origine des modifications de la qualité du produit alimentaire.

## *Références bibliographiques*

A

**Abdelaziz, L., Kaies, S. et Patrick, M. (2015).** Effet des polyphénols extraits à partir des tourteaux et feuilles de l'olivier (*Olea europaea* L) sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive. IUT de Béthune, Université d'Artois, 10p.

**Achat, S. (2013).** Polyphénols de l'alimentation : extraction, pouvoir antioxydant et interactions avec des ions métalliques. Autre. Université d'Avignon; Université Abderrahmane Mira - Bejaïa (Bejaïa, Algérie). 211p.

**Amrouni Sais H., Fethallah R. et Fahas M., (2021).** Les exploitations oléicoles en Algérie ; quelle performance économique ? . *Recherche Agronomique*, 19 (1), 65-76.

**Aparicio, R. et Harwood, J. (2013).** Handbook of Olive Oil : Analysis and Properties. 2ème édition. New York: Springer Science and Business Media. 772p.

**Assmann G. et Wahrburg U. (1999).** Effets des composants mineurs de l'huile d'olive sur la santé (1 ère et 2ème partie). *Food-info*, 8p.

**Audigie, C.L., Dupont, G. et Zouszain, F. (1984).** Principes des méthodes d'analyse biochimique. Toma 1. Ed. Doin, pp : 136-155.

**Ayton J., Mailer R.J. Graham K. (2012).** The effect of storage conditions on extra virgin olive oil quality. Innovation for rural Australia: RIRDC Publication. N°12/024, RIRDC. 88p.

B

**Bagchi, D., Garg, A., Krohn, R. L., Bagchi, M., Bagchi, D. J., Balmoori, J. et Stohs, S. J.(1998),** Protective effects of grape seed proanthocyanidins and selected antioxidants against TPA-induced hepatic and brain lipid peroxidation and DNA fragmentation, and peritoneal macrophage activation in mice. *General Pharmacology: The Vascular System*, 30(5), 771-776.

**Barsacq, J. (2014).** Olive oil ‘huile d'olive’. *Oil seeds & fats Crops and Lipids*, 21(5), D501.

**Benlemlih, M. et Ghanam, J., (2016).** Polyphénols d'huile d'olive, trésors santé!. 2<sup>ème</sup> édition. Medicatrix. 208p.

**Ben-Moussa M T., Khelil K., Harkat H., Lakehal S. et Hedef Y. (2020).** Composition chimique, activité antimicrobienne et antioxydante de l'huile essentielle de *Brocchia cinerea* Vis, d'Algérie. *Batna Journal of Medical Sciences* 7(2),122-8.

**Ben Tekaya, I., et Hassouna, M. (2005).** Étude de la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge extra tunisienne au cours de son stockage. *Oléagineux, Corps Gras, Lipides*, 12(5-6), 447-454.

- Ben Tekaya, I. et Hassouna, M. (2007).** Effets des chlorophylles, du bêta carotène, de l'alpha tocophérol, du tyrosol et de leurs interactions sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive tunisienne. *OCL. Oléagineux, corps gras, lipides*, 14(1), 60-67.
- Ben Tekaya I., belgaied S., el Atrache a., Hassouna M., (2007),** Etude du conditionnement de l'huile d'olive dans les emballages plastiques, *Revue sciences des aliments*, 27(3), 214-233.
- Benyahia, N. et Zein K. (2003).** Analyse des problèmes de l'industrie de l'huile d'olive et solutions récemment développées. Lausanne, Suisse. 7p.
- Benzie, I. F. F. et Devaki, M. (2017),** The ferric reducing/antioxidant power (FRAP) assay for non-enzymatic antioxidant capacity: concepts, procedures, limitations and applications. *Measurement of Antioxidant Activity & Capacity*, 77-106.
- Boskou, D., Blekas G. et Tsimidou M. (2005).** Phenolic compounds in olive oil and olives. *Current Topics in Nutraceutical Research* Vol. 3, No. 2, pp. 125-136.
- Boskou, D., Blekas, G. et Tsimidou, M. (2006).** Olive oil composition. **In:** Boskou, D. Olive oil: chemistry and technology. Second edition. *AOCS Press*, pp 41-72.
- Boskou, D. (2015).** Olive fruit, table olives, and olive oil bioactive constituents. **In:** Olive and olive oil bioactive constituents. *AOCS Press*, pp 1-30.
- Bouchenak, O., Yahiaoui K., Toubal S., Benhabyles N., Laoufi R. et Arab K. (2018).** Étude comparative des huiles d'olives de cinq régions d'algérie (bouira, bejaia, biskra, dellys et jijel). *Revue agrobiologia*, 8(2), 1038-1046.
- Bouhadjra, K. (2011).** Etude de l'effet des antioxydants naturels et de synthèse sur la stabilité oxydante de l'huile d'olive vierge. Thèse de Magister en chimie de l'environnement. Université Mouloud Mammari, Tizi-Ouzou. 96p.
- Boulfane, S., Maata, N., Anouar, A. et Hilali, S. (2015).** Caractérisation physicochimique des huiles d'olive produites dans les huileries traditionnelles de la région de la Chaouia- Maroc. *Journal of Applied Biosciences*, 87(1), 8022-8029.
- Bourhis, E.L. (2014).** Applications of Glass. **In :** Glass, (2<sup>ème</sup> édition). 41-54.
- Boutonnier J.L. (2012).** Verre d'emballage alimentaire. Techniques de l'ingénieur. Matériaux pour contact alimentaire.
- Bubonja-Sonje, M., Giacometti, J. et Abram, M. (2011).** Antioxidant and antilisterial activity of olive oil, cocoa and rosemary extract polyphenols. *Food Chemistry*, 127(4), 1821-1827.

