

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

République Algérienne Democratique et Populaire  
Ministere de l'Enseignement Superieur et de la Recherche Scientifique



Université de Jijel

Faculté des Sciences de la Nature  
et de la Vie

Département de Microbiologie Appliquée  
et Sciences Alimentaires



جامعة جيجل

كلية علوم الطبيعة والحياة

قسم الميكروبيولوجيا التطبيقية و علوم التغذية

M. G. 09/13

## Mémoire De Fin D'études Pour L'obtention Du Diplôme Master 2 en Biologie

Option : Contrôle de Qualité des Produits Alimentaires

Intitulé

1/1



### Contrôle de qualité de l'huile d'olive de la région de Jijel

Membres de jury :

Président : M<sup>r</sup> LAIB S.

Examineur : M<sup>lle</sup> BEKKA F.

Encadreur : D<sup>r</sup> IDOUI T.

Présenté par :

M<sup>lle</sup> AIMOUNE Yassamina

M<sup>lle</sup> ZEGHLOUL Siham

Année Universitaire 2012-2013

---

# Sommaire

---

Liste des tableaux

Liste des figures et photos

Liste des abréviations

**Introduction**..... 01

## Synthèse Bibliographique

**Chapitre I : Olivier et huile d'olive**..... 04

I.1. Généralités..... 04

I.2. L'olivier et les olives..... 04

I.3. L'huile d'olive..... 04

I.3.1. Classification de l'huile d'olive..... 05

I.3.2. Technologie de fabrication de l'huile d'olive..... 06

I.3.3. Production et consommation de l'huile d'olive..... 10

I.3.4. Composition et caractéristiques..... 11

**Chapitre II. Qualité de l'huile d'olive**..... 13

II.1. Critères d'évaluation de la qualité de l'huile d'olive..... 13

II.1.1. Caractéristiques physicochimiques..... 13

II.1.2. Caractéristiques sensorielles..... 14

II.2. Facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive..... 15

II.3. Huile d'olive et diététique..... 18

## Etude Expérimentale

### II. Matériel et méthodes

II.1. Echantillonnage..... 21

II.2. Contrôle organoleptique..... 21

II.3. Qualité physicochimique..... 22

II.3.1. pH ..... 22

II.3.2. Indice d'acide et d'acidité ..... 22

I.3.3. Indice de peroxyde..... 23

I.3.4. Indice de saponification..... 23

II.3.5. Indice d'iode..... 24

II.3.6. Indice de réfraction..... 24

II.3.7. Recherche du glycérol..... 24

II.3.8. Teneur en eau et en matières volatiles..... 24

II.3.9. Mesure de la teneur en impuretés insolubles..... 25

II.3.10. Détermination du point de solidification et de fusion..... 25

II.3.11. Détermination du point de fumée..... 25

II.3.12. Détermination de la densité relative..... 25

II.3.13. Détermination du coefficient d'extinction  $K_{270}$  et  $K_{232}$ ..... 25

II.3.14. Détermination de la composition en acides gras par GC-MS..... 26

II.3.15. Dosage des caroténoïdes totaux..... 26

II.3.16. Dosage de la teneur en chlorophylle..... 27

II.3.17. Dosage des composés phénoliques..... 27

II.3.18. Dosage des flavonoïdes.....	27
II.3.19. Dosage des tanins condensés.....	27
II.4. Qualité microbiologique.....	28
II.4.1. Préparation des dilutions décimales.....	28
II.4.2. Dénombrement de la FTAM.....	28
II.4.3. Dénombrement des coliformes totaux et thermotolérants.....	28
II.4.4. Dénombrement des levures et moisissures.....	28
II.4.5. Dénombrement de la flore lactique.....	28
II.5. Evaluation de l'activité antioxydante.....	28
II.6. Analyse statistique.....	29

### **III. Résultats et discussions**

III.1. Contrôle organoleptique.....	31
III.2. Contrôle physicochimique.....	44
III.3. Contrôle microbiologique.....	65
III.4. Activité antioxydante.....	67
<b>Conclusion</b> .....	70

### **Références bibliographiques**

### **Annexes**

---

# Liste des tableaux

---

<b>Tableau I</b> : Codage et système d'extraction des 18 échantillons de l'huile d'olive.....	21
<b>Tableau II</b> : Résultats donnés par le dégustateur 1.....	32
<b>Tableau III</b> : Résultats donnés par le dégustateur 2.....	34
<b>Tableau IV</b> : Résultats donnés par le dégustateur 3.....	36
<b>Tableau V</b> : Résultats donnés par le dégustateur 4.....	38
<b>Tableau VI</b> : Résultats donnés par le dégustateur 5.....	40
<b>Tableau VII</b> : Résultats de la recherche du glycérol .....	50
<b>Tableau VIII</b> : Qualité microbiologique des 18 échantillons de l'huile d'olive.....	66

---

# Liste des figures et des photos

---

<b>Figure 01 :</b> Image au microscope électronique à balayage de coalescence de gouttelettes d'huile.....	08
<b>Figure 02 :</b> Couleur de l'huile par rapport au degré de maturité.....	16
<b>Figure 03 :</b> Histogrammes d'indice d'acide (mg/g), acidité oléique (%) et pH des 18 échantillons de l'huile d'olive.....	44
<b>Figure 04 :</b> Histogramme de l'indice de peroxyde des 18 échantillons d'huile d'olive.....	46
<b>Figure 05 :</b> Histogramme de l'indice de saponification des 18 échantillons de l'huile d'olive.....	47
<b>Figure 06 :</b> Histogrammes d'indices d'iode des 18 échantillons de l'huiles d'olive.....	48
<b>Figure 07 :</b> Comparaison entre l'indice d'iode et la composition en acides gras insaturés des 18 échantillons d'huile d'olive.....	49
<b>Figure 08 :</b> Histogrammes d'indices de réfraction des 18 échantillons de l'huile d'olive.....	50
<b>Figure 09 :</b> Histogramme de la teneur en eau des 18 échantillons de l'huile d'olive.....	52
<b>Figure 10 :</b> Histogramme de la teneur en impuretés des 18 échantillons de l'huile d'olive.....	53
<b>Figure 11 :</b> Histogrammes de point de fusion et de solidification des 18 échantillons de l'huile d'olive.....	54
<b>Figure 12 :</b> Histogramme de point de fumée des 18 échantillons de l'huile d'olive.....	55
<b>Figure 13 :</b> Histogramme de la densité des 18 échantillons de l'huile d'olive.....	56
<b>Figure 14 :</b> Histogrammes des valeurs moyennes d'absorbance en UV K232 et K270 des 18 échantillons des huiles.....	57
<b>Figure 15 :</b> Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région d'El-Djemaa-Beni Hbibbi.....	59
<b>Figure 16 :</b> Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région de Texenna.....	59
<b>Figure 17 :</b> Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région de Borj-Thar.....	59
<b>Figure 18 :</b> Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région de Boughdir.....	60
<b>Figure 19 :</b> Histogramme de la teneur en pigments (chlorophylles et caroténoïdes) des 18 Echantillons de l'huile d'olive.....	61
<b>Figure 20 :</b> Histogramme de la teneur en polyphénols des 18 échantillons de l'huile d'olive.....	63
<b>Figure 21 :</b> Histogramme de la teneur en flavonoïdes des 18 échantillons d'huile d'olive....	64
<b>Figure 22 :</b> Histogramme de la teneur en tanins des 18 échantillons de l'huile d'olive.....	65
<b>Figure 23 :</b> Histogramme de l'activité antioxydante des 18 échantillons de l'huile d'olive...	68

## Figures de l'annexe

<b>Figure 01 :</b> Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région d'Ouled Yahia.	
<b>Figure 02 :</b> Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région de Selma Ben Ziada. .	
<b>Figure 03 :</b> Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région de Djimla.	
<b>Figure 04 :</b> Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région d'Ouled Rabah.	
<b>Figure 05 :</b> Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région d'El Kennar Nechfi.	
<b>Figure 06 :</b> Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région d'El Mharka.	
<b>Figure 07 :</b> Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région de Texenna.	
<b>Figure 08 :</b> Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région d'El Djemaa Beni-Hbibbi.	
<b>Figure 09 :</b> Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région d'El Milia.	
<b>Figure 10 :</b> Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région d'El Aouana.	
<b>Figure 11 :</b> Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région de Ziama Mansouriah.	
<b>Figure 12 :</b> Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région de Beni Yessar.	
<b>Figure 13 :</b> Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région d'El Ancer.	
<b>Figure 14 :</b> Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région de Taher.	
<b>Figure 15 :</b> Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région d'El Amir Abdelkader.	
<b>Figure 16 :</b> Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région de Borj-Thar.	

**Figure 17 :** Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région de Boughdir.  
**Figure 18 :** Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région de Ben Yadjis.

<b>Photo 01 :</b> Aspect visuel des 18 échantillons de l'huile d'olive.....	42
<b>Photo 02 :</b> Mise en évidence de la présence du glycérol.....	51

---

# Liste des abréviations

---

**AB** : Absorbance  
**A%** : Acidité Oléique  
**AG** : Acides Gras  
**AGI** : Acide Gras Insaturé  
**A.G.L** : Acides Gras Libres  
**AGMI** : Acides Gras Mono-Insaturés  
**AGPI** : Acides Gras Poly-Insaturés  
**C** : Concentration de la solution en gramme par 100 millilitres  
**°C** : Degré Celsius  
**D**: Densité;  
**DF** : Facteur de dilution  
**DHA** : Docosahexaénoïque  
**DO** : Densité Optique  
**DPPH** : DiPhényl Picryl-Hydrazyl  
**EAG** : Equivalent d'Acide Gallique  
**Ee''** : Extinction mesurée à la longueur d'onde e''  
**EPA** : Acide éicosapentaénoïque  
**g** : gramme  
**GC-MS** : Gas Chromatographic-Mass Spectroscopic  
**Ia** : Indice d'acide  
**Ii** : Indice d'iode  
**Ip** : Indice de peroxyde  
**Is** : Indice de saponification  
**Kg** : Kilogramme  
**K<sub>232</sub>** : coefficient d'extinction à 232nm  
**K<sub>270</sub>** : coefficient d'extinction à 270nm  
**L** : Litre  
**LDL** : Low Density Lipoproteine  
**M** : Masse molaire  
**N** : Normalité  
**NS** : différence non significative  
**p** : risque d'erreur  
**PM** : Poids Moléculaire  
**ppm** : Particule Par Million  
**S** : épaisseur de la cuvette en centimètres  
**UFC** : Unité Fondamentale Colonie  
**UV** : Ultra Violet  
**V** : Volume  
**W** : la teneur en eau et en matière volatile  
**Symbole** :  
**μ** : micro  
**%** : pourcentage  
**°** : degré.

Ces dernières années, le régime méditerranéen est devenu de plus en plus populaire, gagnant ainsi une grande attention des nutritionnistes (**Huang et Sumpio, 2008**). Des études observationnelles ont montré que les habitants des régions méditerranéennes ont une espérance de vie élevée et un faible risque des maladies chroniques que dans les autres régions du monde (**Ortega, 2006**). On croit que le régime alimentaire et le mode de vie de ces populations méditerranéennes ont conduit à une diminution du taux de cancer, du diabète et des maladies cardiaques (**Huang et Sumpio, 2008**). Parmi toutes les matières grasses alimentaires l'huile d'olive occupe une place de choix dans les traditions culinaires méditerranéennes dont elle a toujours fait partie. Par ailleurs, ses propriétés avérées et potentielles lui ont valu d'occuper ces dernières années une place essentielle dans la recherche nutritionnelle moderne (**Benrachou et al., 2010**).

Elle représente une source typique de lipide de régime méditerranéen, dont la consommation a été associée à une incidence limitée des maladies cardiovasculaires, des désordres neurologiques, cancers du sein et du colon, ainsi qu'aux propriétés antioxydantes (**Gimeno et al., 2002b**). L'huile d'olive occupe une position unique parmi les huiles alimentaires, en raison de son arôme délicat, de sa stabilité et de ses bienfaits sur la santé (**Baccouri et al., 2006**). La forte demande en huile d'olive vierge de bonne qualité est due non seulement à ses vertus de santé mais également à ses propriétés organoleptiques (**Lazzeri, 2009**). Ces bienfaits ont été liés l'un ou l'autre à sa composition en acides gras bien-équilibrée, où l'acide oléique est le composant principal et où la présence des biomolécules mineures, telles que les vitamines et les antioxydants naturels. La forte médiatisation des bienfaits de l'huile d'olive et ses vertus pour la santé font d'elle un produit de plus en plus consommé dans le monde. Il est aujourd'hui reconnu que les habitants du pourtour méditerranéen vivent généralement plus vieux et en meilleure santé que dans le reste du monde. En effet, ces derniers souffrent généralement moins de pathologies cardiovasculaires et bénéficient d'un risque plus faible d'obésité. Les chercheurs se sont penchés sur les raisons de cette résistance exceptionnelle et ont identifié, en premier lieu, les facteurs alimentaires, au premier rang desquels se situe la consommation d'huile d'olive vierge (**Tanouti et al., 2011**).

Toutefois, ce produit, malgré une nature et une fabrication communes, offre une grande variété au niveau gustatif. La reconnaissance de la qualité des huiles d'olive n'est pas une chose nouvelle puisque des témoignages antiques ou médiévaux attestent de la renommée de certaines productions oléicole. En effet, il est possible d'émettre l'hypothèse que la qualité représente aujourd'hui un élément majeur pour la sauvegarde et le dynamisme du secteur oléicole mais aussi un agent efficace de promotion et de développement régional. La qualité constitue le meilleur garant de l'unicité de l'huile d'olive dans le marché des corps gras (**Angles, 2006**). La qualité de l'huile d'olive vierge, est un atout majeur parce qu'elle est intimement liée aux valeurs nutritionnelle, biologique et organoleptique de l'huile (**Rahmani, 2000**). La forte demande en huile d'olive vierge de bonne qualité est due non seulement à ses vertus de santé mais également à ses propriétés organoleptiques (**Luaces et al., 2003**).

La composition chimique de l'huile d'olive vierge est influencée par des facteurs génétiques (cultivar) et environnementaux (des caractéristiques édaphologiques et des conditions climatologiques), de sorte que l'olive produite dans une région soit en grande partie responsable des caractéristiques spécifiques d'huile d'olive (**Mousa et al., 1996 ; Criado et al., 2004**). En Algérie, il n'existe pas de données d'ensemble récentes sur les huiles d'olive algériennes issues des principales régions oléicoles et extraites par des procédés différents surtout dans la région de Jijel où l'olivier représente l'une des principales filières pratiquées par les agriculteurs (**Issaoui et al., 2007**).

Au cours de ce travail, nous nous sommes intéressés à caractériser la qualité de l'huile d'olive de la région de Jijel. Dans ce contexte, nous avons d'une part, élucidé la qualité organoleptique et



Physicochimique, cette dernière est fondée sur l'acidité, les peroxydes, l'extinction spécifique et la teneur en polyphénols et d'autre part, la qualité microbiologique. De plus, il est très important d'évaluer l'activité antioxydante de l'huile d'olive qui se considère comme un moyen pour neutraliser les radicaux libres et empêcher les réactions en chaîne initialisées par ces derniers et détruisent les hydroperoxydes diminuant ainsi la vitesse de formation de radicaux libres, parce que l'accumulation des radicaux libres a pour conséquence l'apparition de dégâts cellulaires et tissulaires souvent irréversibles dont les cibles biologiques les plus vulnérables sont les protéines, les lipides et l'ADN.

Ce manuscrit est organisé en trois parties ; une première partie qui passe en revue l'essentiel de la bibliographie sur l'olivier et l'huile d'olive, les critères de qualité de l'huile d'olive, puis, une deuxième partie qui est réservée à la description de l'ensemble des approches et techniques employées. La troisième partie est consacrée à la présentation et la discussion des résultats obtenus.

## I. Olivier et huile d'olive

### I.1. Généralités

L'huile d'olive est un élément clé du régime méditerranéen. Très présente dans l'alimentation des pays méditerranéens et préconisée par de nombreux diététiciens, elle a acquis une place essentielle dans la recherche sur ses propriétés médicinales et cosmétiques. Elle est l'une des huiles végétales les plus anciennes et la seule qui peut être consommée sous sa forme brute sans traitement préalable (Boskou, 1996).

De nombreuses recherches ont été faites pour en garantir sa pureté, son authenticité et sa qualité. Elle est également une de celle pour lesquelles on a observé en premier l'influence de la variété, la région de culture et les conditions climatiques sur la composition et les caractéristiques (Uzzan, 1992).

### I.2. L'olivier et les olives

Depuis l'antiquité, l'olivier a façonné le paysage méditerranéen. Son rendement élevé en huile et sa large couverture géographique ont contribué, à faire de cette plante, la principale productrice d'huile du monde classique antique (Doveri et Baldoni, 2007). Il est connu chez les Phéniciens depuis la Haute Antiquité ; il est désigné par le mot *zeitoun* et l'huile tirée de ce fruit par *zit*. Ces deux mots sont couramment employés dans le vocabulaire Amazigh (Boudribila, 2004).

L'olivier est l'arbre emblématique de l'aire méditerranéenne et l'huile d'olive fait partie intégrante de l'alimentation des populations locales (Angles, 2006). La production mondiale d'olives a varié ces dix dernières années entre 9 et 15 millions de tonnes dont 90 à 95 % est destinée à la fabrication d'huile d'olive et d'huile de grignons d'olive (Lazzeri, 2009). L'olivier est un arbre typiquement méditerranéen, de 6 à 8 m de hauteur, à tronc tortueux et à 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 (Benlemlih et Ghanam, 2012).

Une hypothèse commune, basée sur des ressources archéologiques, géographiques et des données biologiques, est que l'olivier cultivé (*O. europaea* L. var. *sativa* Lehr) a été dérivé de la domestication de l'olivier sauvage ou l'oléastre (*O. europaea* L. subsp. *sylvestris*), car ils sont semblables à la forme sauvage (Green, 2002 ; Zohary, 1995).