**Campaniello, D., Bevelacqua, A., D'Amto, D., RasarioCorbo, M., Alteiri, C. et Singaglia, M. (2005).** Microbial characterization of table olives processed according styles. *Grasas Y Aceities*, 4, 289-294.

**Cecchi, T., Passamonti, P. et Cecchi, P. (2010).** Study of the quality of extra virgin olive oil stored in PET bottles with or without an oxygen scavenger, *Food Chemistry*, 120, 730-735.

**Chan, E. W. C., Lim, Y. Y., Wong, L. F., Lianto, F. S., Wong, S. K., Lim, K. K., et Lim, T. Y. (2008).** Antioxidant and tyrosinase inhibition properties of leaves and rhizomes of ginger species. *Food Chemistry*, 109(3), 477-483.

**Chimi H. (2006).** Technologies d'extraction de l'huile d'olive et de gestion de sa qualité. Bulletin mensuel d'Information et de Liaison du Programme National de Transfert de Technologie en Agriculture PNTTA. 141 : 1-4.

**Chou, S.T., Chao, W.W. et Chung, Y.C. (2003).** Antioxydative activity and safety of 50% ethanolic red bean extract (*Phaseolus radiatus L. var. Aurea*). *Journal of food science*, 68, 21-25.

**CNE, (2010).** L'emballage et la santé, l'hygiène et la sécurité. Siret n° 41513678700025 APE : 913. Paris. P 2-3.

**CNE, (2013).** Conseil National de l'Emballage. L'emballage et la santé, l'hygiène et la sécurité : Le couple produit-emballage. 40 p.

**Conseil Oléicole International (COI), (2006).** Guide de gestion de la qualité de l'industrie de l'huile d'olive : les moulins. T.33/doc.no 2-4. 20p.

**Conseil Oléicole International (COI), (2008).** Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. COI/T.15/NC n°3/Rév.3. 19p.

**Conseil oléicole international (COI), (2011).** Guide pour la détermination des caractéristiques des olives à huile. COI/OH/Doc. N° 1, 34p.

**Conseil oléicole international (COI), (2019).** Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. COI/T.15/NC n° 3/Rév. 14. 17p.

**Conseil TAC. (2010),** Le guide de l'emballage alimentaire, conseil TAC.

**Croguennec, T. (2016).** Lipid Oxidation. **In** : Handbook of Food Science and Technology 1 (eds R. Jeantet, T. Croguennec, P. Schuck and G. Brulé), 99-131.

**Cuvelier, C., Cabaraux, J.F., Dufrasne, I., Hornick, J.L., et Istassek, L. (2004).** Acides gras : nomenclature et sources alimentaires. *Annales de Médecine Vétérinaire*, 148, 133-140.

**Cuvelier, M.E. et Maillard, M.N. (2012)**, Stabilité des huiles alimentaires au cours de leur stockage. *Oléagineux, Corps Gras, Lipides*, 19(2), 125–132.

#### D

**Dabbou, S., Gharbi, I., Dabbou, S., Brahmi, F., Nakbi, A. et Hammami, M. (2011)**. Impact of packaging material and storage time on oliveoil quality. *African Journal of Biotechnology*, 10(74), 16937-16947.

**Dabbou, S., Dabbou, S., Selvaggini, R., Urbani, S., Taticchi, A., Servili, M. et Hammami, M. (2011)**. Comparison of the Chemical Composition and the Organoleptic Profile of Virgin Olive Oil from Two Wild and Two Cultivated Tunisian *Olea europaea*, *Chemistry & Biodiversity*, 8, 189-202.

**Dawson, D. (2018)**. Comment les microorganismes affectent les qualités sensorielles de l'huile d'olive, Olive oil times.

« <https://www.oliveoiltimes.com/fr/production/microorganisms-affect-sensorial-qualities-olive-oil/61986> ».

**Deschênes, L. (1991)**. Les transferts de masse dans le couple aliment-emballage plastique: clé de l’emballage alimentaire. *Canadian Institute of Food Science and Technology Journal*, 24(5), 203-207.

**Diego, I G. et Ramón, A.R. (2008)**. Virgin olive oil - chemical implications on quality and health. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 110, 602-607.

**Directive européenne 94/62 / CE Directive n° 94/62/CE du 20/12/94** relative aux emballages et aux déchets d'emballages.

#### E

**Edwin, F. (2005)**. Lipid oxidation. 2<sup>ème</sup> édition. California: Woodhead Publishing Limited. 470 p.

**Elbir, M., Amhoud, A., Houlali, I., Moubarik, A., Hasib, H., Jouad, A. et Mbarki, M. (2014)**. Caractérisation et classification des huiles d’olives monovariétales de deux régions au Maroc (Meknès-Tafilalet et Marrakech-Tensift-Al Haouz). *Journal of Materials and Environmental Science*, 5 (2), 565-570.

#### F

**Faghime, J., Guasmi F., Ben Mohamed M., Ben Ali S., Triki T., Guesmi A., Zamouri T., Mostfa L., Nagaz K. (2017)**. Comparaison de la composition physicochimique d’huile d’olive chez la variété Chemlai sous l’effet de l’irrigation. *Revue des régions arides*, 43, 513- 521.

**FAO. (2014)**. Solutions d’emballage alimentaire adaptées aux pays en développement. 36p.

**Fernandez-Orozco, R., Roca M., Gandul-Rojas, B. et Gallardo-Guerrero, L. (2011).** DPPH-scavenging capacity of chloroplastic pigments and phenolic compounds of olive fruits (cv. Arbequina) during ripening. *Journal of food composition and analysis*, 24, 858-864.

## G

**Galanakis, C. M., Tsatalas, P., Charalambous, Z. et Galanakis, I. M. (2018).** Polyphenols recovered from olive mill wastewater as natural preservatives in extra virgin olive oils and refined olive kernel oils. *Environmental Technology & Innovation*, 10, 62–70.

**Gaussorgues, R. (2009).** L'olivier et son pollen dans le bassin méditerranéen. Un risque allergique ? *Revue française d'allergologie*, 49, s2-s6.

**Genin, G. (1963).** L'emploi des plastiques pour l'emballage des produits laitiers. *Le Lait, INRA Editions*, 43 (428), 507-517.

**Ghedadba, N., Hambaba, L., Ayachi, A., Aberkane, M. C., Bousselfela, H., &Oueld-Merouane, A., Noui, A., Medjahed, H., NedjariBenhadj Ali, K. et Saadi, A. (2015).** Activité antioxydante des composés phénoliques d'huile d'olive extraite par méthode traditionnelle. *International Journal of Biological and Chemical Sciences*, 8(4), 1865.

**Giuffrè, A.M., Louadj, L., Poiana, M. et Macario, A. (2012).** Composition en stérols des huiles extraites d'olives de cultivars de la province de Reggio Calabria (sud d'Italie). *Rivista Italiana Delle Sostanze Grasse*, 89, 177-183.

**Grayhurst, P. et Girling, P. J. (2011).** Packaging of Food. **In:** Glass Containers. *Food and Beverage Packaging Technology*, 137–156.

**Gülçin, İ., Oktay, M., Küfrevioğlu, İ. et Aslan, A. (2002).** Determination of antioxidant activity of lichens *Cetraria islandica* (L) Ach. *Journal of Ethnopharmacology*, 79, 325-329.

## H

**Haddam, M., Chimi, H. et Aziz Amine, M. (2014).** Formulation d'une huile d'olive de bonne qualité. *Oléagineux, Corps Gras, Lipides*, 21(5) D507.

**Haddam, M., Chimi, H., El-Antari, A., Zahouily, M., Mouhibi, R., Zaz, A., Ibrahimi, M., Popovici, C., Saykova I. et Tylkowski B. (2009).** Evaluation de l'activité antioxydant des composés phénoliques par la réactivité avec le radical libre DPPH. *Revue de génie industriel*, 4, 25-39.

**Hatipoglu, G., Sökmen, M., Bektas, E., Daferera, D., Sökmen, A., Demir, E. et Sahin, H. (2013).** Automated and standard extraction of antioxidant phenolic compounds of *Hyssopus officinalis* L. ssp. *angustifolius*. *Industrial Crops and Products*, 43, 427–433.

**Hennebelle, T., Sahpaz, S. et Bailleul, F. (2004).** Polyphénols végétaux, sources, utilisations et potentiel dans la lutte contre le stress oxydatif. *Phytothérapie*, 2(1), 3-6.

**Henry, S. (2003).** L'huile d'olive, son intérêt nutritionnel, ses utilisations en pharmacie et en cosmétique. Thèse de Doctorat. Université Henri Poincaré – NANCY. 127p.