Le fruit de l'olivier est une drupe à mésocarpe charnu, indéhiscente et à noyau. Sa forme est ovoïde ou ellipsoïde. Ses dimensions sont très variables suivant les variétés. La paroi de ce fruit est constituée : de l'épicarpe (épiderme ou peau) solidement attaché à la pulpe. A maturation, l'épicarpe passe de la couleur vert tendre (olive verte), à la couleur violette ou rouge (olive tournante) puis à la coloration noirâtre (olive noire) ; du mésocarpe (pulpe ou chair), charnu, riche en huile ; de l'endocarpe (noyau), scléreux, constitué par un noyau fusiforme, très dur. A l'intérieur du noyau se trouve une seule graine contenant l'embryon et l'albumen (Henry, 2003). La composition chimique moyenne de l'olive est de 50 % de l'eau, 22 % huiles, 1,5 % polyphénols, 1,5 % protéines, 18 % sucres, 5,5 % cellulose et 1,5 % minéraux. D'autres constituants importants sont les pectines, les acides organiques, les pigments et les glycosides de phénols (Benlemlih et Ghanam, 2012).

### I.3. L'huile d'olive

Selon le Conseil Oléicole International (COI, 2011), l'huile d'olive est une huile obtenue à partir du fruit de l'olivier, à l'exclusion des huiles obtenues par extraction avec des solvants, par des procédures de ré-estérification, ou par n'importe quel mélange avec d'autres types d'huiles. La

dénomination « huile d'olive » employée seule ne peut en aucun cas s'appliquer aux huiles de grignons d'olive. A la différence des autres huiles végétales, l'huile d'olive ne requiert aucune étape de raffinage ni aucune transformation chimique. Grâce à cette simplicité procédurale, l'huile d'olive a pu être fabriquée depuis l'antiquité (COI, 2011).

### I.3.1. Classification de l'huile d'olive

Comme spécifié dans le paragraphe précédent, pour être nommée en tant que telle, une huile d'olive ne peut être obtenue que par des procédés physiques sans intervention de solvants. Cette définition est cependant incomplète et d'autres critères permettent de diviser les huiles en différentes sous-catégories (COI, 2011).

**I.3.1.1. 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 font l'objet du classement et des dénominations ci-après (COI, 2011) :

- **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 ;
- **Huile d'olive vierge lampante (non propre à la consommation en l'état) :** 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.

**I.3.1.2. Huile d'olive raffinée :** huile d'olive obtenue par le raffinage d'huiles d'olive vierges. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,3 gramme pour 100 grammes et ses autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie (COI, 2011).

**I.3.1.3. Huile d'olive :** huile constituée par un coupage d'huile d'olive raffinées 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 gramme pour 100 grammes et ses autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie (COI, 2011).

Une autre catégorie d'huiles peut être mise en évidence ; il s'agit des huiles de 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, 2010).

### I.3.2. Technologie de fabrication de l'huile d'olive

Le procédé de fabrication de l'huile d'olive est relativement simple mais nécessite de respecter avec soin ses différentes étapes : lavage, broyage, pressurage, décantation et stockage.

#### I.3.2.1. Opérations préliminaires

**a- La récolte :** La récolte est une opération importante de la culture de l'olivier et, par conséquent, elle doit être contrôlée de près étant donnée ses répercussions sur le coût de la production, la qualité du produit obtenu et la qualité de l'huile d'olive. Cette dernière est affectée aussi bien par les modalités de récolte (système, durée) que par l'époque à laquelle intervient celle-ci (**Ouaouich et Chimi, 2007**). La récolte des olives vertes s'effectue un peu avant la maturité, entre septembre et octobre. Les olives noires sont récoltées à maturité complète, de novembre jusqu' en février, il faut environ 5Kg d'olives pour obtenir 1litre d'huile (**Frédérique, 2011**).

La cueillette peut s'effectuer à la main. C'est l'opération qui convient le mieux pour obtenir la meilleure qualité de l'huile vierge car les olives sont cueillies sélectivement selon leur degré de maturité. C'est une méthode coûteuse en main d'œuvre. Elle peut faire appel à l'usage des gaules pour faire tomber les fruits. Le fait de frapper les branches fructifères provoque la chute des brindilles qui doivent porter la fructification de l'année suivante. Par ailleurs, les olives qui tombent par terre, subissent des lésions à travers lesquelles pénètrent les parasites du sol. La productivité de l'olivier s'en trouve compromise et la qualité de l'huile altérée. L'acidité augmente et le profil du goût et de l'arôme change (**Ouaouich et Chimi, 2007**).

Une fois la maturité atteinte, les fruits peuvent tomber par terre et l'oléiculteur se contente de les ramasser. Si cette méthode permet d'obtenir un volume d'huile élevé, la qualité s'en trouve altérée (le taux d'acidité est élevé et l'odeur de l'huile modifiée). Des équipements sont utilisés actuellement en récolte mécanique comme les crochets vibrants ; les peignes oscillantes et les vibreurs (**Ouaouich et Chimi, 2007**).

**b- Transport, réception et stockage des olives :** Dans le souci de conserver la qualité des olives au moment de la récolte, il s'avère nécessaire de les acheminer immédiatement vers les moulins. Le moyen le plus approprié pour le transport des olives est représenté par les caisses à claire voie en matière plastique permettant la circulation de l'air et évitant des réchauffements préjudiciables causés par l'activité catabolique des fruits. Ces caisses limitent la couche d'olives et réduisent donc le danger d'écrasement, tout en représentant un moyen idéal pour le stockage en attendant la mouture. Par contre, le transport des olives dans des sacs en jute est peu rationnel, car cette modalité provoque inévitablement des lésions aux drupes, surtout si elles sont très mûres. Elles sont à l'origine du déclenchement de processus biologiques d'altération de la qualité de l'huile (**Ouaouich et Chimi, 2007**).

Au cours de stockage, les olives subissent des altérations plus au moins profondes selon la durée et les conditions de stockage. Ces altérations sont dues à l'activité enzymatique propre à la matière elle-même (lipolyse), mais également au développement microbien durant la période de stockage. La durée de stockage des olives avant transformation doit être aussi réduite que possible, et dans tous les cas inférieures à 3 jours, car un stockage prolongé représente une cause principale de détérioration de la qualité de l'huile (**Ouaouich et Chimi, 2007**).

Avec l'allongement de la durée de stockage, on assiste à une augmentation de l'acidité, de l'indice du peroxyde et à une détérioration des propriétés organoleptiques de l'huile. C'est ainsi que les huiles des olives fermentées sont caractérisées par le défaut "chaumé" alors que les huiles en provenance d'olives qui ont chaumé pendant plusieurs jours à une humidité élevée, se caractérisent par le défaut "moisi humide". La seule manière de limiter l'altération des olives est de réduire la durée de stockage au minimum possible, limiter l'épaisseur de la couche entre 20 et 30 cm d'épaisseur en cas de stockage en vrac pour permettre l'aération du tas et veiller à une rotation méthodique des stocks, alors que le stockage dans les sacs est à bannir (Ouaouich et Chimi, 2007).

### I.2.2. Trituration des olives

**a- Effeillage et Lavage :** L'effeuillage est une opération nécessaire pour éviter une coloration trop verdâtre de l'huile, se traduisant par un excès d'amertume et par une moindre aptitude à la conservation de l'huile. Le poids de feuilles à tolérer ne doit pas dépasser 1% du poids du lot d'olives à triturer. L'effeuillage des olives peut être effectué manuellement ou à l'aide d'un système rectangulaire en fils de fer, séparés entre eux par environ 1 cm. Cette opération peut être effectuée par des machines effeuilleuse-laveuse en même temps (Ouaouich et Chimi, 2007).

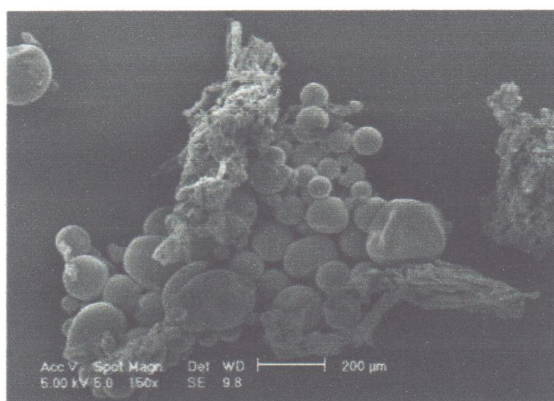
Le lavage est une opération fondamentale pour éviter les problèmes suivants (Ouaouich et Chimi, 2007) :

- Une interférence des terres avec la couleur et les autres propriétés organoleptiques (odeur, goût) de l'huile ;
- Une baisse du rendement d'extraction, sachant que les terres accompagnant les olives absorbent près du quart (25%) de leur poids en huile ;
- Une durée de conservation réduite de l'huile étant donné que certaines traces métalliques dans les terres sont des catalyseurs de l'oxydation de l'huile ;
- Une augmentation de la proportion des « fonds de pile » qui entravent une bonne séparation des phases liquides.

A défaut de disposer de laveuse appropriée pour le lavage des olives, ce dernier peut être effectué de manière statique, sur une aire cimentée (Ouaouich et Chimi, 2007).

**b- Broyage et Malaxage :** L'huile d'olive est contenue dans les cellules du fruit. Pour récupérer cette huile, il faut briser les cellules qui la renferment, ce qui s'effectue au cours de deux opérations, le broyage et le malaxage. Il restera ensuite à appliquer diverses techniques, pour séparer l'huile des autres éléments (Polese, 2007).

Le broyage, opération plus importante lors de l'extraction de l'huile d'olive vierge, permet de récupérer l'huile se trouvant dans la pulpe des olives, dilacérer les cellules et libérer la plus grande quantité de l'huile existante dans l'olive, rapprocher les petites gouttelettes d'huile pour former de grosses gouttelettes (figure 1) (Chimi, 2001).



**Figure 1:** Image au microscope électronique à balayage de coalescence de gouttelettes d'huile (Chimi, 2001).

Il se réalise encore au moyen de broyeurs à meules (en général en granit), qui tournent dans un bac qui est également en pierre. La pulpe et les noyaux sont ainsi écrasés. Mais ce procédé tend de plus en plus à être remplacé par des broyeurs métalliques à disques ou à marteaux. (Polese, 2007). Le broyage des olives ne doit être trop grossier, ni trop fin. Il doit être adapté à la condition physique des olives et à leur degré de maturité. Selon la norme du COI, la durée de broyage ne doit pas dépasser 20 à 30 minutes (Ouaouich et Chimi, 2007).

Le broyage ne suffit pas à lui seul pour libérer la totalité de l'huile contenue dans le fruit ; c'est la raison pour laquelle les olives broyées doivent être malaxées. Bien souvent le broyage et le malaxage sont effectués au cours de la même opération (Polese, 2007). Le malaxage est réalisé dans des malaxeurs à doubles parois avec circulation d'eau qui permet de maintenir la pâte à une température convenable (El murr, 2005). Le malaxage a pour but d'homogénéiser la pâte d'olive, mais il va également et surtout permettre la coalescence des gouttelettes d'huile (Veillet, 2010). Dans le cas des huileries disposant d'équipements de centrifugation, c'est le cas de l'unité de chaîne continue à deux phases, l'opération de malaxage s'avère nécessaire et doit être réalisée pendant 60 minutes au minimum et à des températures supérieures à la température ambiante mais ne dépassant pas 25°C (Ouaouich et Chimi, 2007).

**I.3.3. Extraction de l'huile :** Les systèmes d'extraction sont multiples et les plus employés sont la pression et la centrifugation, cependant il existe un 3<sup>ème</sup> type, la percolation :

**a- Séparation par pressurage :** La pression est le procédé d'extraction de l'huile le plus ancien. La pâte est répartie en couche sur des scourtins ; disques en fibre naturelle ou synthétique, faisant office d'armature et permettant la filtration lors de la pression (Benyahia et Zein, 2003). Sur chacun d'eux, 1 à 2 kilos de pâte d'olive est répartie et les super presses modernes permettent de traiter jusqu'à 145 scourtins (Michelle, 2003). Ces disques sont empilés les uns sur les autres pour être ensuite pressés (Benyahia et Zein, 2003). Sous la pression, le déplacement latéral des liquides est favorisé par rapport à celui des solides (Michelle, 2003). On obtient deux phases: une liquide, l'huile et l'eau de végétation (margines), et une solide les grignons (pulpe et noyaux) qui reste entre les scourtins. Les presses utilisées de nos jours sont des presses hydrauliques (Benyahia et Zein, 2003). Cette opération prend environ 45 minutes. On débarrasse ensuite les scourtins des grignons et on renouvelle l'opération (Aubineau et al., 2002).

Ensuite, il est conseillé de soumettre l'huile à une période de décantation (de 8 à 12 heures) avant de procéder à son stockage définitif en cuve. Le rendement d'extraction de l'huile est de l'ordre de 80-85% (Michelle, 2003).

**b- Séparation par centrifugation :** C'est la méthode la plus répandue. Deux modèles de centrifugeuse horizontale sont actuellement utilisés :

- Le système à trois phases : La pâte après broyage des olives passe dans une centrifugeuse horizontale où s'effectue la séparation entre l'huile, la phase aqueuse et les grignons. Par la suite la phase huileuse et la phase aqueuse subissent chacune une centrifugation verticale pour une bonne séparation entre huile et margine (El murr, 2005). Dans le système à 3 phases, la quantité d'eau ajoutée dans le malaxeur est supérieure à celle du système traditionnel (entre 80 -100 l/100kg d'olive), et la production des margines est très importante (Martinez-Garcia et al., 2006).
- Le deuxième système ainsi utilisé est le système à deux phases : phase solide renferme les grignons et phase liquide qui renferme l'huile et margine (Michelle, 2003).

**c- Séparation par percolation :** Cette méthode également nommée extraction partielle ou sélective consiste à utiliser des moyens filtrants. Ce système permet d'extraire l'huile des pâtes d'olive en maintenant inchangées ses propriétés qualitatives et nutritionnelles naturelles ainsi que sa teneur en composés phénoliques car le processus est réalisé à température ambiante et sans ajout d'eau (Michelle, 2003). L'huile extraite dans ces conditions est donc d'une grande qualité organoleptique et chimique. Par contre, le rendement d'extraction est assez faible (varient de 30 à 70%), mais on peut après cette première extraction par percolation, soumettre la pâte d'olive à une deuxième extraction par centrifugation (March et Rios, 1999).

**I.3.2.4. Séparation de l'huile des margines :** Après extraction par pression ou centrifugation, le liquide obtenu est composé d'eau de végétation et d'huile. Les densités différentes de ces deux liquides permettent leur séparation par décantation naturelle (l'huile remonte à la surface des margines et est récupérée) ou par centrifugation dans des centrifugeuses verticales (système plus rapide) (Benyahia et Zein, 2003).

**I.3.2.5. Conditionnement :** Le conditionnement de l'huile d'olive est soumis à des règles très strictes par application des contrôles relatifs aux produits chimiques de l'alimentation humaine. Les matériaux utilisés doivent répondre aux exigences suivantes (Mendez et Falqué, 2007 ; Ouaouich et Chimi, 2007):

- Ne communiquer à l'huile aucune odeur ni saveur étrangère ;
- Ne pas donner lieu à une contamination par les métaux et être résistants à la corrosion due éventuellement aux acides gras libres de l'huile ;
- Être imperméables à l'oxygène de l'air et à l'humidité ;
- Protéger l'huile contre les amplitudes thermiques et être opaques. L'huile d'olive conservée dans des récipient en plastique ou en verre perd sa qualité organoleptique durant la période de stockage, alors que celle stockée dans des bouteilles en zinc ou en fer blanc (inox) qui présente une bonne résistance mécanique, est mieux protégée contre l'oxydation.

En ce qui concerne la tolérance de remplissage des récipients, le volume occupé par le contenu ne devra en aucun cas être inférieur à 90% de la capacité du récipient, exception faite aux récipients en fer blanc (inox) d'une capacité égale ou inférieure à 1 litre et dans lesquels le volume occupé par le contenu ne devra en aucun cas être inférieur à 80% (Ouaouich et Chimi, 2007).

### I.3.3. Production et consommation de l'huile d'olive

Selon la Communauté Européenne (CEE, 2002), la production d'huile d'olive représente une très faible part de la fourniture en huiles végétales dans le monde (3,3% contre 27% pour l'huile de soja) ; mais elle occupe une place notable dans la consommation en lipides des pays méditerranéens : 54% de la consommation d'huile végétale en Grèce.

Le Conseil Oléicole International (COI, 2001) estime la production mondiale de l'huile d'olive à 2590,5 milliers de tonnes. L'Union Européenne (UE) est de loin le plus grand producteur mondial (75% de la production) ; l'Espagne en produisant 43% suivi d'Italie et de la Grèce avec respectivement 32% et 22%, assurant ainsi 97% de la production européenne.

En Algérie, l'oléiculture représente la culture fruitière la plus répandue ; elle couvre 24% de la surface agricole utilisée soit 200 000 hectares répartis notamment sur les zones Est et Centre-Est du pays, en particulier Béjaia, Tizi Ouzou, Bouira, Bordj-Bouarrerdj, Sétif et Jijel, qui représentent ensemble 69% de la superficie totale de l'oléiculture. La production d'olive obtenue au cours de la campagne 2001/2002 est estimée à 2 millions de quintaux, dont un peu plus de 75% sont destinés aux huileries pour l'extraction de l'huile (MADR/DSASI/SDSA, 2003).

La production de l'huile d'olive est passée de 33,5 milliers de tonnes en 1999 à 50 milliers de tonnes pour la campagne 2000/2001, alors que la consommation a atteint 45 milliers de tonnes pour la même campagne. L'huile d'olive continue à être extraite de manière artisanale par des familles (système de presse) dans plusieurs régions oléicoles du pays, notamment dans les zones montagneuses de la Kabylie; néanmoins, le système de trituration super-pressé et en chaîne continue, appelé aussi système de centrifugation à trois phases, commence à être implanté et exploité aussi (COI, 2001).