**Herrera B., Dueñas A. (2008).** La cata d'aceites : aceite d'oliva virgen. Características organolépticas y análisis sensorial. Sivilla.junta de andalucía. Instituto de investigación y formación agraria y pesquera, consejería de agricultura y pesca, Secretaria General Técnica, Pp. 16-18.

**Hérvé, M. (2002).** Fonction emballage. *Techniques de l'ingénieur*. 2p.

#### I

**INRA. (1998),** Emballages plastiques alimentaires et sécurité de consommateur. Direction de l'information et de communication. Paris. 2p

#### J

**Jaber, H., Ayadi, M., Makni, J., Rigane, G., Sayadi, S. et Bouaziz, M. (2012).** Stabilization of refined olive oil by enrichment with chlorophyll pigments extracted from Chemlali olive leaves. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 114(11), 1274–1283.

**Jayaprakasha, G.K., Girenavar, B. et Patil, B. S. (2008).** Antioxidant capacity of pummelo and navel oranges: Extraction efficiency of solvents in sequence. *Food and Agriculture Organization of the United Nations*, 41, 376-384.

**Judde, A. (2004).** Prévention de l'oxydation des acides gras dans un produit cosmétique : mécanismes, conséquences, moyens de mesure, quels antioxydants pour quelles applications ? *Oléagineux, Corps Gras, Lipides*, 11(6), 414-418.

#### K

**Kalantzakis, G., Blekas, G., Pegklidou, K. et Boskou, D. (2006).** Stability and radical-scavenging activity of heated olive oil and other vegetable oils. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 108(4), 329–335.

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

**Kanavouras A. et Coutelieris F.A. (2006),** Shelf-life predictions for packaged olive oil based on simulations. *Food Chemistry*, 96, 48-55.

**Karleskind, A. (1992).** Généralités. In : Manuel des corps gras. Ed : Lavoisier, Tec. et Doc, paris, p.1-46.



**Kiritsakis, A. et Markakis, P. (1987).** Olive oil: a review advanced in food research. *Academic press*, 31, 453-482.

**Kirwan, M.J., Plant, S. et Strawbridge, J.W. (2011).** Plastics in Food Packaging. **In :** Food and Beverage Packaging Technology (eds R. Coles and M. Kirwan), 157–212.

### L

**Lamani, O. et Ilbert, H. (2016).** La segmentation du marché oléicole. Quelles politiques de régulation du marché d'huile d'olive en algérie ?. *New mediterranean journal*, 15 (3), 9-28.

**Lechevalier, V. (2016).** Packaging: Principles and Technology. **In:** Handbook of Food Science and Technology 2. Pp. 269–315.

### M

**Mahhou A., Jermmouni, A., Hadiddou, A., Oukabli, A. et Mamouni, A. (2014).** Période de récolte et caractéristiques de l'huile d'olive de quatre variétés en irrigué dans la région de Meknès. *Revue Marocaine des Science Agronomique et Vétérinaires*. 2(2) :5-15.

**Maksimovic, Z., Malencic, D. et Kovacevic, N. (2005).** Polyphenol contents and antioxidant activity of *Maydis stigma* extracts. *Bioresource Technology*, 96, 873–877.

**Maltas, E., Vural, H. C. et Yildiz, S. (2011).** Antioxidant activity and fatty acid composition of ginkgo biloba from turkey. *Journal of food biochemistry*, 35(3), 803–818.

**Marouane, A., Naoui, A., Medjahed, H., Ali, k. et Saadi, A. (2014).** Activité antioxydant des composés phénoliques d'huile d'olive extraite par méthode traditionnelle. *International Journal Biological Chemical Science*, 8 (4), 1865-1870.

**Marsh, K., Bugusu, B. (2007),** Food Packaging-Roles, Materials, and Environmental Issues. *Résumé scientifique*, 72(3), 39-55.

**Meftah, H., Latrache, H., Hamadi, F., Hanine, H., Zahir, H. et El louali, M. (2014).** Comparaison des caractéristiques physicochimiques des huiles d'olives issus de différentes zones de la région tadla azilal (maroc). *Journal of Materials and Environmental Science*, 5(2), 641-646.

**Meot-Duros, L., Floch, G.L. et Magné, C. (2008).** Radical scavenging, antioxidant and antimicrobial activities of halophytic species. *Journal of Ethnopharmacology*, 116, 258-262.

**Merouane, A., Noui, A., Medjahed, H., Nedjari Benhadj Ali, K. et Saadi, A. (2015).** Activité antioxydante des composés phénoliques d'huile d'olive extraite par méthode traditionnelle. *International Journal of Biological and Chemical Sciences*, 8(4), 1865-1870.

**Min, B., et Ahn, D. U. (2014).** Packaging and Storage. **In :** Handbook of Fermented Meat and Poultry. Pp.273-280.

**Moirrence, S. et Nicolas, J. (2006).** Oléiculture, collection Loubatière : 10-11.

#### N

**Nakbi, A., Issaoui, M., Dabbou, S., Koubaa, N., Echbili, A., Hammami, M. et Attia, N., (2010).** Evaluation of antioxidant activities of phenolic compounds from two extra virgin olive oils. *Journal of Food Composition and Analysis*, 23, 711-715.