La filière oléicole est en grande partie à caractère familial, et localisée en zone de montagne (Kabylie, 55%) où l'autoconsommation est privilégiée. En termes de production d'olives nationale, la moyenne annuelle est estimée à 200 000 tonnes (2 millions de quintaux), dont un peu plus de 68% sont réalisés par les wilayas de Béjaia, Tizi Ouzou, Bouira, Jijel et Sétif. 88% de la production totale est destinée à l'extraction de l'huile. La production d'huile d'olive obtenue est évaluée à 265 000 hectolitres dont 82% sont réalisés par les cinq wilayas classées par ordre d'importance : Béjaia (37,2%), Tizi ouzou (17%), Jijel (11,6%), Sétif (9,7%) et Bouira (6,5%). Le reste de la production (12%) est destiné à la consommation en tant que olives de table (Nouad, 2004).

Dans la wilaya de Jijel, l'oléiculture s'avère utile, sinon indispensable, dans la mesure où cette wilaya, classée première à l'échelle nationale en termes de rendement et cinquième en termes de production, offre 25% de sa surface agricole utile à la culture de l'olivier, ce qui représente pas moins de 80% du potentiel arboricole. La place prépondérante qu'occupe l'olivier dans la wilaya de Jijel se traduit par le nombre important des huileries. On en dénombre, pas moins de 122, dont 70 de type traditionnel qui nécessite incontestablement une rénovation (Benabid, 2009). La variété Chemlale est la principale variété cultivée dans la région (52%), on trouve également la rougette ou Hamra (4,5%) originaire de Jijel, c'est une variété précoce et résistante au froid et à la sécheresse, Azeradj (4,50%), ainsi que la variété Sigoise (0,09%) (Rebour, 2007).



Avec une production annuelle qui avoisine les cinq millions de litres, la wilaya de Jijel est classée au 3ème rang national après les wilayas de Tizi-Ouzou et Bejaia (Rebour, 2007). La place prépondérante qu'occupe l'olivier dans la wilaya de Jijel se traduit par le nombre important des huileries. Cependant il faut remarquer l'absence d'unités de conditionnement en bouteilles des huiles d'olives et d'unités de raffinage des huiles de grignons d'olives et des huiles lampante, ainsi que de conserverie des olives de table (Benabid, 2009).

De gros efforts doivent être consentis pour organiser cette filière citant entre autre, création d'association, formation des oléiculteurs et des oléo-facteurs, améliorer la qualité de production d'huile d'olive, mettre en place un marché de l'huile d'olive dans un cadre organisé (Rebour, 2007).

Depuis les années 90, la consommation mondiale de l'huile d'olive progresse de 4% environ par an. Elle dépasse de quelque 3000 tonnes la campagne antérieure (2 882 500 tonnes). Ceci est dû surtout aux recherches récentes qui confirment les bienfaits de cette huile pour la santé (COI, 2005). La consommation algérienne d'huile d'olive par habitant est passée de 0,80 kg en moyenne dans les années 80 à 0,90 kg au début des années 90 et à 1kg à la fin des années 90. Cependant, l'Algérie joue actuellement un rôle insignifiant en tant qu'exportateur (Kerboua, 2003).

#### **I.3.4. Composition et caractéristiques**

L'huile d'olive contient un grand nombre de composés structurellement hétérogènes dont les principaux sont les triacylglycérols (>95%), une faible quantité d'acides gras libres, du glycérol, des pigments, et un grand nombre de composants dits «mineurs» présents en faibles quantités (0,5 à 15%) et qui ont des effets bénéfiques. On peut séparer ces composés en tocophérols, phénols, composés aromatiques, hydrocarbures et stérols (Kiritsakis, 1998). Aparicio *et al.* (1999) ont estimé la contribution des composés phénoliques, des acides gras, les tocophérols et les pigments dans la stabilité de l'huile d'olive, à environ 30%, 27%, 11% et 6% respectivement. De nombreux facteurs affectent la caractérisation de l'huile d'olive, rassemblés dans quatre groupes principaux : environnemental (sol, climat), agronomique (irrigation, fertilisation), culture (maturité et récolte du fruit d'olive) et technologique (entreposage après la récolte, système d'extraction).

**I.3.4.1. Les triglycérides et les acides gras (composants majeurs) :** Cette fraction représente 99% de l'huile d'olive. La composition en acides gras et triglycérides de l'huile d'olive dépend du climat, de la variété, de la latitude et du degré de maturité des olives (Velasco et Dobarganes, 2002).

Elle contient une forte teneur en acide gras mono-insaturés représentée par l'acide oléique de la famille oméga-9 (65 à 80 %), 15 % d'acides gras saturés et 10 % d'acides gras polyinsaturés représentés par l'acide linoléique – oméga-6 dominant et des traces de l'acide  $\alpha$ -linoléique oméga-3, acides gras essentiels, indispensables car non synthétisables par l'organisme humain (Mezghache *et al.*, 2010).

**I.3.4.2. Les tocophérols :** Les tocophérols sont reconnus pour leur double action bénéfique. En effet ils ont tout d'abord l'atout d'être une vitamine (vitamine E) et ils ont également une forte activité antioxygène. La teneur totale en tocophérols dans les huiles d'olive est très variable puisqu'elle a été reportée dans une gamme allant de quelques mg à 450 mg/kg d'huile. L'alpha-tocophérol représente à lui seul 90% de la totalité des tocophérols, mais on trouve également un peu de beta et gamma tocophérols, alors que le delta tocophérol n'est présent qu'à l'état de traces (Veillet, 2010).

**I.3.4.3. Les composés phénoliques :** Les composés phénoliques sont les antioxydants normaux présents dans l'huile d'olive vierge. Elles jouent un rôle important de leur qualité, elles contribuent de manière significative à leur stabilité oxydative. En outre, les polyphénols sont les contributeurs principaux à l'amertume, l'astringence et l'âcreté d'huile d'olive (Rodriguez-Mendez et al., 2008).

La classe des phénols regroupe toute une gamme de substances diverses, dont des composés phénoliques simples comme l'acide vanillique, l'acide gallique, l'acide coumarique, l'acide caféique, le tyrosol, l'hydroxytyrosol. En moyenne, ces phénols simples sont présents à la concentration de 4,2 mg/100g dans l'huile d'olive vierge extra et de 0,47 mg/100g dans l'huile raffinée. Par ailleurs, l'huile d'olive contient des sécoiridoïdes comme l'oleuropéine et ligstroside (respectivement 2,8 mg/100g dans l'huile vierge extra et 0,93 mg/100g dans l'huile raffinée), ou des molécules plus complexes comme des lignanes (4,15 mg/100g dans l'huile vierge extra et 0,73 mg/100g dans l'huile raffinée) et des flavonoïdes comme l'apigénine ou la lutéoline (Owen et al., 2000).

**I.3.4.4. Les composés aromatiques :** La feuille et le fruit de l'olivier sont connus pour leur résistance naturelle aux microbes et aux insectes. Kubo et son équipe (Kubo et al., 1995). ont découvert l'une des raisons qui expliquent ce phénomène, en observant l'activité antimicrobienne des molécules appartenant au vaste groupe des composés aromatiques (Kubo et al., 1995). 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 (Kiritsakis et al., 1987).

**I.3.4.5. Les hydrocarbures :** Ce sont quantitativement les principaux composants de la fraction insaponifiable. Le composant majeur est le squalène qui constitue 30 à 50 % de cette fraction. (Jacotot, 1993). Celui-ci apparaît dans la voie de la biosynthèse du cholestérol. L'huile d'olive vierge extra contient du squalène à raison d'environ 400-450 mg/100g, tandis que l'huile d'olive raffinée en contient 25% de moins (Owen et al., 2000). Le squalène présente un effet protecteur à des faibles températures et à l'obscurité (Velasco et Dobarganes, 2002).

**I.3.4.6. Les stérols :** Les stérols sont des constituants essentiels des membranes cellulaires, tous les stérols ont en commun le même noyau (noyau stérol) et ils diffèrent par leur chaîne latérale. A présent, il a été identifié plus de 40 phytostérols. Selon les travaux réalisés dans ce domaine, la quantité totale de stérols dans l'huile d'olive vierge extra varie de 113 à 265mg/100g (Velasco et Dobarganes, 2002).

**I.3.4.7. Les pigments :** Les pigments qui donnent aux huiles d'olive leurs diverses couleurs du jaune au vert sont essentiellement ; des chlorophylles (0,1 à 1 mg/100g) et des caroténoïdes (0,5 à 1mg/100g). Une étude de Minguez-Mosquero, à l'institut des graisses de Séville ; distingue une douzaine de composants (Charbonnier, 1996) :

- Dans la fraction des caroténoïdes : 30 à 60% de lutéine, 5 à 15% de carotène et diverses xanthines ;
- Dans la fraction des chlorophylles : 20 à 40% de phéotine et quelques pourcents de phéophytine  $\beta$  et de chlorophylle  $\alpha$  et  $\beta$ .

## II. Qualité de l'huile d'olive

### II.1. Critères d'évaluation de la qualité de l'huile d'olive

La qualité est définie comme étant l'ensemble des caractéristiques chimiques, physiques et sensorielles, permettant de classer l'huile d'olive en différentes catégories conformément aux définitions de la norme commerciale adoptée par le conseil oléicole international (COI, 1994). La qualité de l'huile d'olive est déterminée par ses caractéristiques chimiques et organoleptiques (Gratikammoun et al., 1999).

La classification des huiles d'olive vierges tient compte des critères physicochimiques, mais aussi des caractéristiques organoleptiques, de manière à assurer aux consommateurs un produit de qualité, particulièrement sur le plan sensoriel (Tanouti et al., 2010).

De point de vue réglementaire, le Conseil Oléicole International (COI, 2001) et la Commission Européenne (CE, 1991) ont défini la qualité d'huile d'olive en se basant sur certains paramètres et indicateurs avec principalement le degré d'acidité (exprimé en pourcentage d'acide oléique), l'indice de peroxyde, les valeurs d'extinctions spécifiques des absorbances dans l'UV à 232 nm et 270 nm et la note organoleptique.

Par ailleurs, plusieurs auteurs ont proposé d'inclure les phénols comme un bon indicateur de qualité d'huile d'olive (Blekas et al., 2002 ; Psomiadou et al., 2003).

#### II.1.1. Caractéristiques physicochimiques

**II.1.1.1. Acidité libre :** L'acidité est le pourcentage d'acides gras libérés par l'hydrolyse des chaînes de triacylglycérols. Cette libération évolue progressivement avec l'accumulation des lipides et l'intégration de leurs acides gras constitutifs au cours de la maturation des olives (Gratikammoun et al., 1999).

L'acidité libre permet de contrôler le niveau de dégradation hydrolytique, enzymatique ou chimique, des chaînes d'acides gras des triglycérides. En effet, certains composés tels que les acides gras poly-insaturés (acides gras essentiels) sont parmi les acteurs principaux de l'intérêt nutritionnel de l'huile d'olive, mais ils sont très sensibles à l'oxydation. Une huile oxydée aura un intérêt nutritionnel plus faible qu'une huile bien conservée. Les produits d'oxydation des acides gras (radicaux peroxydes) pourraient potentiellement entraîner des mutations génétiques à l'origine de certains cancers (Abaza et al., 2002).

**II.1.1.2. Indice de peroxyde :** Il estime l'état d'autoxydation de l'huile ; c'est un mécanisme lent mais inéluctable. En effet, les corps gras peuvent s'oxyder en présence d'oxygène et de certains facteurs favorisant (température élevée, eau, enzyme, trace de métaux Cu, Fe...). Cette autoxydation ou rancissement aldéhydique conduit dans un premier temps à la formation de peroxydes (ou hydroperoxydes) qui se décomposent ultérieurement en dérivés carbonylés aldéhydes et hydrocétone (responsables de l'odeur de rance) et en divers produits oxygénés (alcools, acides...) (Tanouti et al., 2011). Il faut noter que l'indice de peroxyde augmente avec la maturité des olives, et surtout à la suite d'un choc thermique (AFI, 2003) ou à un processus de fabrication défectueux (Tanouti et al., 2011). Le stockage inadapté ou prolongé, est également une des causes d'augmentation de ce paramètre (Tanouti et al., 2011).

**II.1.1.3. Extinction spécifique :** L'examen spectrométrique d'une huile dans l'ultraviolet fournit des informations complémentaires sur sa qualité. Les hydroperoxydes résultant du premier stade d'oxydation de l'huile peuvent être détectés par leur absorption dans l'UV aux environs de 232 nm. Puis, ces peroxydes évoluent avec le temps et conduisent à la formation de produits divers tels des cétones insaturés et des dicétones qui absorbent dans l'ultraviolet vers 270 nm. Le degré et le stade d'oxydation d'une huile peuvent donc être évalués par des coefficients d'absorption dans l'ultraviolet appelés absorbance spécifique K232 et K270 (Judde, 2004).

L'oxydation d'un corps gras conduit à la formation des hydroperoxydes qui absorbent la lumière au voisinage de 232nm. Si l'oxydation se poursuit, il se forme des produits secondaires d'oxydation, en particulier des dicétones et des cétones insaturées qui absorbent la lumière vers 270nm (Tanouti et al., 2010).

**II.1.1.4. Composés phénoliques :** L'huile d'olive occupe une place importante dans l'alimentation traditionnelle des pays méditerranéens. Elle est dotée d'une grande richesse en composés phénoliques qui lui confèrent ses qualités organoleptiques et nutritionnelles (Amin et al., 2012).

L'huile d'olive vierge est quasiment la seule huile contenant des quantités notables de substances phénoliques naturelles. Ces composés sont responsables du goût si particulier, à la fois amer et fruité, et contribuent pour une grande partie à la stabilité de l'huile, en augmentant sa résistance à l'autoxydation (Baccouri et al., 2006). Ces composés contribuent à la bonne stabilité d'une huile de deux manières : d'une part ces composés, antioxydants naturels, vont s'oxyder préférentiellement aux acides gras insaturés, d'autre part, on attribue aux phénols la capacité de piéger les radicaux hydroxyles OH (Gutiérrez et al., 2001).

### II.1.2. Caractéristiques sensorielles

Une simple analyse chimique ne peut suffire pour déterminer la qualité d'une huile. En effet, les composés volatiles qui se développent au cours du procédé de fabrication de l'huile puis pendant son stockage sont capables de modifier l'odeur et la saveur de l'huile. Pour cela une analyse sensorielle codifiée et détaillée a été développée par le COI et la Communauté Economique Européenne (CEE). Les attributs sensoriels d'une huile ont été classés en deux catégories : les attributs positifs et les défauts (Lopez-Feria et al., 2007). Il existe 3 grands attributs positifs :

- **Fruité :** ensemble des sensations olfactives de l'huile par voie directe ou rétronasale, dépendant de la variété des olives, provenant des fruits sains et frais, verts ou mûrs (Ouaouich et Chimi, 2007).
- **Amer :** Goût caractéristique de l'huile obtenue d'olives vertes ou au stade de la véraison (Ouaouich et Chimi, 2007). L'amertume de l'huile d'olive est considérée comme un attribut positif, elle est estimée par dosage spectrophotométrique à 225nm (Tanouti et al., 2011).
- **Piquant :** Sensation tactile de picotement, caractéristique des huiles produites au début de la campagne à partir des olives vertes (Ouaouich et Chimi, 2007).

Toute caractéristique autre que ces trois attributs sera perçue comme un défaut de l'huile. Il est à noter que pour être classée comme « huile d'olive vierge extra », l'huile ne doit présenter aucun de ces défauts qui sont conséquence d'un mauvais processus de collection,

stockage d'olive/huile ou mélange avec d'autres huiles de la mauvaise qualité. Les principaux défauts sont :

- **Chômé** : Flaveur caractéristique de l'huile extraite d'olives entassées dans un état avancé de fermentation anaérobie (Ouaouich et Chimi, 2007).
- **Moisi-humide** : Flaveur caractéristique de l'huile obtenue d'olives attaquées par des moisissures et levures par suite d'un stockage des olives pendant plusieurs jours dans l'humidité.
- **Lies** : Flaveur caractéristique de l'huile restée en contact avec les « boues » de décantation dans les piles et les caves (Ouaouich et Chimi, 2007).
- **Vineux – vinaigré** : Flaveur caractéristique de certaines huiles rappelant le vin ou le vinaigre. Cette flaveur est due à un processus de fermentation des olives qui donne de l'acide acétique, acétate d'éthyle et éthanol (Ouaouich et Chimi, 2007).
- **Métallique** : flaveur qui rappelle les métaux. Elle est caractéristique de l'huile qui est demeurée longtemps en contact avec des surfaces métalliques, au cours du procédé de broyage, de malaxage, de pression ou de stockage (COI, 2007).
- **Rance** : flaveur des huiles ayant subi un processus d'oxydation intense (COI, 2007).

D'autres attributs négatifs moins courants ont également été décrits par le COI. Parmi ceux-ci le cuit ou brûlé (dû à un réchauffement excessif et prolongé de la pâte lors du malaxage), le « vers » (olives ayant subi une attaque de la mouche de l'olivier, *Bactrocera Oleae*) ou encore le bois humide (olive ayant subi une congélation sur l'arbre avant récolte) (Ouaouich et Chimi, 2007).

## II.2. Facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive

La qualité d'huile d'olive est influencée par une combinaison de facteurs :

- a. **La matière première** : C'est le facteur le plus important pour la qualité de l'huile d'olive vierge. Il sera en effet impossible d'obtenir un bon produit si les olives de départ ne sont pas en bon état. La qualité potentielle des olives est donc le premier élément à prendre en considération au moment d'étudier la qualité de l'huile d'olive vierge (Tanouti et al., 2011).

La production d'huile d'olives vierge de bonne qualité et conservant ces arômes, nécessite la maîtrise aussi bien de la période et méthodes de récolte des olives ainsi que les étapes de transport, de conservation et de triturations des olives. Les dommages causés aux olives durant ces étapes, se répercutent négativement sur la qualité du produit fini (Tanouti et al., 2011).