**Nasini, L. et Proietti, P. (2014).** Olive harvesting. **In** : Peri, C. (Ed.). *The Extra-Virgin Olive Oil Handbook*, 87–105.

**Novidzro, K., Wokpor, K., Amoussou Fagla, B., Koudouvo, K., Dotse, K., Osseyi, E. et Koumaglo, K. (2019).** Etude de quelques paramètres physicochimiques et analyse des éléments minéraux, des pigments chlorophylliens et caroténoïdes de l'huile de graines de *Griffonia simplicifolia*. *International journal of Biological and Chemical Sciences*. 13(4): 2360-2373

#### O

**Ollivier, D. (2003).** Recherche d'adultération dans les huiles végétales : application à la qualité des huiles vierges et notamment de l'huile d'olive. *Oléagineux, Corps Gras, Lipides*, 10(4), 315–320.

#### P

**Paiva-Martins, F. et Kiritsakis, A. (2017).** Olive fruit and olive oil composition and their functional compounds. *Olives and Olive Oil as Functional Foods*, 81–115.

**Plard J., (2014).**: Apport de la chimométrie et des plans d'expériences pour l'évaluation de la qualité de l'huile d'olive au cours de différents processus de vieillissement. Thèse de doctorat Université de Marseille, Sciences chimiques Laboratoire d'Instrumentation et Sciences Analytiques (LISA ). 192p.

**Popovici, C., Saykova, I. et Tylkowski, B. (2009),** Evaluation de l'activité antioxydant des composés phénoliques par la réactivité avec le radical libre DPPH. *Revue de génie industriel*, 4, 25-39.

**Pouyet, B. et Ollivier, V. (2014).** Réglementations sur l'étiquetage et la présentation des huiles d'olive. *Oil seeds & fats Crops and Lipids*, 21(5), D508.

**Pradeau D., (2004).** Migration dans les aliments des composants de matériaux plastiques. **In** : les risqué alimentaires d'origine chimique. Rérat (Ed), N° 14, 127-140.

**Prieto, P., Pineda, M. et Aguillar, M. (1999).** Spectrophotometric quantitation of antioxidant capacity through the formation of phosphor molybdenum complex: specific application to determination of vitamin E. *Analytical biochemistry*, 269, 337-341.

**Pristouri G., Badeka A. et 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, 412-418.

## R

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

**Recyc-Québec (2006).** Les plastiques-Fiche d'information. Québec, Recyc-Québec. p1.

**Rodriguez-Bernaldo de Quiros, A., Lage-Yusty, M.A. et Lopez-Hernandez, J. (2009).** HPLC analysis of polyphenolic compounds in Spanish white wines and determination of their antioxidant activity by radical scavenging assay. *Food Research International*, 42, 1018–1022.

**Rolland, Y. (2004).** Antioxydants naturels végétaux. *Oléagineux, Corps Gras, Lipides*, 11(6), 419-424.

## S

**Sánchez, J.L., Carretero, A.S. et Gutiérrez, A.F. (2009).** Composición del aceite de oliva. In : Gutiérrez A F. et Carretero A S. El Aceite de Oliva Virgen: Tesoro de Andalucía. unicaja fundación. Pp 197-224.

**Severin, I., Riquetb A.M., et Chagnon, M.C. (2010).** Matériaux d'emballage à contact alimentaire materials. *Cahiers de nutrition et de diététique*, 46, 59—66.

**Shahidi, F. et Zhong, Y. (2005).** Antioxidants: regulatory status. *Bailey's industrial oil and fat products*,(6), 491-512.

**Shin, J. et Selke, S. E. M. (2014),** Food Packaging. In: Food Processing, 249–273.

**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.

**Škevin, D., Rade, D., Štrucelj, D., Mokrovšak, Ž., Nederal, S. et Benčić, Đ. (2003).** The influence of variety and harvest time on the bitterness and phenolic compounds of olive oil. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 105(9), 536–541.

**Subramanian, M.N. (2011).** Plastics Materials. In: Basics of Troubleshooting in Plastics Processing, M.N. Subramanian (Ed.). 217p.

## T

**Tanouti, K., Elamrani, A., Serghini-Caid, H., Khalid, A., Bahtta, Y., Benali, A., Harkous, M. et Khiar, M. (2010).** Caractérisation de l'huile d'olive produite dans des coopératives pilote (Lakamara et kenine) au niveau du Maroc oriental. *Technologie de laboratoire*, 5, 18-26.