La période de récolte est liée directement au degré de maturité des olives (Ouaouich et Chimi, 2007). Le processus de maturation peut être apprécié visuellement sur les variétés d'olivier au fur et à mesure de leur changement de couleur. Le péricarpe passe normalement du vert foncé au violacé puis au noir. La couleur et la texture du mésocarpe changent également durant ces étapes, tout comme la couleur et les caractéristiques sensorielles de l'huile (Figure 2) (COI, 2011).



**Figure 2 :** Couleur de l'huile par rapport au degré de maturité (COI, 2011).

Le degré de maturité des olives au moment de la trituration, affecte aussi bien la qualité que le rendement d'extraction des huiles (Ouaouich et Chimi, 2007). La maturation des olives présente une influence sur la composition quantitative de l'huile d'olive en composés insaponifiable, en pigments, en stérols et en alcools aliphatiques (Lazzez et al., 2006). La teneur antioxydante de l'huile était plus élevée des olives vertes que des olives mûres (Gimeno et al., 2002b) :

- Les huiles extraites à un stade de maturation avancé sont pratiquement dépourvues en chlorophylles et présentent des teneurs faibles en carotènes.
- Une augmentation notable de la teneur en stérols totaux pouvant atteindre un maximum de 2400 mg/kg d'huile en pleine maturation. Une récolte tardive a entraîné une baisse sensible de cette teneur.
- Une stabilisation du taux de l'insaponifiable de l'ordre de 1.3% à l'exception de ceux obtenus à partir des huiles extraites d'olive récoltées à des stades précoces de maturation.
- Contrairement aux taux des alcools aliphatiques en C22 et C24 qui ont tendance à la baisse aux cours du processus de maturation, les taux des alcools en C26 et C28 diminuent puis augmentent.

La meilleure période de récolte est celle qui correspond à une stabilisation du taux d'insaponifiable, donnant ainsi une huile riche en stérols et en alcools aliphatiques et présentant aussi une quantité moyenne de pigments. Ces différentes caractéristiques se manifestent essentiellement dans les huiles extraites des olives prélevées durant les mois de Novembre et Décembre, période au cours de laquelle les huiles extraites présentent les meilleurs paramètres de qualité (Lazzez et al., 2006).

**b- La rapidité de traitement des olives :** une fois récoltées les olives doivent être pressées le plus rapidement possible sous peine de perdre leur parfum. Du fait de sa composition en huile, l'olive s'abîme très vite une fois récoltée. Cette dégradation sera

d'autant plus accentuée que le stockage sera long (plus de 48 heures) et effectué dans de mauvaises conditions (Underland et al., 1998).

**c- La Variété :** La qualité de l'huile d'olive vierge est influencée aussi par la variété (Benrachou et al., 2010 ; Pinatel et al., 2004 ; Tsimidou et al., 2005). La nature et le taux des composants naturels existants dans l'huile tels que la chlorophylle, les polyphénols, les caroténoïdes, les acides gras (essentiellement l'oléique et le linoléique) déterminent la qualité de l'huile. Ces taux varient en fonction de la variété et le lieu de culture (Khlif et Rekik, 1996).

**d- Le traitement thermique** des olives : Il affecte d'autres traits de la qualité, comme la stabilité oxydative, la composition en arôme et également un changement du contenu de pigment de l'huile d'olive vierge (Pérez et al., 2003).

**e- Durée et les conditions de stockage :** La qualité d'huile d'olive est également affectée par la durée et les conditions de stockage. En effet, une fois l'huile obtenue, il est important de la stocker, à l'abri de la lumière et, dans un endroit frais et sec avec un minimum de contacts avec l'air, de préférence dans des récipients en acier inoxydable ou en verre et non en matière en plastique qui donne un mauvais goût à l'huile (Cossut et al., 2002 ; Kristott, 2000).

Des changements de température de conservation favorisent la dégradation de l'huile d'olive. L'auto-oxydation d'huile d'olive au cours du stockage, dépendrait de plusieurs facteurs, tel que le degré d'instauration de l'huile, la présence d'acides gras libres, de traces d'eau et d'ions métalliques ainsi que l'exposition à la chaleur et à la lumière du jour. En revanche, la photo-oxydation dépendrait de la quantité totale de pigments chlorophylliens (pro-oxydants) et d'antioxydants naturels (carotène, tocophérols, phénols) présents dans l'huile d'olive (Jeantet et al., 2006 ; Rahmani et al., 2000). Selon Kalua et al. (2007), les changements dans les paramètres de traitement devraient tenir compte des différences dans les cultures, la maturité, les pratiques agronomiques, les régions géographiques et l'impact sur la qualité globale d'huile d'olive.

**f- Le procédé d'extraction :** Les différents procédés d'extraction affectent la qualité de l'huile d'olive vierge et certains composants chimiques comme les polyphénols qui sont très solubles dans l'eau. En effet, l'huile d'olive vierge extraite à partir de la méthode dite de centrifugation contient moins de polyphénols ; du fait que l'eau utilisée pour diluer la pâte, est tiède. Une augmentation dans la quantité de cette eau, dissout partiellement les polyphénols et réduit leur taux, et par conséquent la stabilité de l'huile d'olive au cours du stockage (Torres et Maestri, 2006). En revanche, l'huile obtenue par pression a les mêmes teneurs en ces composés, car elle ne nécessite pas l'ajout de l'eau. Dans la plupart des huileries traditionnelles, le lavage des olives n'est pas pratiqué, alors que pour le système à 3 phases, il est appliqué après l'effeuillage (Di Giovacchino, 2000).

L'acidité des huiles obtenues par système de pression était plus haute que cela de système de décanteur de double phase. Dans l'ancien, les huiles sont extraites avec de l'eau végétale (phase aqueuse plus les déchets solides) et demeurent ensemble jusqu'à ce qu'ils soient séparés par la décantation. Ce fait peut favoriser l'hydrolyse des triglycérides, ayant pour résultat une augmentation de concentration en acide gras libre (Torres et Maestri, 2006).

La température d'extraction ; l'extraction se fait à froid, car à partir de 25° C, les arômes sont modifiés. Par ailleurs, **Ouaini et al. (2005)**, estiment qu'une température supérieure à 28° C au cours du broyage et du malaxage a un impact sur la qualité de l'huile. Ainsi un contact long entre la phase organique contenant l'huile et la phase aqueuse (margine), au cours de la décantation dans les procédés traditionnels, conduit à des phénomènes d'oxydation.

### II.3. Huile d'olive et diététique

L'huile d'olive est la meilleure huile du point de vue diététique. Elle a fait l'objet de nombreuses études, et son action bénéfique sur l'organisme est maintenant reconnue par tous (**Polese, 2007**).

La forte teneur de l'huile d'olive en acide oléique constitue un réel atout d'un point de vue intérêt nutritionnel (**Veillet, 2010**). Les acides gras qu'elle renferme favorisent la production du bon cholestérol, qui prévient les maladies cardiovasculaires. Elle a une action sur le système digestif, notamment sur le foie et la vésicule biliaire (**Polese, 2007**).

En effet, depuis la fin des années cinquante, des études épidémiologiques ont permis de constater que les maladies cardio-vasculaires, c'est-à-dire l'athérosclérose, la maladie coronarienne et l'infarctus et la mortalité dont ils sont responsables, n'avaient pas du tout la même fréquence dans les pays du nord de l'Europe et ceux du pourtour méditerranéen. Dans les pays méditerranéens où l'huile d'olive constitue la principale source de matières grasses dans l'alimentation quotidienne, on constate qu'il y a moins des gens souffrant de maladies cardio-vasculaires (**Benabid, 2009**).

En outre, une autre grande cause de mortalité dans les pays développés est le cancer. Si les acides gras monoinsaturés semblent avoir un rôle prépondérant dans la protection des maladies cardiovasculaires, ce sont les acides gras poly-insaturés qui semblent plus impliqués dans la protection vis-à-vis de certains cancers. Dans le cas du cancer du sein de nombreuses études cas témoins ont montré une tendance à la baisse du risque d'apparition du cancer du sein avant et après ménopause (**Saadatian-Elahi, 2002**). **Nkondjock et al. (2003)** ont également mis en évidence une diminution significative du risque de cancer colorectal chez la femme (mais pas chez l'homme) associée à la consommation d'acide linoléique.

Les acides gras polyinsaturés (AGPI) de longue chaîne (Acide éicosapentaénoïque (EPA) et docosahexaénoïque (DHA)) ne sont pas présents naturellement dans l'huile d'olive, cependant le corps humain est capable de les synthétiser à partir d'AGPI à 18 carbones. Ces acides gras à longue chaîne carbonée sont particulièrement suivis dans l'étude des maladies liées au vieillissement. Des études récentes sur le rat montrent que l'EPA pourrait améliorer la mémoire et donc réduire le risque de maladie d'Alzheimer (**Taepavarapruk, 2010**).

D'autre part, les effets bénéfiques d'huile d'olive sont dus non seulement de son rapport élevé d'acide gras, mais également de ses antioxydants tels que la vitamine E, les caroténoïdes et les composés phénoliques. Des études ont suggéré que les antioxydants de l'huile d'olive vierge se protègent contre le cancer et l'athérosclérose en empêchant la modification oxydante de LDL et de son adhérence à la paroi artérielle. Ces substances contribuent également à la stabilité d'huile (**Gimeno et al., 2002b ; Pelletier et al., 1995**).

La vitamine E fait partie de la famille des tocophérols. Cette famille comprend 4 substances : l' $\alpha$ -tocophérol, qui est la vitamine E proprement dite, le  $\beta$ -tocophérol, le  $\gamma$ -tocophérol et le  $\delta$ -tocophérol (**Cuvelier et al., 2003**). A titre d'exemple l' $\alpha$ - tocophérol est le tocophérol principal de l'huiles d'olive (**Gharby et al., 2011**). Les tocophérols participent à la conservation de l'huile possèdent certaines propriétés thérapeutiques et antioxydantes par leur capacité à piéger les



radicaux libres (**Khallouki et al., 2003**). L'huile d'olive contient des anti-oxydants qui s'opposent à l'oxydation des lipoprotéines LDL, une des premières étapes importantes dans le développement de l'athérosclérose. Elle s'oppose dans une certaine mesure, à l'agrégation des plaquettes et à la formation des caillots qui peuvent déclencher l'infarctus du myocarde (**Benabid, 2009**).

Si les acides gras représentent la très grande majorité de la composition de l'huile d'olive en termes de masse, les composés phénoliques pourraient être ceux qui sont les plus importants au niveau des bénéfices santé. En effet, leur activité antioxydante a deux effets principaux : tout d'abord ils protègent l'huile de l'oxydation (donc augmentent sa durée de vie) mais ils vont également augmenter le bagage antioxydant de l'organisme et ainsi prévenir le développement de certaines maladies (**Garcia-Villalba et al., 2010**). Une étude sur le cancer du côlon a également montré que des extraits phénoliques d'huile d'olive semblaient réduire la capacité d'adhésion des cellules cancéreuses, ce qui ralentirait la prolifération du cancer du côlon (**Veillet, 2010**).

Les composés phénoliques peuvent également présenter des effets synergiques entre eux ce qui complique la mise en évidence d'effets spécifiques de chacun d'entre eux (**Veillet, 2010**). Les polyphénols prennent une importance croissante, notamment à cause de leurs effets bénéfiques sur la santé. En effet, leur rôle d'antioxydants naturels suscite de plus en plus d'intérêt pour la prévention et le traitement des maladies inflammatoires et cardiovasculaires (**Jerman Klen et Mozetič Vodopivec, 2012**). Ce qui semble acquis c'est qu'une ingestion régulière de composés phénoliques comme ceux présents dans l'huile d'olive est fortement corrélée à une diminution des risques de développement de maladies dégénératives, cardiovasculaires ou de cancers (**Veillet, 2010**).

Enfin, l'huile d'olive possède aussi une forte teneur en calcium, particulièrement bénéfique aux enfants pour leur croissance, mais aussi aux personnes âgées (qui ont une tendance à se décalcifier) (**Polese, 2007**).

## II. Matériel et méthodes

Le travail a été réalisé dans le laboratoire de microbiologie de la Faculté des Sciences de la nature et de la vie de l'université de Jijel. Pour évaluer la qualité de 18 échantillons d'huile d'olive, nous avons d'abord procédé à une analyse organoleptique, suivie d'un contrôle physicochimique, puis microbiologique sur l'ensemble de nos échantillons. Nous avons aussi, évalué l'activité antioxydante des échantillons étudiés.

### II.1. Echantillonnage

Les échantillons d'huile d'olive sont collectés à partir d'unités d'extraction localisées dans plusieurs régions oléicoles de la wilaya de Jijel. Ces huiles sont classées selon leur provenance, leur procédé d'extraction et la nature de l'huile (fraîche ou cuite). Les échantillons d'huile d'olive sont mis dans des flacons en verre opaque et secs, et placé à l'abri de la lumière afin d'éviter toute réaction d'oxydation. L'étude a porté sur 18 échantillons prélevés durant la saison 2013 et répartis comme suit :

**Tableau I :** Codage et système d'extraction des 18 échantillons de l'huile d'olive

Région	Nature d'échantillon	Système d'extraction	Code
Ouled Yahia	Cuite	Centrifugation	E1
Ziama Mansouriah	Fraîche	Centrifugation	E2
Djimla	Fraîche	Centrifugation	E3
El Kennar Nechfi	Cuite	Presse	E4
Ouled Rabah	Cuite	Centrifugation	E5
El Milia	Fraîche	Centrifugation	E6
El Djemaa Beni Hbib	Cuite	Centrifugation	E7
Texenna	Fraîche	Centrifugation	E8
Selma Ben Ziada	Fraîche	Presse	E9
El Mharka	Cuite	Centrifugation	E10
Beni Siar	Fraîche	Centrifugation	E11
El Ancer	Fraîche	Centrifugation	E12
Borj Thar	Fraîche	Centrifugation	E13
El Aouana	Fraîche	Centrifugation	E14
Boughdir	Fraîche	Centrifugation	E15
Taher	Fraîche	Centrifugation	E16
El Amir Abdelkader	Fraîche	Centrifugation	E17
Ben Yadjis	Fraîche	Centrifugation	E18

### II.2. Contrôle organoleptique

L'évaluation descriptive de la qualité des 18 échantillons de l'huile d'olive a été exécutée par un groupe de 5 dégustateurs, nous avons donné pour chaque personne une quantité suffisante des huiles étudiées.

Cette analyse sensorielle est effectuée par le procédé officiel de **COI, 2003**. Elle comprend trois étapes principales à savoir l'analyse visuelle, olfactive et gustative. Le groupe des membres du jury détecte la présence des différents attributs dans les échantillons d'huile d'olive (prononce sur

le goût, l'odeur et la couleur) et mesure leur intensité dans une balance de 0 à 5 et doit remplir le questionnaire de dégustation tel décrit par le règlement du CE N° 2568/91. Etant donnée l'impossibilité de faire le test organoleptique dans un endroit équipé, nous avons réalisé des séances de dégustation avec un respect d'un maximum de conditions disponibles ; c'est-à-dire ; des conditions qui n'affectent pas les sens de nos dégustateurs où les odeurs et le bruit sont réduit au minimum avec un éclairage léger.

Les échantillons d'huile à déguster sont maintenus dans des verres transparents, contenant chacun une quantité suffisante (environ 15 ml), ceux-ci doivent être tenu à la lumière de jour, afin de déterminer la couleur et la clarté.

Le dégustateur doit prendre le verre est l'incliner légèrement et dans cette position il le fera tourner entièrement afin d'en mouiller le plus possible la surface intérieure. Après cette opération, il doit flairer l'échantillon par des inspirations suaves, lentes et intenses, pour pouvoir se faire un critère sur l'échantillon soumis à son appréciation.

La durée de l'olfaction ne doit pas dépasser 30 secondes, si pendant le temps le dégustateur n'est parvenu à aucune conclusion, il doit faire une pause avant de procéder à une nouvelle tentative. Une fois conclu l'essai olfactif, il est procédé au jugement de la flaveur. Pour ce faire, il prend une petite gorgée d'huile de 3 ml environ. Il est très important de distribuer l'huile sur toute la cavité buccale. Il est aussi recommandé de rincer la bouche avec un peu d'eau et laisser au moins 15 minutes avant de procéder à la dégustation suivante.

Chaque personne doit établir à la fin de chaque jugement une note organoleptique qui allait de 0 à 5 dont (Pinatel et al., 2004) :

- 0 : convient à une huile éliminée avec défaut ;
- 1 : éliminée qualité moyenne ;
- 2 : correcte ;
- 3 : huile de qualité ;
- 4 : huile remarquable, typique ;
- 5 : huile exceptionnelle.

### II.3. Qualité physicochimique

#### II.3.1. pH

La mesure du PH consiste à plonger l'électrode du pH mètre dans l'échantillon et lire la valeur enregistrée sur l'écran (Campaniello et al., 2005).

#### II.3.2. Indice d'acide et d'acidité

L'indice d'acide a été estimé par la méthode de Lecoq (1965). Brièvement, 10 ml d'huile ont été solubilisée dans un mélange de 10 ml de solvant isobutanol-éthanol (v/v), puis 10 ml de potasse alcoolique ont été introduits successivement. Ensuite 5 gouttes de la solution de phénol phtaléine ont été ajoutées. La titration se fait sous agitation en versant goutte à goutte la solution 0,5 N d'acide chlorhydrique jusqu'à décoloration. Nous avons effectué en parallèle une réaction à blanc dans les mêmes conditions mais sans matière grasse pour titrer la potasse en jeu. L'indice d'acide est calculé selon la relation suivante :

$$I_a \text{ (mg de KOH/g)} = (V_{\text{HCl témoin}} - V_{\text{HCl essai}}) \times N \times PM_{\text{KOH}} / P$$

Avec :

- P** : prise d'essai (g) ;
- N** : normalité de l'HCl ;
- V** : volume HCl utilisé pour la titration (ml) ;
- PM** : poids moléculaire de KOH.

Puisque le rapport entre le poids moléculaire de l'acide oléique et celui de la potasse est à un facteur de dix près, de 0.5, le nombre donnant l'acidité oléique A est pratiquement la moitié de celui trouvé pour l'indice d'acide, donc l'acidité oléique peut être obtenue directement par la formule suivante (Karleskind et al., 1992) :

$$\text{L'acidité oléique \% (A)} = 1/2 \times \text{Ia}$$

Cependant, il existe une relation plus pratique pour le calcul de l'acidité oléique (Lecoq, 1965) :

$$\text{A\% (A.G.L en g/100g)} = (\text{V}_{\text{HCl blanc}} - \text{V}_{\text{HCl essai}}) \times \text{M} / 20 \text{ P}$$

Avec :

- M** : masse molaire de l'acide oléique=282 g/mole.

### II.3.3. Indice de peroxyde (Ip)

L'indice de peroxyde a été déterminé selon la méthode décrite par Lecoq (1965). Cette méthode consiste d'abord de dissoudre 5 g d'huile dans 30 ml du mélange acide acétique/chloroforme (3v/2v), et ensuite d'ajouter 0,5 ml de la solution d'iodure de potassium, puis nous avons agité pendant 1 min exactement. L'échantillon est laissé à l'obscurité pendant 1 minute. La réaction est arrêtée par l'addition de 30 ml d'eau distillée.

La titration est réalisée par la solution de thiosulfate de sodium 0,1N en présence de quelques gouttes d'empois d'amidon. Nous avons effectué en parallèle une réaction à blanc dans les mêmes conditions mais sans matière grasse. Les résultats s'expriment comme suit :

$$\text{Ip } (\mu\text{g d'O}_2/\text{g}) = (\text{V}_{\text{blanc}} - \text{V}_{\text{essai}}) \times 80 / 5\text{P}$$

Avec :

- V** : volume de thiosulfate de sodium (ml)
- P** : prise d'essai (g).

### II.3.4. Indice de saponification

L'indice de saponification est déterminé selon la méthode décrite par Lecoq (1965). Pour cela, à 1g d'huile a été ajouté 25 ml de potasse alcoolique, et après agitation nous avons porté le mélange à ébullition pendant 15 à 30 minutes en agitant de temps en temps. Après refroidissement nous avons additionné 5 gouttes de phénol phtaléine au mélange.

L'excès de potasse a été titré par l'acide chlorhydrique 0.5 N jusqu'à décoloration.

Nous avons effectué parallèlement une réaction à blanc dans les mêmes conditions que précédemment décrite mais sans matière grasse pour titrer la solution de potasse en jeu. L'indice de saponification est exprimé par la formule suivante :

$$\text{Is} = (\text{V}_{\text{blanc}} - \text{V}_{\text{essai}}) \times \text{N}_{\text{HCL}} \times \text{PM}_{\text{KOH}} / \text{P}$$

Avec :

- P** : prise d'essai (g) ;
- V<sub>blanc</sub>** : volume de l'Hcl 0,5N utilisé lors de la réaction du blanc ;
- V<sub>essai</sub>** : volume de l'Hcl 0,5N utilisé lors de la réaction de l'essai ;
- N<sub>HCL</sub>** = 0.5 N : normalité de l'Hcl ;
- PM<sub>KOH</sub>** = 56.1 g/mole : poids moléculaire de potasse alcoolique.

### II.3.5. Indice d'iode

La détermination de cet indice nécessite la préparation du réactif de Hübl 24 heures à l'avance et le conserver à l'abri de la lumière. Sa préparation consiste à dissoudre d'une part 25 g d'iode dans 500 ml d'alcool éthylique pur à 96° ; et d'autre part 20 g de chlorure mercurique (bichlorure de mercure) dans la même quantité d'alcool. Le réactif est obtenu par mélange à volumes égaux des deux solutions précédentes (Lecoq, 1965).

L'indice d'iode a été évalué par la méthode de Lecoq (1965). 0.3 g d'huile a été dissout dans 10 ml de tétrachlorure de carbone, puis nous avons ajouté 25 ml de réactif de Hübl. Cette préparation est abandonnée à l'obscurité pendant 12 à 24 heures.

Nous avons effectué simultanément une réaction à blanc sans matière grasse.

Après la durée citée précédemment, nous avons ajouté 20 ml de la solution d'iodure de potassium à 30 % et 300 ml d'eau distillée. La titration de l'iode libéré se fait par le thiosulfate de sodium 0.1 N en présence d'empois d'amidon. A noter qu'il faut agiter énergiquement à la fin du dosage pour permettre à l'iode dissous dans le tétrachlorure de carbone de repasser en solution aqueuse. L'indice d'iode est exprimé par la formule suivante :

$$I_i = 1.269 \times (V_{\text{blanc}} - V_{\text{essai}}) / P$$

Avec :

**P** : prise d'essai (g) ;

**V<sub>blanc</sub>** : le nombre de millilitre de thiosulfate de sodium 0.1% versé dans le blanc ;

**V<sub>essai</sub>** : le nombre de millilitre de thiosulfate de sodium 0.1% nécessaire pour le dosage proprement dit.

### II.3.6. Indice de réfraction

Les mesures de l'indice de réfraction sont effectuées avec un réfractomètre, la température est fixée à 20°C. On place des gouttes d'huile sur le réfractomètre, on dirige ce dernier vers la lumière et lit la valeur comprise entre la zone sombre et celle claire (Boudour, 1998).

### II.3.7. Recherche du glycérol

Le glycérol est mis en évidence selon la technique de Lecoq (1965). Brièvement, nous avons introduit dans un tube à essai une goutte d'huile d'olive à étudier, 3 ml de la soude 5% préparé dans l'alcool et 0.5 ml de la solution de sulfate de cuivre saturé. Une réaction à blanc est préparée dans les mêmes conditions en mettant à la place d'huile du glycérol. Par la suite l'intensité de la couleur obtenue pour chaque échantillon est comparée par rapport à celle du témoin.

### II.3.8. Teneur en eau et en matières volatiles

L'humidité est déterminée par perte de poids pour un échantillon ayant séjourné un temps suffisant dans une étuve réglée à une température de 103 °C.

La teneur en eau et en matières volatiles est déterminée selon la méthode suivante (Aboutayeb, 2007): Pour cela, 10 g d'huile d'olive sont pesés dans un creuset déjà séché et pesé, le creuset contenant l'échantillon à tester est laissé pour une heure dans l'étuve réglée à 103 °C. Après cette période, l'échantillon est laissé refroidir puis pesée, nous avons répété l'opération jusqu'à avoir un poids constant. La teneur en eau et en matières volatiles est ainsi exprimées en % en masse égale à :

$$W = (m_1 - m_2) \times 100 / (m_1 - m_0)$$

Avec :

**W** : la teneur en eau et en matière volatile (%) ;

**m<sub>0</sub>** : masse en gramme du creuset vide (g) ;

**m<sub>1</sub>** : masse en gramme du creuset et de l'échantillon avant chauffage (g) ;

$m_2$  : masse en gramme du creuset et de l'échantillon après chauffage (g).

### II.3.9. Mesure de la teneur en impuretés insolubles

Un échantillon de 10 g d'huile est pesé, puis il est traité par un excès d'hexane et filtré. Le filtre et le résidu qu'il contient sont ensuite lavés avec le même solvant pour assurer la solubilisation de la matière grasse, ce filtre est pesé. Il est porté au séchage à 103°C jusqu'à avoir un poids constant (Aboutayeb, 2007).

La teneur en impuretés insolubles est exprimée comme suit :

$$\text{Impureté(\%)} = (m_2 - m_1) \times 100 / m_0$$

Avec :

$M_0$  : masse en gramme de la prise d'essai ;

$M_1$  : masse en gramme du filtrat une fois séché à l'étuve ;

$M_2$  : masse en gramme du filtrat et du résidu sec.

### II.3.10. Détermination du point de solidification et de fusion

La technique utilisée pour la détermination du point de fusion et de solidification est celle décrite par Admin (2009). Brièvement, nous avons introduit dans un tube à essai quelques millilitres d'huile d'olive puis placé au réfrigérateur en vérifiant l'évolution de l'abaissement de la température jusqu'à l'obtention d'un solide, à l'aide d'un thermomètre nous avons déterminé la température de solidification. Ensuite, le même tube à essai est porté au bain marie tiède pour la détermination du point de fusion au cours du réchauffement.

### II.3.11. Détermination du point de fumée

Un volume de 20 ml de l'huile étudiée est transféré dans un creuset. Celui-ci est placé sur une plaque chauffante pour être chauffé jusqu'à ce que la fumée devienne visible. A ce moment, nous enlevons le creuset et nous mesurons par un thermomètre la température de l'huile qui sera approximativement le point de fumée (Lecoq, 1965).

### II.3.12. Détermination de la densité relative

Une fiole de 20 ml est nettoyée, séchée puis pesée, ensuite elle est remplie par l'eau distillée jusqu'au trait de jauge et placée dans un bain à 20°C pendant 20 minutes. Après cette période, la fiole est retirée et bien essuyée puis pesée, la masse est notée. Nous avons réalisé le même essai avec l'huile d'olive (Lecoq, 1965). La densité relative est exprimée comme suit :

$$D (\text{g/cm}^3) = (m_2 - m_0) / (m_1 - m_0)$$

Avec :

$m_0$  : masse de la fiole vide (g) ;

$m_1$  : masse de la fiole pleine d'eau (g) ;

$m_2$  : masse de la fiole pleine d'huile (g) ;

$D$  : densité de l'huile à température de 20°C.

### II.3.13. Détermination du coefficient d'extinction $K_{270}$ et $K_{232}$

Pour la détermination du coefficient d'extinction, nous avons opté pour le mode opératoire suivant (COI, 2001) : nous avons pesé exactement 0, 25 g de l'huile d'olive ainsi préparé dans une fiole jaugée de 25 ml, puis nous avons complété avec l'éther de pétrole et homogénéisé. La solution obtenue doit être parfaitement limpide, homogène et exempte d'impuretés en suspension. Au cas où la solution présenterait une opalescence ou un trouble, nous filtrons rapidement sur papier.

Ensuite, nous avons mesuré les extinctions de la solution obtenue, en utilisant comme référence le solvant employé, aux longueurs d'onde comprises entre 232 et 270 nm.

Nous avons rapporté les extinctions spécifiques (coefficient d'extinction) aux différentes longueurs d'onde, calculées comme suit :

$$K_e = E_e / C.S$$

Avec :

$K_e$  : extinction spécifique à la longueur d'onde  $e$  ;

$E_e$  : extinction mesurée à la longueur d'onde  $e$  ;

$C$  : concentration de la solution en gramme par 100 millilitres ;

$S$  : épaisseur de la cuvette en centimètres.

#### II.3.14. Détermination de la composition en acides gras par GC-MS

La chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC/MS) a été utilisée pour déterminer la composition en acides gras selon la méthode officielle de la réglementation de la communauté européenne (**European Community Regulation, 1991**).

Brièvement, 3 gouttes d'huile sont reprises par 1 ml d'heptane dans un tube et le contenu est agité pendant 2 secondes tout en maintenant le tube bouché. Ensuite, 0,2 ml de la solution méthanolique d'hydroxyde de sodium (2 mole/l) est ajouté et le tube est agité vigoureusement pendant 10 secondes, ensuite placé dans un bain marie à 50° C pendant 20 secondes tout en continuant de maintenir le bouchon fermé. Après ce délai, le tube est agité encore une fois pendant 10 secondes puis 0,4 ml d'HCl méthanolique (1 mole/l) est ajouté suivi d'une agitation. Après décantation, la phase organique contenant les esters méthyliques est recueillie et diluée 10 fois dans de l'heptane, puis transvasée vers le flacon d'analyse de la chromatographie en phase gazeuse.

Nous avons utilisé un chromatographe QP 210 de SHIMADZU avec un détecteur de type spectromètre de masse, équipé d'un injecteur split. Le gaz vecteur choisi a été l'hélium N55 dont le débit a été fixé à 0.7 ml/min. Une colonne capillaire SE 30 (25 m x 0.25 mm, épaisseur du film : 0.25  $\mu$ m) a été utilisée. L'injection se fait en mode Split. La température du four augmente de 60°C (1 min) à 180°C à raison de 20°C/min, puis de 180°C à 230°C à un débit de 4°C/min jusqu'à une température de 230°C pour y rester 15 min.

L'identification a été réalisée par comparaison des résultats (pics) avec la bibliothèque de spectres de masse NIST « *The National Institute of Standards and Technology* » comportant des références pour 147 198 molécules différentes. Cette banque de donnée fournit pour chaque spectre une liste de substances avec leur poids moléculaire, leur pic de base, leur pureté et leur fit (ajustement) pour le spectre. Nous avons choisi les fits les plus élevés révélateurs que la substance correspond le mieux au spectre de masse.

#### II.3.15. Dosage des caroténoïdes totaux

Le dosage de la teneur des caroténoïdes présents dans l'huile d'olive est réalisé selon la méthode de **Déymie et al. (1981)**. L'échantillon est préparé par la dissolution de 1g d'huile dans 9 ml d'hexane. Le dosage des caroténoïdes est réalisé par spectrophotométrie à une longueur d'onde de 450 nm qui correspond au maximum d'absorbance de  $\beta$ - Carotène.

La concentration en carotène est déterminée en se référant à une courbe d'étalonnage authentique dressée à partir des concentrations connues de  $\beta$ - Carotène.

### II.3.16. Dosage de la teneur en chlorophylle

Le contenu de la chlorophylle a été mesuré en utilisant la méthode de Wolff (1968) (Tanouti et al. 2010) : 5ml d'huile d'olive sont dissout dans 5ml de tétrachlorure de carbone, après homogénéisation nous avons mesuré les absorbances à 670, 630 et 710 nm et en utilisant comme référence le tétrachlorure de carbone. La teneur en chlorophylle exprimé en ppm est calculée selon la formule suivante :

$$T_{ch} \text{ (ppm)} = \frac{A_{670} - (A_{630} + A_{710})}{0.1086 \cdot L}$$

Avec :

- $T_{ch}$  : Teneur en chlorophylle en ppm ;
- A : Absorbance à la longueur d'onde indiquée ;
- L : La largeur de la cuve en cm.

### II.3.17. Dosage des composés phénoliques

Ce dosage nécessite d'abord une extraction des polyphénols qui a été procédé selon la méthode de Li et al. (2007). Pour cela, 5 g d'huile et 10 ml d'hexane sont bien mélangée au vortex, par la suite, 10 ml du mélange méthanol-eau (6v/4v) sont ajoutés, et l'ensemble est mélangé a son tour au vortex. Le volume total a subit une séparation par centrifugation, la phase inférieure est recueillie, tandis qu'un second mélange méthanol-eau est ajouté à la phase supérieure, tout en répétant le processus de centrifugation.

La teneur des polyphénols totaux de l'huile a été estimée par la méthode de Li et al. (2007). Dans une fiole de 25 ml, un volume de 0.5 ml de réactif de Folin-Ciocalteu est ajouté à 0.2 ml de l'extrait en polyphénols totaux. Après 3 minutes, un volume de 4 ml de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (1M) a été ajouté à la solution et complète avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge. Un blanc est préparé dans les mêmes conditions. Les fioles sont maintenues à l'obscurité pendant 90 min avant de lire les densités optiques au spectrophotomètre.

La lecture de la densité optique à 765 nm permet de déterminer la concentration des polyphénols en se référant à une courbe d'étalonnage établie avec l'acide gallique et a été exprimée en milligramme d'équivalent d'acide gallique par gramme d'extrait (mg EAG/g d'extrait).

### II.3.18. Dosage des flavonoïdes

La méthode de Bahorun et al. (1996) a été utilisée pour quantifier les flavonoïdes des huiles étudiées. A 1 ml d'échantillon, a été ajouté 1 ml de la solution d' $\text{AlCl}_3$  à 2 %. Après 10 minutes, la DO a été lue à 430 nm. La concentration des flavonoïdes a été déduite à partir d'une gamme d'étalonnage établie avec la quercétine et a été exprimée en milligramme d'équivalent de quercétine par gramme d'extrait (mg EQ/g d'extrait).

### II.3.19. Dosage des tanins condensés

Nous avons suivi la méthode décrite par Moksimovic et al. (2005) pour la détermination de la teneur en tanins condensés des huiles étudiées. 3ml de mélange butanol-HCl (butanol-HCl : 95V/5V) et 0.1 ml du réactif ferrique (2% de sulfate d'ammonium ferrique dans 2 M d'HCl) ont été ajoutés à 0.5 ml d'extrait de l'huile d'olive. Le mélange a été mis dans un bain d'eau bouillante pendant 1 h, après refroidissement, les absorbances ont été mesurées à 550 nm. La teneur en tanins condensés est calculée par la formule suivante :

$$C \text{ (mg/100g)} = AB \times MM \times DF \times 1000 / (L \cdot E)$$



Avec :

**AB** : Absorbance.

**MM** : Poids moléculaire de cyanidine (34700g/mol).

**L** : La largeur de la cuve (1cm).

**DF** : Facteur de dilution.

**E** : Le facteur d'absorbance molaire de cyanidine-3-glucoside (287 ,24).

## II.4. Qualité microbiologique

### II.4.1. Préparation des dilutions décimales

1 ml de l'huile d'olive a été introduit aseptiquement dans un tube contenant 9 ml d'eau physiologie stérile, le mélange est bien agité à l'aide d'un vortex pour rendre la dilution homogène. Le mélange obtenu représente la dilution de  $10^{-1}$ . Ensuite, 1 ml de cette dilution a été porté dans un autre tube contenant 9 ml d'eau physiologie stérile pour avoir la dilution  $10^{-2}$ . De la même manière, nous avons continué les dilutions jusqu'à  $10^{-5}$  (Campaniello et al., 2005).

### II.4.2. Dénombrement de la FTAM

Après avoir coulé et solidifier la gélose PCA, 1 ml de la dilution  $10^{-4}$  a été étalé en surface. Après une incubation de 24 heures à  $37^{\circ}\text{C}$ , nous avons dénombré toutes les colonies (Larpen, 1997).

### II.4.3. Dénombrement des coliformes totaux et thermotolérants

Le dénombrement des coliformes totaux a été réalisé sur la gélose VRBL.