**Tanouti, K., Caid, H. S., Abid, M., Mihamou, A., Khiar, M., Hachem, M., Bahetta Y. et Elamrani, A. (2011).** Isly Huile d'Olive Vierge Analyse des Triglycérides et Composition enAcides Gras. *Les technologies de laboratoire*, 23, 58-63.

**Tuck, K. L. et Hayball, P. J. (2002).** Major phenolic compounds in olive oil: metabolism and health effects. *The Journal of Nutritional Biochemistry*, 13(11), 636–644.

**Turkmen, N., Sari, F. et Velioglu, Y.S. (2006).** Effect of extraction solvents on concentration and antioxidant activity of black and black mate tea polyphenols determined by ferrous tartrate and Folin-Ciocalteu methods. *Food Chemistry*, 99, 835-841.

#### V

**Veillet, S. (2010).** Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : entre tradition et innovation. Thèse de Doctorat, Université d'Avignon et des pays de Vaucluse. 161p.

**Velasco, J. et Dobarganes, C. (2002).** Oxidative stability of virgin olive oil. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.*, 104, 661-676.

#### W

**Wiesman, Z. (2009).** Desert olive oil cultivation: advanced bio technologies. 1<sup>ère</sup> édition. USA: Academic press. 398p.

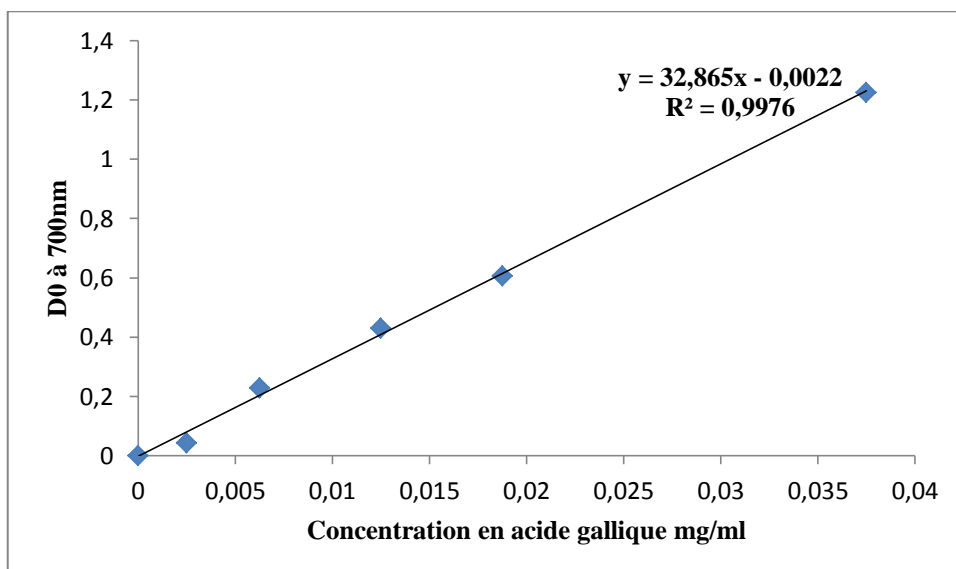
#### Z

**Ziani, B. E. C. (2015).** Extraits de douze plantes médicinales poussant en Algérie : Etude phytochimique, activité biologique et essai d'incorporation des extraits de deux plantes dans une huile d'olive. Thèse de Doctorat : Ecole Nationale Supérieure Agronomique à El Harrach, Alger, 99 p.

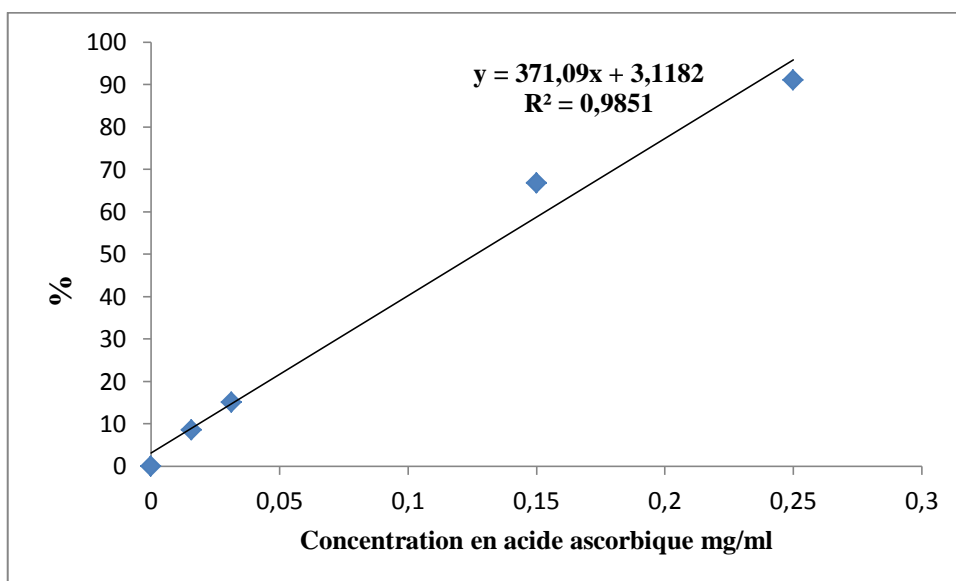
**Zouiten, N., El Hadrami, I. (2001).** La psylle de l'olivier : état des connaissances et perspectives de lutte. *cahiers agricultures*, 10, 225-32.