L'ensemencement se fait en profondeur en faisant déposer dans une boîte Petri 1 ml de la dilution  $10^{-3}$ , puis on fait couler la gélose VRBL chauffée et refroidie à  $45^{\circ}\text{C}$ . L'incubation se fait à  $37^{\circ}\text{C}$  pendant 24 à 48 heures (Guiraud, 1998).

La même technique s'applique pour le dénombrement des coliformes thermotolérants, la dilution utilisée est  $10^{-3}$  et l'incubation se fait à  $44^{\circ}\text{C}$  pendant 48 heures.

Après incubation, les colonies à considérer comme des coliformes sont violettes, d'un diamètre voisin de 0.5 à 1 mm, et entourées d'un halo de précipité des sels biliaires quant ceux-ci sont modifiés.

### II.4.4. Dénombrement des levures et moisissures

La recherche et le dénombrement des levures et moisissures s'effectuent sur le milieu gélosé Sabouraud coulé et solidifié. 1 ml de la dilution  $10^{-4}$  a été étalé en surface du milieu. Les boîtes sont incubées à température ambiante pendant 3 à 5 jours. Ensuite nous avons dénombré toute colonie blanche sphérique et filamenteuse (Campaniello et al., 2005).

### II.4.5. Dénombrement de la flore lactique

Le dénombrement a été effectué sur le milieu gélose de Man-Rogosa-Sharp (MRS). L'ensemencement s'effectue par étalement de 1 ml de dilution  $10^{-3}$  en surface de la gélose MRS déjà coulée et solidifié, l'incubation se fait à  $37^{\circ}\text{C}$  pendant 24-48 heures. Les colonies à dénombrer sont de petites tailles, de couleur blanchâtres et brillantes, à porteur régulier, elles peuvent apparaître en forme circulaire ou lenticulaire (Larpen, 1997).

## II.5. Evaluation de l'activité antioxydante

Pour étudier l'activité antioxydante de l'huile d'olive nous avons opté pour la méthode de Mansouri et al. (2005) qui utilise le DPPH (diphényl picryl-hydrazyl) comme un radical libre stable. Brièvement, la solution de DPPH a été préparée par solubilisation de 2.4 mg de DPPH dans 100 ml de méthanol. 25  $\mu\text{l}$  de l'huile d'olive ont été ajoutés à 975  $\mu\text{l}$  de la solution de DPPH, le mélange a été laissé à l'obscurité pendant 30 min et la décoloration par rapport au

contrôle négatif contenant uniquement la solution de DPPH a été mesurée à 517 nm. L'activité antioxydante est estimée selon l'équation suivante :

$$\% \text{ d'activité anti-radicalaire} = [(\text{DO contrôle} - \text{DO échantillon}) / \text{Abs contrôle}] \times 100$$

### II.6. Analyse statistique

Les résultats ont été donnés sous forme de moyennes et écart-types. La différence entre les moyennes de différents échantillons a été déterminée par l'analyse de variance à un facteur ANOVA (*one-way analysis of variance*) par le logiciel Origin 6.0. Toutes les analyses ont été réalisées au seuil de signification de 5 %. La valeur trouvée par le calcul peut affirmer que les populations sont différentes avec un risque d'erreur p tel que : différence non significative : NS ; différence significative :  $p < 0.05$  (\*); différence très significative :  $p < 0.01$  (\*\*) et différence hautement significative :  $p < 0.001$  (\*\*).

### **III. Résultats et discussion**

#### **III.1. Contrôle organoleptique**

L'analyse sensorielle est la méthode la plus répandue employée pour mesurer la qualité des produits alimentaires (**Aparicio et Morales, 1994**). Elle est l'un des outils les plus importants utiles pour protéger la qualité d'huile d'olive vierge. Cette approche a été proposée en juin 1987 par le Conseil Oléicole International 1987 (**COI, 1987**) et identifiée par le Communauté Européen en juillet 1991 (**CE, 1991**).

L'évaluation de la qualité sensorielle de l'huile d'olive vierges implique la perception des attributs sensoriels favorables et défavorables, de l'évaluation des défauts sensoriels étant employés pour classer des huiles dans diverses catégories (**Angerosa, 2000**).

Les résultats de l'analyse sensorielle de chaque dégustateur sont résumés dans les tableaux ci-dessous.

Tableau II: Résultats donnés par le dégustateur 1

Nom : BOUCHKARA	Prénom : Ilham	Date : 21 - 04 - 2013
<b>Dégustation</b>		
<b>Visuels : couleur-intensité</b>		
E1 : Vert jaunâtre - intensité moyenne ;		
E2 : Jaune doré - très intense ;		
E3 : Jaune claire - intense ;		
E4 : Vert jaunâtre - intensité moyenne ;		
E5 : Vert jaunâtre - intensité moyenne ;		
E6 : Jaune claire - très intense ;		
E7 : Vert noirâtre - très intense ;		
E8 : Jaune doré - intense ;		
E9 : Jaune claire - très intense ;		
E10 : Vert noirâtre - très intense ;		
E11 : Marron - intense ;		
E12 : Jaune doré - légèrement intense ;		
E13 : Jaune doré - légèrement intense ;		
E14 : Jaune doré - légèrement intense ;		
E15 : Jaune doré - légèrement intense ;		
E16 : Jaune doré - légèrement intense ;		
E17 : Jaune miel ;		
E18 : Jaune miel.		
<b>Olfactif : intensité-qualité</b>		
E1 : Odeur désagréable - intense ;		
E2 : Odeur des olives - intense ;		
E3 : Odeur désagréable - intense ;		
E4 : Odeur des olives - intense ;		
E5 : Odeur des olives ;		
E6 : Odeur désagréable - intense ;		
E7 : Odeur désagréable - intense ;		
E8 : Odeur désagréable - très intense ;		
E9 : Odeur de l'huile de sans goût - désagréable ;		
E10 : Odeur des olives ;		
E11 : Odeur désagréable - très intense ;		
E12 : Odeur des olives ;		
E13 : Odeur des olives - intense ;		
E14 : Odeur des olives - acceptable ;		
E15 : Odeur des olives - intense ;		
E16 : Odeur des olives - acceptable ;		
E17 : Odeur des olives ;		
E18 : Odeur des olives.		
<b>En bouche : ardente-amertume-consistance (fluidité, onctuosité)-intensité et qualité des arômes-persistance aromatique</b>		
E1 : Onctueuse - dense - pas de persistance aromatique ;		
E2 : Pas onctueuse - arôme acceptable - pas de persistance aromatique ;		
E3 : Ardent - peu amer - onctueuse - pas de persistance aromatique ;		
E4 : Peu amer - persistance aromatique - goût intense ;		
E5 : Amer - léger - persistance aromatique ;		
E6 : Ardent - amer - onctueux - persistance aromatique ;		
E7 : Amer - très onctueux, dense - persistance aromatique ;		

**E8** : Pas de persistance aromatique ;  
**E9** : Ardent - amer - léger - pas de persistance aromatique ;  
**E10** : Ardent - amer - onctueux - persistance aromatique ;  
**E11** : Ardent - onctueux - goût acceptable - persistance aromatique ;  
**E12** : Ardent - amer - onctueux - persistance aromatique ;  
**E13** : Goût acceptable - pas de persistance aromatique ;  
**E14** : Peu onctueux - pas de persistance aromatique ;  
**E15** : Goût d'olive - pas de persistance aromatique ;  
**E16** : Peu onctueux - goût acceptable - persistance aromatique ;  
**E17** : Ardent - amer - onctueux - persistance aromatique ;  
**E18** : Peu onctueux - persistance aromatique.

**Harmonie générale : jugement d'ensemble**

**E1** : Huile de qualité ;  
**E2** : Huile de qualité ;  
**E3** : Huile acceptable ;  
**E4** : Huile de qualité moyenne ;  
**E5** : Huile de qualité moyenne ;  
**E6** : Huile inacceptable ;  
**E7** : Huile acceptable ;  
**E8** : Huile de qualité ;  
**E9** : Huile de qualité ;  
**E10** : Huile inacceptable ;  
**E11** : Huile acceptable ;  
**E12** : Huile de qualité inacceptable ;  
**E13** : Huile de qualité moyenne ;  
**E14** : Huile de qualité ;  
**E15** : Huile de bonne qualité ;  
**E16** : Huile de qualité ;  
**E17** : Huile de qualité inacceptable ;  
**E18** : Huile de qualité.

**Note générale de 0 à 5**

**E1** : 3  
**E2** : 3  
**E3** : 2  
**E4** : 2.5  
**E5** : 2.5  
**E6** : 1  
**E7** : 2  
**E8** : 3  
**E9** : 3  
**E10** : 1.5  
**E11** : 2  
**E12** : 1  
**E13** : 2.5  
**E14** : 3  
**E15** : 3  
**E16** : 3  
**E17** : 1  
**E18** : 3

Tableau III: Résultats donnés par le dégustateur 2

Nom : DJAARIT	Prénom : Dalal	Date : 21 - 04 - 2013
<b>Dégustation</b>		
<b>Visuels : couleur-intensité</b>		
E1 : vert - intensité moyenne ;		
E2 : Jaune brillant - intense ;		
E3 : Jaune doré - intense ;		
E4 : Vert jaunâtre - légèrement intense ;		
E5 : Vert jaunâtre - légèrement intense ;		
E6 : Jaune claire - intense ;		
E7 : Vert noirâtre - intense ;		
E8 : Jaune miel - intense ;		
E9 : Jaune claire - intense ;		
E10 : Vert noirâtre - intense ;		
E11 : Marron - intense ;		
E12 : Jaune brillant - intense ;		
E13 : Jaune brillant - légèrement intense ;		
E14 : Jaune miel - légèrement intense ;		
E15 : Jaune miel - légèrement intense ;		
E16 : Jaune miel - légèrement intense ;		
E17 : Jaune miel - intense ;		
E18 : Jaune miel - intense.		
<b>Olfactif : intensité-qualité</b>		
E1 : Odeur des olives ;		
E2 : Odeur des olives - intense ;		
E3 : Odeur désagréable ;		
E4 : Odeur des olives - intense - agréable ;		
E5 : Odeur des olives ;		
E6 : Odeur des olives - faibles intensités ;		
E7 : Odeur désagréable - intense ;		
E8 : Odeur de moisi - très intense ;		
E9 : Odeur de l'huile de sans goût - faible intensité ;		
E10 : Odeur des olives ;		
E11 : Odeur des olives - très intense ;		
E12 : Odeur acceptable ;		
E13 : Odeur des olives - intense ;		
E14 : Odeur des olives ;		
E15 : Odeur des olives - intense ;		
E16 : Odeur acceptable ;		
E17 : Odeur des olives ;		
E18 : Odeur des olives - intense.		
<b>En bouche : ardente-amertume-consistance (fluidité, onctuosité)-intensité et qualité des arômes-persistance aromatique</b>		
E1 : Très onctueux - pas de persistance ;		
E2 : Très onctueux - goût des olives - persistance aromatique ;		
E3 : Ardent - peu onctueux - mauvais goût - pas de persistance aromatique ;		
E4 : Onctueux, dense - goût de levure - pas de persistance aromatique ;		
E5 : Onctueux, dense - mauvais goût - pas de persistance aromatique ;		
E6 : Peu dense - goût des olives très intense - persistance aromatique ;		
E7 : Ardent - onctueux - mauvais goût, intense - persistance aromatique ;		

**E8** : Ardent - peu onctueux - mauvais goût - persistance aromatique ;  
**E9** : Peu onctueux - sans goût - pas de persistance ;  
**E10** : Goût acceptable - persistance aromatique ;  
**E11** : Ardent - onctueux - persistance aromatique ;  
**E12** : Très ardent - bon goût - persistance aromatique ;  
**E13** : Goût acceptable - pas de persistance aromatique ;  
**E14** : Goût des olives - pas de persistance aromatique ;  
**E15** : Onctueux, très intense - goût des olives - persistance aromatique ;  
**E16** : Humide - onctueux, intense - persistance aromatique ;  
**E17** : Onctueux, dense - goût des olives intense - persistance aromatique ;  
**E18** : Onctueux - goût des olives - pas de persistance aromatique.

**Harmonie générale : jugement d'ensemble**

**E1** : Huile de bonne qualité ;  
**E2** : Huile de très bonne qualité ;  
**E3** : Huile acceptable ;  
**E4** : Huile de qualité moyenne ;  
**E5** : Huile de qualité ;  
**E6** : Huile de qualité ;  
**E7** : Huile acceptable ;  
**E8** : Huile inacceptable ;  
**E9** : Huile de très bonne qualité ;  
**E10** : Huile de qualité moyenne ;  
**E11** : Huile de qualité ;  
**E12** : Huile acceptable ;  
**E13** : Huile de qualité ;  
**E14** : Huile de qualité moyenne ;  
**E15** : Huile de qualité ;  
**E16** : Huile acceptable ;  
**E17** : Huile de bonne qualité ;  
**E18** : Huile de qualité.

**Note générale de 0 à 5**

**E1** : 3.5  
**E2** : 4  
**E3** : 2  
**E4** : 2.5  
**E5** : 3  
**E6** : 3  
**E7** : 2  
**E8** : 1  
**E9** : 4  
**E10** : 2.5  
**E11** : 3  
**E12** : 2  
**E13** : 3  
**E14** : 2.5  
**E15** : 3  
**E16** : 2  
**E17** : 3.5  
**E18** : 3

Tableau IV: Résultats donnés par le dégustateur 3

Nom : BOULEMNAKHER	Prénom : Rabiha	Date : 21 - 04 - 2013
<b>Dégustation</b>		
<b>Visuels : couleur-intensité</b>		
E1 : Jaune verdâtre - intensité moyenne ;		
E2 : Jaune brillant - intense ;		
E3 : Jaune claire- intense ;		
E4 : Vert - intense ;		
E5 : vert - intense ;		
E6 : Jaune claire - intense ;		
E7 : Vert noirâtre - intense ;		
E8 : Jaune - intense ;		
E9 : Jaune claire - intense ;		
E10 : Vert noirâtre - intense ;		
E11 : Marron - intense ;		
E12 : Jaune doré - intense ;		
E13 : Jaune - intense ;		
E14 : Jaune miel - légèrement intense ;		
E15 : Jaune miel - légèrement intense ;		
E16 : Jaune miel - légèrement intense ;		
E17 : Jaune - légèrement intense ;		
E18 : Jaune miel - légèrement intense.		
<b>Olfactif : intensité-qualité</b>		
E1 : Odeur des olives - intense ;		
E2 : Odeur des olives - intense ;		
E3 : Odeur désagréable - intense ;		
E4 : Odeur des olives - intense ;		
E5 : Odeur des olives ;		
E6 : Odeur des olives - intense ;		
E7 : Odeur acceptable - intense ;		
E8 : Odeur désagréable - très intense ;		
E9 : Odeur acceptable ;		
E10 : Odeur des olives ;		
E11 : Odeur des olives - très intense ;		
E12 : Odeur des olives ;		
E13 : Odeur des olives - intense ;		
E14 : Odeur des olives - acceptable ;		
E15 : Odeur des olives - intense ;		
E16 : Odeur des olives - acceptable ;		
E17 : Odeur des olives ;		
E18 : Odeur des olives.		
<b>En bouche : ardente-amertume-consistance (fluidité, onctuosité)-intensité et qualité des arômes-persistance aromatique</b>		
E1 : Onctueux, dense - persistance aromatique ;		
E2 : Peu onctueux - persistance aromatique ;		
E3 : Très ardent - léger - persistance aromatique ;		
E4 : Onctueux - bon goût - persistance aromatique ;		
E5 : Onctueux - goût des olives - persistance aromatique ;		
E6 : Onctueux - goût acceptable - persistance aromatique ;		
E7 : Peu onctueux - goût non acceptable - persistance aromatique ;		



**E8** : Ardent - mauvais goût, très intense - persistance aromatique ;  
**E9** : Peu onctueux - persistance aromatique ;  
**E10** : Onctueux - goût des olives - pas de persistance aromatique ;  
**E11** : Peu onctueux - goût acceptable - de persistance aromatique ;  
**E12** : Ardent - persistance aromatique ;  
**E13** : Onctueux - persistance aromatique ;  
**E14** : goût acceptable - pas de persistance aromatique ;  
**E15** : goût des olives - onctueux - persistance aromatique ;  
**E16** : humide - onctueux - persistance aromatique ;  
**E17** : onctueux - goût acceptable - pas de persistance aromatique ;  
**E18** : peu onctueux - goût des olives - pas de persistance aromatique.

**Harmonie générale : jugement d'ensemble**

**E1** : Huile de qualité ;  
**E2** : Huile de qualité ;  
**E3** : Huile inacceptable ;  
**E4** : Huile de très bonne qualité ;  
**E5** : Huile de qualité ;  
**E6** : Huile de qualité ;  
**E7** : Huile de qualité ;  
**E8** : Huile inacceptable ;  
**E9** : Huile de qualité ;  
**E10** : Huile de qualité ;  
**E11** : Huile de qualité ;  
**E12** : Huile acceptable ;  
**E13** : Huile de qualité moyenne ;  
**E14** : Huile de qualité moyenne ;  
**E15** : Huile de qualité ;  
**E16** : Huile acceptable ;  
**E17** : Huile de qualité moyenne ;  
**E18** : Huile de qualité.

**Note générale de 0 à 5**

**E1** : 3  
**E2** : 3  
**E3** : 1  
**E4** : 4  
**E5** : 3  
**E6** : 3  
**E7** : 3  
**E8** : 1  
**E9** : 3  
**E10** : 3  
**E11** : 3  
**E12** : 2  
**E13** : 2.5  
**E14** : 2.5  
**E15** : 3  
**E16** : 2  
**E17** : 2.5  
**E18** : 3

Tableau V: Résultats donnés par le dégustateur 4

Nom : LALLALI	Prénom : Meriem	Date : 21 - 04 - 2013
<b>Dégustation</b>		
<b>Visuels : couleur-intensité</b>		
E1 : Vert - intensité moyenne ;		
E2 : Jaune brillant - intense ;		
E3 : Jaune intense ;		
E4 : Vert - légèrement intense ;		
E5 : Vert - intense ;		
E6 : Jaune claire - intensité moyenne;		
E7 : Noire vert - intense ;		
E8 : Jaune - intense ;		
E9 : Jaune claire - intensité moyenne ;		
E10 : Noire vert - intense ;		
E11 : Marron foncé - intense ;		
E12 : Jaune brillant - intense ;		
E13 : Jaune miel - légèrement intense ;		
E14 : Jaune miel - légèrement intense ;		
E15 : Jaune miel - légèrement intense ;		
E16 : Jaune miel - légèrement intense ;		
E17 : Jaune miel - intense ;		
E18 : Jaune miel - intense.		
<b>Olfactif : intensité-qualité</b>		
E1 : Odeur des olives - intense ;		
E2 : Odeur des olives - intense ;		
E3 : Odeur désagréable - intense ;		
E4 : Odeur des olives - intense ;		
E5 : Odeur des olives ;		
E6 : Odeur des olives - intense ;		
E7 : Odeur désagréable ;		
E8 : Odeur rance - très intense ;		
E9 : Odeur des olives ;		
E10 : Odeur des olives ;		
E11 : Odeur de moisi - très intense ;		
E12 : Odeur des olives ;		
E13 : Odeur des olives - intense ;		
E14 : Odeur des olives - acceptable ;		
E15 : Odeur des olives;		
E16 : Odeur des olives - acceptable ;		
E17 : Odeur des olives ;		
E18 : Odeur des olives.		
<b>En bouche : ardente-amertume-consistance (fluidité, onctuosité)-intensité et qualité des arômes-persistance aromatique</b>		
E1 : Léger - pas de persistance aromatique ;		
E2 : Léger - bon goût - persistance aromatique ;		
E3 : Très ardent - peu onctueux - pas de persistance aromatique ;		
E4 : Bon goût - persistance aromatique ;		
E5 : Peu onctueux - goût des olives - persistance aromatique ;		
E6 : Ardent - bon goût - persistance aromatique ;		
E7 : Ardent - onctueux, dense - mauvais goût - persistance aromatique ;		

**E8** : Peu onctueux - mauvais goût - persistance aromatique ;  
**E9** : Léger - bon goût - persistance aromatique ;  
**E10** : Léger - goût des olives - persistance aromatique ;  
**E11** : Ardent - onctueux - goût acceptable - persistance aromatique ;  
**E12** : Goût acceptable - persistance aromatique ;  
**E13** : Bon goût - par de persistance aromatique ;  
**E14** : Goût acceptable - pas de persistance aromatique ;  
**E15** : Onctueux - goût acceptable - persistance aromatique ;  
**E16** : Onctueux - goût acceptable - pas de persistance aromatique ;  
**E17** : Léger - goût acceptable - persistance aromatique ;  
**E18** : Peu onctueux - pas de persistance aromatique.

**Harmonie générale : jugement d'ensemble**

**E1** : Huile de qualité ;  
**E2** : Huile de très bonne qualité ;  
**E3** : Huile acceptable ;  
**E4** : Huile de bonne qualité ;  
**E5** : Huile de très bonne qualité ;  
**E6** : Huile de très bonne qualité ;  
**E7** : Huile inacceptable ;  
**E8** : Huile de mauvaise qualité ;  
**E9** : Huile de très bonne qualité ;  
**E10** : Huile de qualité ;  
**E11** : Huile inacceptable ;  
**E12** : Huile de très bonne qualité ;  
**E13** : Huile de qualité moyenne ;  
**E14** : Huile de qualité moyenne ;  
**E15** : Huile de qualité ;  
**E16** : Huile de qualité ;  
**E17** : Huile acceptable ;  
**E18** : Huile de qualité moyenne.

**Note générale de 0 à 5**

**E1** : 3  
**E2** : 4  
**E3** : 2  
**E4** : 3.5  
**E5** : 4  
**E6** : 4  
**E7** : 1.5  
**E8** : 1  
**E9** : 4  
**E10** : 3  
**E11** : 1.5  
**E12** : 4  
**E13** : 2.5  
**E14** : 2.5  
**E15** : 3  
**E16** : 3  
**E17** : 2  
**E18** : 2.5

Tableau VI: Résultats donnés par le dégustateur 5

Nom : LAKHAL	Prénom : Zahia	Date : 21 - 04 - 2013
<b>Dégustation</b>		
<b>Visuels : couleur-intensité</b>		
E1 : Vert - intense ;		
E2 : Jaune doré - intense ;		
E3 : Jaune brillant - légèrement intense ;		
E4 : Vert jaunâtre - intensité moyenne ;		
E5 : Vert jaunâtre - intense ;		
E6 : Jaune claire - légèrement intense ;		
E7 : Vert noirâtre - intense ;		
E8 : Jaune doré - légèrement intense ;		
E9 : Jaune claire - légèrement intense ;		
E10 : Vert noirâtre - intense ;		
E11 : Marron foncé - intensité moyenne ;		
E12 : Jaune doré - intensité moyenne ;		
E13 : Jaune - intensité moyenne ;		
E14 : Jaune - intensité moyenne ;		
E15 : Jaune - intensité moyenne ;		
E16 : Jaune - intensité moyenne ;		
E17 : Jaune miel - intense ;		
E18 : Jaune miel - intense.		
<b>Olfactif : intensité-qualité</b>		
E1 : Odeur des olives ;		
E2 : Odeur des olives - intense ;		
E3 : Odeur acceptable;		
E4 : Odeur désagréable - intense ;		
E5 : Odeur des olives ;		
E6 : Odeur des olives - intense ;		
E7 : Odeur désagréable ;		
E8 : Odeur désagréable - très intense ;		
E9 : Odeur de l'huile de sans goût - désagréable ;		
E10 : Odeur des olives ;		
E11 : Odeur des olives - très intense ;		
E12 : Aucune odeur relative à l'huile d'olive ;		
E13 : Odeur des olives - intense ;		
E14 : Odeur des olives ;		
E15 : Odeur des olives - intense ;		
E16 : Odeur des olives ;		
E17 : Odeur des olives ;		
E18 : Odeur des olives.		
<b>En bouche : ardente-amertume-consistance (fluidité, onctuosité)-intensité et qualité des arômes-persistance aromatique</b>		
E1 : Peu onctueux - goût acceptable - pas de persistance aromatique ;		
E2 : Onctueux - goût de sol - ardent - persistance aromatique ;		
E3 : Ardent - onctueux, dense - pas de persistance aromatique ;		
E4 : Amer - onctueux, dense - mauvais goût - persistance aromatique ;		
E5 : Peu onctueux - goût des olives - persistance aromatique ;		
E6 : Peu onctueux - goût acceptable - pas de persistance aromatique ;		
E7 : Ardent - onctueux, dense - goût acceptable - persistance aromatique ;		

**E8** : Ardent - amer - onctueux - mauvais goût - persistance aromatique ;  
**E9** : Ardent - léger - goût des olives - persistance aromatique ;  
**E10** : Peu onctueux - goût acceptable - pas de persistance aromatique ;  
**E11** : Onctueux - goût acceptable - pas de persistance aromatique ;  
**E12** : Très ardent - persistance aromatique ;  
**E13** : Peu onctueux - goût acceptable - pas de persistance aromatique ;  
**E14** : Onctueux - goût des olives - persistance aromatique ;  
**E15** : Peu onctueux - goût acceptable - persistance aromatique ;  
**E16** : Goût acceptable - persistance aromatique ;  
**E17** : Onctueux - goût des olives - pas de persistance aromatique ;  
**E18** : Peu onctueux - persistance aromatique.

**Harmonie générale : jugement d'ensemble**

**E1** : Huile de qualité ;  
**E2** : Huile acceptable ;  
**E3** : Huile acceptable ;  
**E4** : Huile de mauvaise qualité ;  
**E5** : Huile de très bonne qualité ;  
**E6** : Huile de qualité ;  
**E7** : Huile de qualité ;  
**E8** : Huile de mauvaise qualité ;  
**E9** : Huile de très bonne qualité ;  
**E10** : Huile de bonne qualité ;  
**E11** : Huile de qualité ;  
**E12** : Huile inacceptable ;  
**E13** : Huile de qualité moyenne ;  
**E14** : Huile de qualité ;  
**E15** : Huile de qualité moyenne ;  
**E16** : Huile de qualité moyenne ;  
**E17** : Huile de qualité ;  
**E18** : Huile de qualité moyenne.

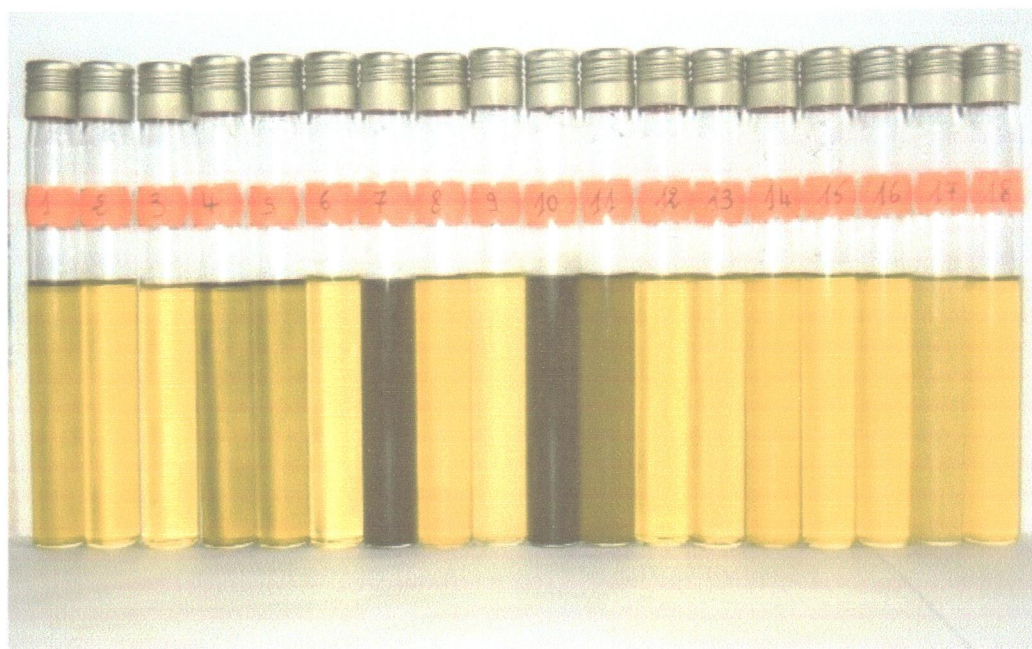
**Note générale de 0 à 5**

**E1** : 3  
**E2** : 2  
**E3** : 2  
**E4** : 1  
**E5** : 4  
**E6** : 3  
**E7** : 3  
**E8** : 1  
**E9** : 4  
**E10** : 3.5  
**E11** : 3  
**E12** : 1  
**E13** : 2.5  
**E14** : 3  
**E15** : 2.5  
**E16** : 2.5  
**E17** : 3  
**E18** : 2.5

D'après les questionnaires remplis par les dégustateurs, et qui sont basées sur les caractères visuels, olfactifs et gustatifs, nous avons remarqué qu'il y a certaines similitudes entre les cinq dégustateurs et surtout en caractères visuels.

Concernant l'analyse visuelle, nous pouvons classer nos échantillons en 2 groupes, le premier groupe rassemble les échantillons originaires de Ziam Mansouriah (E2), Djimla (E3), El Milia (E6), Texenna (E8), Selma Ben Ziada (E9), El Ancer (E12), Bordj Thar (E13), El Aouana (E14), Boughdir, Taher (E15), El Amir Abdelkader (E17) et Boudriaa Ben Yadjis (E18) dont tous les dégustateurs sont d'accord sur l'attribut couleur jaune, mais il y a une variabilité sur l'intensité de la couleur, sur cette base, les huiles les plus claires sont celles de Djimla (E3) et Selma Ben Ziada (E9).

Le deuxième groupe renferme les huiles d'Ouled Yahia (E1), El Kennar Nechfi (E4), Ouled Rabah (E5), El Djemaa Beni Hbib (E7), El Mharka (E10) et Beni Siar (E11), pour lesquelles les dégustateurs donnent l'attribut de couleur verte. Parmi ces échantillons, l'huile d'El Djemaa Beni Hbib et d'El Mharka présentent une couleur verte foncée remarquable proche du noir, alors que l'échantillon originaire de Beni Siar a une couleur spécifique penchant au marron (photo 01).



**Photo 01 :** Aspect visuel des 18 échantillons de l'huile d'olive.

Nous avons remarqué que les échantillons du premier groupe sont des huiles fraîches, tandis que, le deuxième groupe est relative aux échantillons cuits.

Cette différence dans la couleur entre les échantillons analysés, peut être due au degré de maturité des fruits, à la teneur en pigments (chlorophylles et caroténoïdes), et au traitement thermique des olives avant l'extraction d'huile. Dans le même sens, le Conseil Oléicole International (COI, 2011), a montré que les fruits cueillis précocement donnent une couleur plus verte, alors que la récolte effectuée plus tardivement donne une couleur jaune. D'autre part **Baccouri et al. (2007)**, ont affirmé que la couleur verte des huiles est due à la richesse en pigments chlorophylliens, alors qu'un taux élevé des caroténoïdes donne aux huiles la couleur jaune. De

plus, Pérez et al. (2003), ont montré que le traitement thermique provoque un changement du contenu de pigment de l'huile d'olive vierge.

A propos d'analyse olfactif et gustatif, chaque dégustateur a donné un avis différent pour les 18 échantillons. Mais, nous observons qu'il y a seulement une unanimité entre les dégustateurs sur l'odeur et le goût désagréable des deux échantillons d'El Djemaa Beni Hbib et de Texenna, tandis que le reste des huiles présentent des caractères différentiels.

Selon, Bottino et al. (2008), Bubola et al. (2012) et Fragepane et al. (2006), la filtration peut influencer les caractéristiques sensorielles des huiles d'olive vierges. Ainsi, les méthodes d'extraction et les conditions, en particulier le temps de malaxation et la température, produisent des huiles d'olive avec différentes saveurs (Di Giovacchino et al., 2002 ; Ranalli et al., 2001).

Cependant, la présence ou l'absence des composés volatils particuliers peut être également un bon indicateur des changements de qualité d'huile d'olive, elles sont responsables des attributs sensoriels (positif ou négatif) d'huiles d'olive vierges (Kalua et al., 2007). Les volatils formés de l'oxydation chimique d'huile sont responsables du mauvais goût désigné sous le nom de rancidité oxydante. En revanche, l'oxydation enzymatique d'huile d'olive, particulièrement par la voie de lipoxigénase, est considérée, responsable de l'arôme d'huile (Angerosa, 2002 ; Kiritsakis, 1998).

Selon (Morales et al. 2005), seulement les olives attaquées par des parasites, ou tombées à la terre avant la moisson, donnent un mauvais goût du produit fini; les autres notes sensorielles défectueuses dans les huiles d'olive sont dues à la moisson insatisfaisante ou au traitement ou la conservation d'huile d'olive. De plus, la lipolyse et l'oxydation sont les processus menant à la détérioration la plus sérieuse d'huile d'olive. La lipolyse commence habituellement quand l'huile est toujours dans le fruit, alors que l'oxydation commence après que l'huile soit obtenue à partir du fruit et procède, principalement pendant le stockage (Morales et al., 1997) ; ces deux processus affectent la composition et les caractéristiques sensorielles de l'huile (Morales et al., 2005).

Pour les fruits d'olives stockés dans les piles, dans des conditions d'humidité élevée, la présence de plusieurs espèces de genre *Aspergillus*, ainsi que des ascomycètes, *Penicillium notatum*, ont été rapportés comme étant les deutéromycètes les plus abondants. Ces micro-organismes ont la capacité d'oxyder les acides gras libres, produisant les composés volatils tels que les cétones méthyliques. D'autres mycètes (*Alternaria*, *Fusarium*, *Rhizopus*) ont été également détectés bien qu'ils soient moins abondants. Quand des intensités d'extension des défauts sensoriels d'huile sont élevées, elles sont classifiées en tant que des huiles d'olive lampante et doivent subir le raffinage avant d'être consommée (Morales et al., 2005).

Enfin et d'après les fiches remplis par les cinq dégustateurs, nous pouvons déduire que la meilleure huile est celle de Selma Ben Ziada avec une note globale moyenne de 3.6, suivi successivement des échantillons d'Ouled Rabah, Ziama Mansouriah et d'Ouled Yahia qui sont des huiles de qualité avec des notes globales de 3.3, 3.2, et 3.1 respectivement.

Par ailleurs, l'huile de Texenna présente une mauvaise qualité avec une note globale de 1.4, alors que les autres sont considérées comme étant des huiles acceptables ou correctes avec une note varie entre 2 et 2.9.

### III.2. Contrôle physicochimique

Différents paramètres ont ensuite été étudiés, à commencer par les paramètres physicochimiques des huiles. Ceux-ci comprennent l'acidité libre, l'indice de peroxyde, de saponification, d'iode, de réfraction, la densité, l'humidité, les impuretés, le coefficient d'extinction, le point de solidification, de fusion, de fumée, la recherche du glycérol et la détermination de la composition en acides gras.