# ***Annexes***

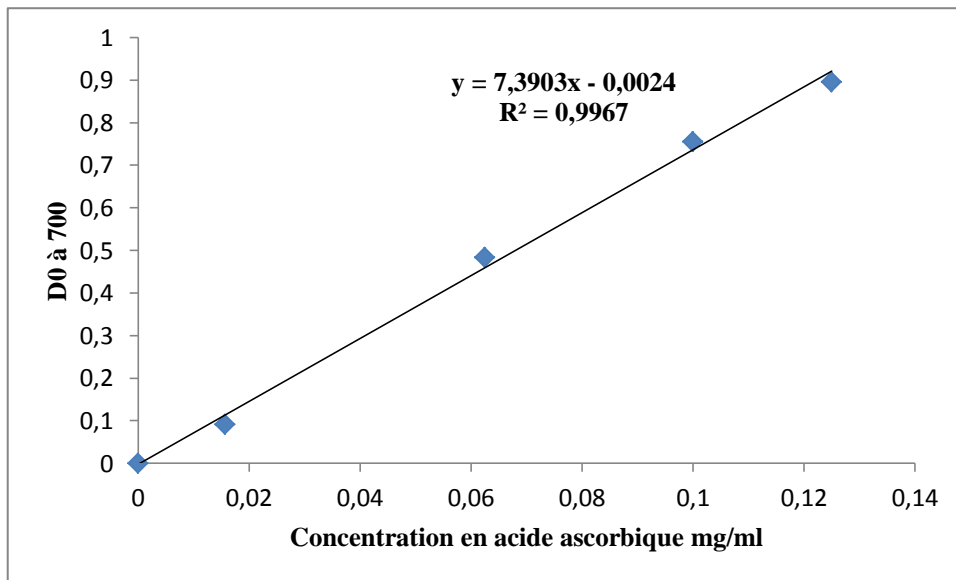
## Annexes



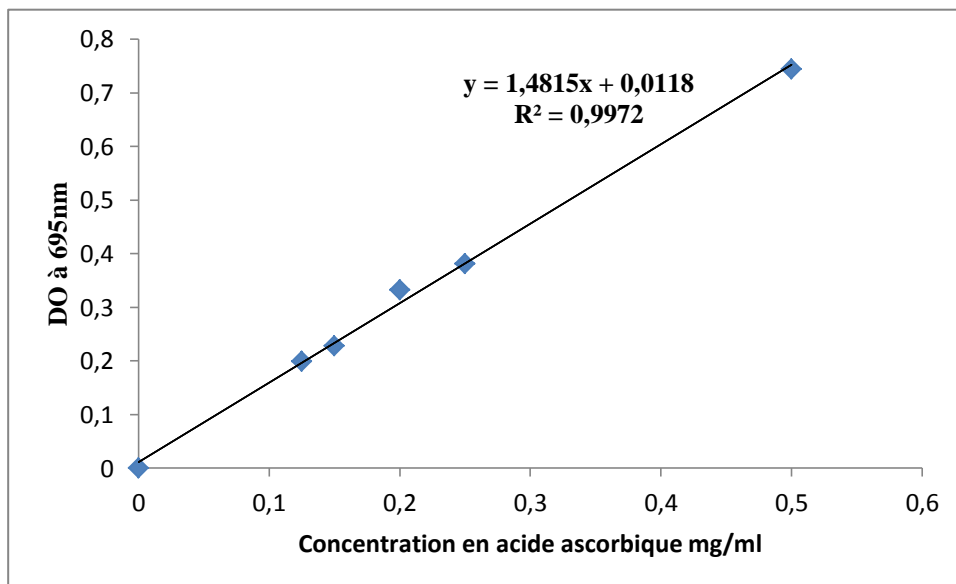
Courbe d'étalonnage d'acide gallique (dosage des polyphénols)



Courbe d'étalonnage d'acide ascorbique (DPPH)



Courbe d'étalonnage d'acide ascorbique (FRAP).



Courbe d'étalonnage d'acide ascorbique (CAT).

## Résumé

Dans le souci de maintenir la qualité d'une huile d'olive et de prolonger sa durée de conservation, de nombreuses recherches concernant le meilleur choix des emballages et la détermination des meilleures conditions de stockage ont été réalisées.

Notre étude est portée sur l'effet de l'emballage sur les caractéristiques physicochimiques et la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge conservée dans du verre et du plastique. De même, des échantillons conservés dans un emballage en verre ont fait l'objectif d'ajout de quelques extraits naturels. Tous les échantillons ont été conservés à température ambiante et pendant 24 mois.

Des paramètres physicochimiques (humidité, pH, indice de peroxyde, extinction spécifique à K232 et K270, ...), des teneurs en polyphénols et des activités antioxydantes ont été vérifiés afin de déterminer l'influence de la durée de conservation sur la stabilité de l'huile d'olive.

D'après les résultats obtenus, les échantillons conservés dans divers emballages ont conservé leur qualité physico-chimiques pendant les 24 mois de conservation avec une qualité qui est conforme à la norme fixée par COI (2019), excepte pour le paramètre de l'humidité qui excède la norme. Cependant, les extraits naturels ajoutés présentent des effets qui semblent soit protecteurs, soit détériorant de la qualité de l'huile d'olive.

Les teneurs en polyphénols totaux et en protoanthoyanidine ont été déterminées. L'activité antioxydante a été également estimée par plusieurs méthodes. Les valeurs obtenues montrent des teneurs variables ainsi des activités anti-oxydantes très prononcées pour les échantillons conservés dans les deux types d'emballage (verre et plastique) ainsi que l'échantillon conservé avec l'acide gallique.

**Mots clés :** huile d'olive, paramètres physicochimiques, activité antioxydante, emballage.

## Abstract

In order to maintain the quality of olive oil and to extend its shelf life, many researches concerning the best choice of packaging and the determination of the best storage conditions have been carried out.

Our study focuses on the effect of packaging on the physicochemical characteristics and oxidative stability of virgin olive oil stored in glass and plastic. Similarly, samples stored in glass packaging were subjected to the addition of some natural extracts. All samples were stored at room temperature and for 24 months.

Physicochemical parameters (humidity, pH, peroxide value, specific extinction at K232 and K270,...), polyphenol contents and antioxidant activities were checked in order to determine the influence of the storage time on the stability of the olive oil.

According to the results obtained, the samples stored in different packages have maintained their physicochemical quality during the 24 months of storage with a quality that is in accordance with the standard set by COI (2019), except for the parameter of humidity that exceeds the standard. However, the added natural extracts present effects that seem to be either protective or deteriorating of the quality of the olive oil.

The contents of total polyphenols and protoanthoyanidin were determined. The antioxidant activity was also estimated by several methods. The values obtained show variable contents as well as very pronounced antioxidant activities for the samples preserved in both types of packaging (glass and plastic) as well as the sample preserved with gallic acid.

**Key words:** olive oil, physicochemical parameters, antioxidant activity, packaging.

## المخلص

من أجل الحفاظ على جودة زيت الزيتون وإطالة مدة صلاحيته، تم إجراء الكثير من الأبحاث حول أفضل اختيار للتعبئة وتحديد أفضل ظروف التخزين.

تركز دراستنا على تأثير التعبئة والتغليف على الخصائص الفيزيائية والكيميائية والاستقرار التأكسدي لزيت الزيتون البكر المخزن في الزجاج والبلاستيك. وبالمثل، فإن العينات المخزنة في عبوات زجاجية تم إضافتها ببعض المستخلصات الطبيعية. تم تخزين جميع العينات في درجة الحرارة الطبيعية ولمدة 24 شهراً.

تم التحقق من الخصائص الفيزيائية والكيميائية (الرطوبة، ودرجة الحموضة، ومؤشر البيروكسيد، والامتصاص النوعي عند الموجة K232 و K270، وما إلى ذلك)، ومحتويات البولي فينول وأنشطة مضادات الأكسدة وذلك من أجل تحديد تأثير مدة التخزين على ثبات زيت الزيتون وفقاً للنتائج التي تم الحصول عليها، احتفظت العينات المخزنة في عبوات مختلفة بجودتها الفيزيائية والكيميائية خلال 24 شهراً من التخزين بجودة تتوافق مع المعيار الذي حددته المجلس الدولي للزيتون (COI 2019)، باستثناء خاصية الرطوبة التي تجاوزت المعيار. في حين، فإن المستخلصات الطبيعية المضافة لها تأثيرات بحث يبدو أنها تحمي أو تؤدي إلى تدهور جودة زيت الزيتون.

تم تحديد محتويات البوليفينول الكلي و protoanthoyanidine. تم تقدير النشاط المضاد للأكسدة أيضاً بعدة طرق. تظهر القيم التي تم الحصول عليها محتويات متفاوتة، بالإضافة إلى أنشطة مضادات الأكسدة جد واضحة للعينات المخزنة في نوعي العبوات (الزجاج والبلاستيك) وكذلك العينة المخزنة بحمض الغاليك.

**الكلمات المفتاحية :** زيت الزيتون، الخصائص الفيزيائية والكيميائية، النشاط المضاد للأكسدة، التعبئة والتغليف.