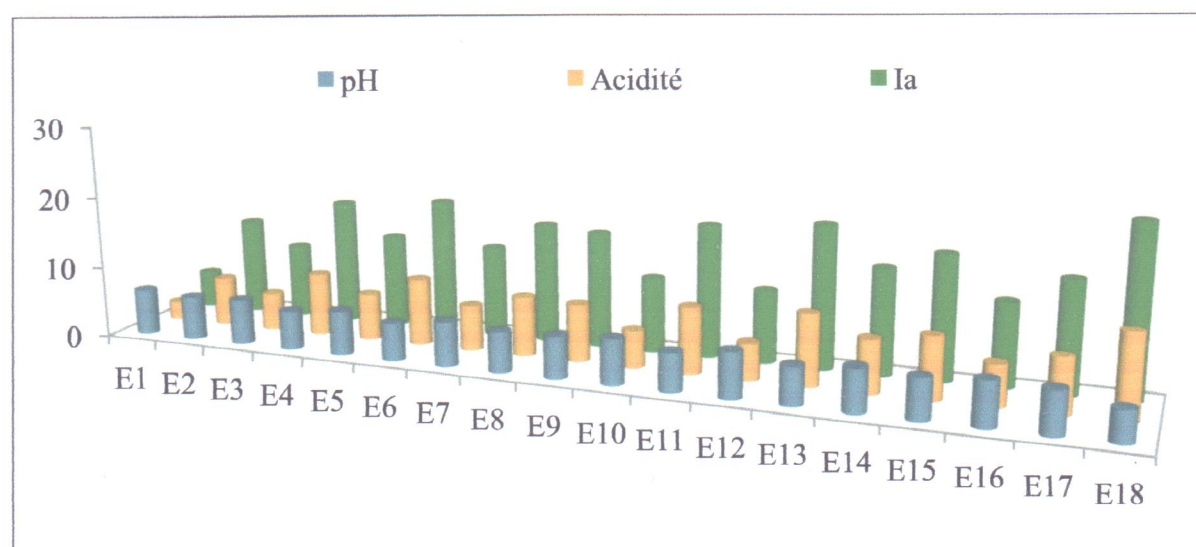
#### III.2.1. pH, indice d'acide et acidité oléique

L'acidité est un paramètre important, c'est l'un des facteurs les plus fréquemment utilisés pour déterminer la qualité, mais aussi un indice de bonne production et de technologie d'extraction, toute augmentation indique qu'un incident même léger, s'est produit (Mariotti et Mascini, 2001). La détermination de l'acidité est d'une importance spéciale pour l'huile d'olive puisque c'est la seule huile de table qui doit être commercialisée sans neutralisation préalable (Armenta et al., 2007).

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'acidité libre permet de contrôler le niveau de dégradation hydrolytique, enzymatique ou chimique, des chaînes d'acides gras des triglycérides. Ceci est à l'origine d'acides gras libres et de glycérides partiels (mono et diglycérides) (Tanouti et al., 2011).

Le pH, l'indice d'acide et l'acidité oléique des échantillons d'huile d'olive analysés sont illustrés par la figure 03, où nous avons constaté que la différence entre les résultats est significative.



**Figure 03 :** Histogramme de l'indice d'acide (mg/g), acidité oléique (%) et pH des 18 échantillons de l'huile d'olive.

Sur la base de cet indice ; nous avons remarqué que seule l'huile d'olive originaire d'Ouled Yahia (E1) se classe dans la catégorie « Huile d'olive vierge courante » puisque la teneur en acide gras libre de l'échantillon analysé reste en dessous de la norme fixée par le COI (2003) qui est de 3.3% au maximum.



Le reste des huiles présentent des valeurs d'acidité relativement élevées ( $> 3.3\%$ ) dont la valeur maximale est obtenue avec l'huile de Ben Yadjis (E18), estimé à  $11.53 \pm 0.29\%$ , suivi de celles de Bordj Thar (E13), El Milia (E6) et Beni Siar (E11) avec un taux d'acidité équivalent à  $9.79 \pm 0.06\%$ ,  $9.31 \pm 0.13\%$  et  $9.11 \pm 0.037\%$  respectivement. Les échantillons d'El Kennar (E4), Texenna (E8) et Boughdir (E15) affichent des valeurs assez proches équivalent à  $8.66 \pm 0.055\%$ ,  $8.23 \pm 0.07\%$  et  $8.5 \pm 0.04\%$  respectivement. Cependant les autres huiles présentent des valeurs d'acidité comprise entre  $4.99 \pm 0.28\%$  pour l'huile d'olive originaire d'El Ancer (E12) et  $7.94 \pm 0.096\%$  pour l'huile d'olive originaire de Selma Ben Ziada. Donc toutes ces huiles analysées et quelques soit leurs origines semblent se classer dans la catégorie « Huile d'olive lampante ».

Il ressort de la figure 04, que les résultats de l'indice d'acide et d'acidité obtenus coïncident à ceux du pH. En effet, le pH des échantillons varie entre pH4.39 et pH6.32 dont la valeur maximale  $\text{pH}6.32 \pm 0.035$  est observée avec l'échantillon originaire d'Ouled Yahia et qui correspond aux plus faible taux d'acidité ( $2.53 \pm 0.073\%$ ). Par contre, l'échantillon de Ben Yadjis qui a la valeur d'acidité la plus haute de l'ordre de  $11.53 \pm 0.29\%$ , prend la valeur du pH la plus basse  $\text{pH}4.39 \pm 0.21$ .

Fraîchement extraite à partir d'olives saines et selon de bonnes pratiques de trituration, l'huile d'olive 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 par hydrolyse des triglycérides (Tanouti et al., 2010).

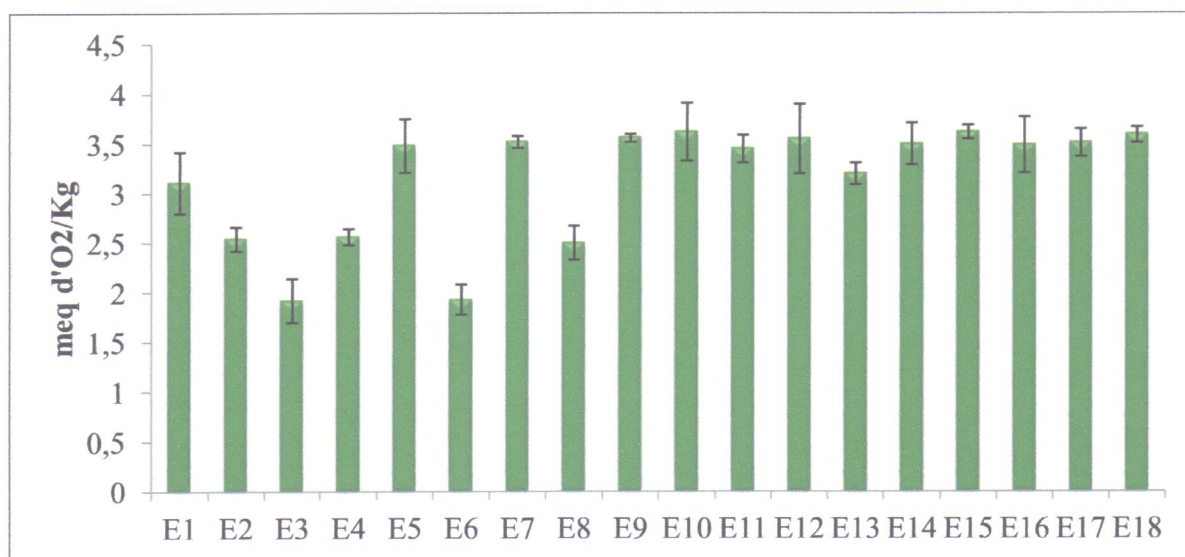
D'après Boskou (1996), des facteurs affectant défavorablement la qualité d'une huile d'olive peuvent être présents même aux premières étapes, par exemple, pendant la formation de l'huile dans le fruit. Des anomalies pendant le processus de la biosynthèse, des activités microbiennes et des conditions ambiantes sont toutes, liées à la formation de l'huile à une acidité élevée. Cependant, un niveau élevé d'acidité peut être également attribué à l'état de maturité avancé du fruit et/ou au stockage prolongé et inadéquat avant trituration. Les olives peuvent subir dans ce cas des lésions qui peuvent engendrer des contaminations de l'huile et donner des huiles avec une forte acidité et des caractères organoleptiques altérés (Tanouti et al., 2010).

Selon Mahjoub et al. (2006), les huiles d'olive ayant une acidité supérieure à  $3.3\%$  ne sont pas comestibles, et doivent être raffinées. De ce fait, parmi les huiles analysées, seulement l'huile d'olive originaire d'Ouled Yahia est considérée comme une huile comestible.

### III.2.2. Indice de peroxyde

Les graisses et les huiles soumises à l'oxydation perdent leurs valeurs nutritionnelles et forment plusieurs produits d'oxydation nocifs (M'Baye et al., 2012). L'indice de peroxyde (IP) permet d'apprécier les premières étapes d'une détérioration oxydative de l'huile. Par définition, l'indice de peroxyde est le nombre de milliéquivalent d'oxygène actif de peroxyde contenu dans un gramme de corps gras et susceptible d'oxyder l'iodure de potassium avec libération d'iode (M'Baye et al., 2012). Pour la détermination de cet indice nous avons utilisé la méthode officielle de Lecoq (1965).

Les résultats obtenus lors de l'évaluation de l'indice de peroxyde des 18 échantillons sont illustrés par la figure ci-dessous.



**Figure 04 :** Histogramme de l'indice de peroxyde des 18 échantillons de l'huile d'olive.

La figure révèle qu'il y a une différence significative entre les résultats ( $P < 0.05$ ). Pour tous les échantillons analysés, les valeurs de l'indice de peroxyde varient entre  $1.92 \pm 0.22$  et  $3.62$  milli équivalent d'O<sub>2</sub>/kg d'huile, elles restent donc, dans la norme fixées par le COI ( $Ip \leq 20$  milli équivalent d'O<sub>2</sub>/kg). Les échantillons de Boughdir (E15) et d'El Mharka (E10) possèdent la valeur la plus élevée de l'indice de peroxyde qui est successivement de  $3.62 \pm 0.07$  et  $3.62 \pm 0.29$  milli équivalent d'O<sub>2</sub>/Kg d'huile, alors que l'échantillon de Djimla (E3) a la valeur la plus faible ( $1.92 \pm 0.22$  milli équivalent d'O<sub>2</sub>/Kg d'huile).

Selon **Tanouti et al. (2011)**, l'indice de peroxyde estime l'état d'autoxydation de l'huile ; c'est un mécanisme lent mais inéluctable. En effet, les corps gras peuvent s'oxyder en présence d'oxygène et de certains facteurs favorisant (température élevée, eau, enzyme, trace de métaux Cu, Fe...). Cette autoxydation ou rancissement aldéhydique conduit dans un premier temps à la formation de peroxydes (ou hydroperoxydes) qui se décomposent ultérieurement en dérivés carbonylés aldéhydes et hydrocétone (responsables de l'odeur de rance) et en divers produits oxygénés (alcools, acides...).

Il faut noter que l'IP augmente avec la maturité des olives, et surtout à la suite d'un choc thermique, ou à un processus de fabrication défectueux. Le stockage inadapté ou prolongé, est également une des causes d'augmentation de l'indice de peroxydation (**Tanouti et al., 2011**).

Les basses valeurs de l'IP de nos échantillons montrent que l'huile a été extraite rapidement après la récolte des olives et qu'elle a été stockée dans de bonnes conditions. Cela nous permet de penser que l'huile ne s'oxydera pas prématurément et se conservera au cours du temps. Dans le même sens, **Gharby et al. (2011)** ont montré que le processus de l'oxydation de l'huile s'accélère en présence de la lumière. Il est aussi influencé par l'humidité et la température. Ce processus est initié par l'oxygène de l'air. Des récipients sont pleins à ras bord diminuent donc les risques d'oxydation mais cette pratique est difficilement réalisable commercialement. Pour résoudre le problème de la lumière et de la présence d'oxygène, l'air du récipient de stockage peut être remplacé par de l'azote et des bouteilles brunes conservées dans l'obscurité peuvent être utilisées pendant le stockage pour minimiser l'effet de la lumière.

Les faibles valeurs de l'indice de peroxyde des échantillons analysés peuvent être dues aussi à la richesse des huiles étudiées en composés phénoliques ainsi que d'autres antioxydants tels que les chlorophylles et les caroténoïdes qui jouent un rôle important dans la stabilité oxydative de l'huile au cours de son stockage, et alors retardent la formation des peroxydes.

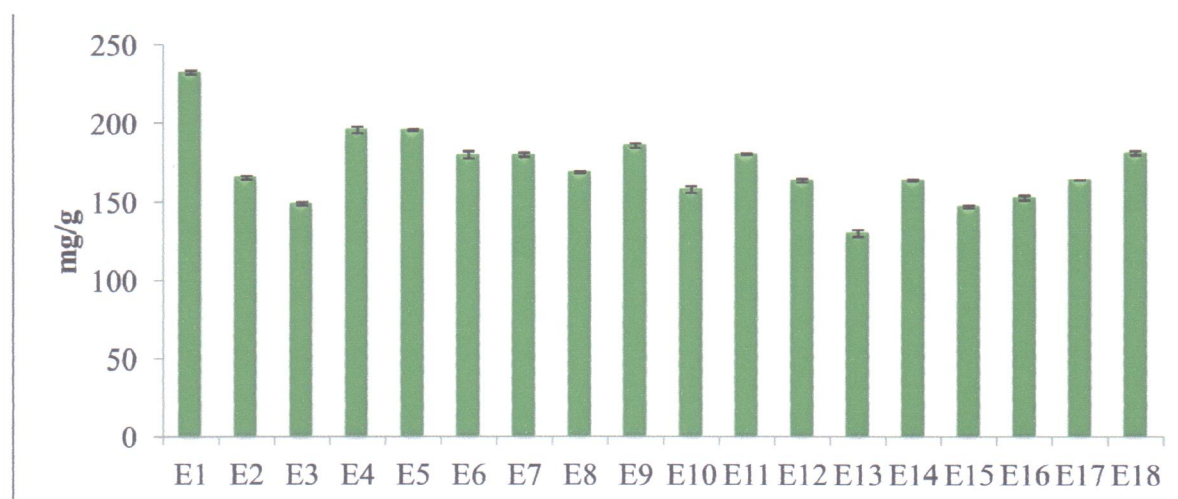
D'après **Torres et Maestri (2006)**, les méthodes d'extraction, l'origine géographique et les facteurs climatiques influencent les caractéristiques chimiques des huiles. En revanche, **Kiritsakis (1998)**, estime que le lieu de culture n'a aucune influence significative sur ces paramètres analytiques (acidité, et indice de peroxyde) qui sont fondamentalement affectés par des facteurs endommageant les fruits tels que l'attaque par les parasites (mouches) ou l'emploi de systèmes impropres pour la récolte ainsi que le transport et le stockage des olives.

### III.2.3. Indice de saponification

L'indice de saponification représente la quantité de potasse exprimée en mg nécessaire pour transformer en savon les acides gras libres et les glycérides contenus dans un gramme de corps gras. Il permet de déterminer le poids moléculaire d'un corps gras. L'indice de saponification est déterminé en mélangeant un volume d'huile avec de la potasse suivie d'une titration avec de l'acide chlorhydrique (**Benrachou et al., 2010**).

Les résultats de la détermination de l'indice de saponification des 18 échantillons d'huile d'olive sont illustrés par la figure suivante où il apparaît que la différence entre les résultats est significative ( $P < 0.05$ ).

Les résultats trouvés révèlent que la valeur maximale de l'indice de saponification est obtenue avec l'huile d'olive de la région d'Ouled Yahia (E1) qui est de  $232.45 \pm 1.22$  mg/g, cette valeur est très éloignée de la norme qui doit être comprise entre 184 et 196 mg/g. Alors que, la valeur la plus faible de cet indice est celle trouvée avec l'échantillon de la région de Bordj-Thar (E13) qui accuse une différence de (54.97) mg/g par rapport à la limite inférieure de la norme. Nos résultats montrent aussi que parmi les échantillons restants il y a trois qui ont des valeurs de l'indice de saponification conforme à la norme : El Kennar (E4), Ouled Rabah (E5) et Selma (E9) avec des valeurs successives de  $195.48 \pm 2.06$ ,  $195.35 \pm 0.41$ , et  $185.13 \pm 1.39$  mg/g. Tous les restes des échantillons ont des valeurs de l'indice de saponification inférieures à la norme.



**Figure 05** : Histogramme de l'indice de saponification des 18 échantillons de l'huile d'olive.

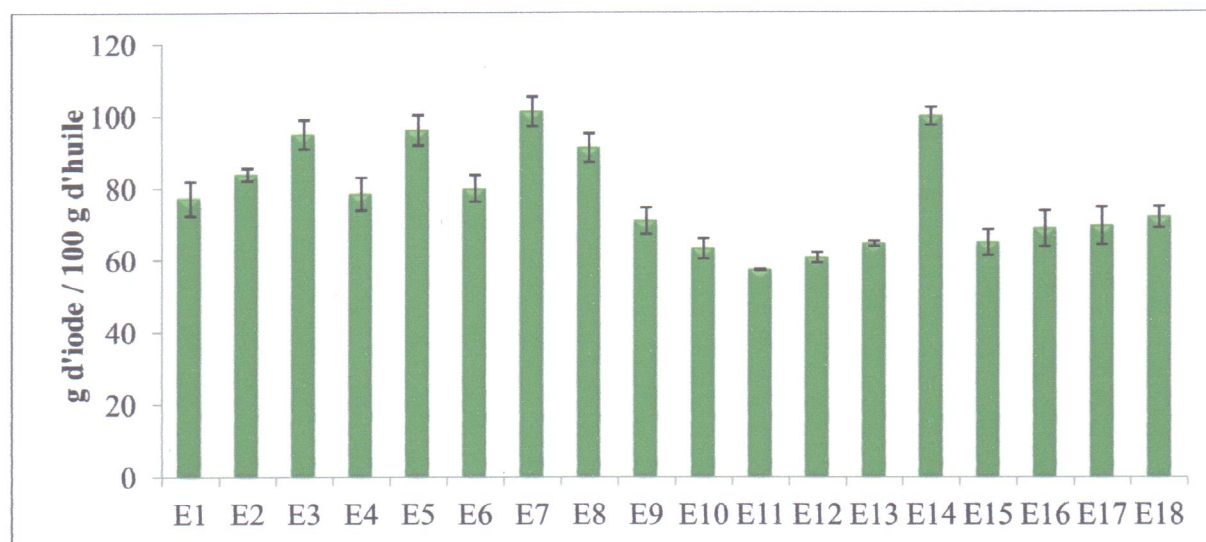
Selon **Benrachou et al. (2010)**, la détermination de l'indice de saponification est importante car il permet de caractériser le poids moléculaire et la longueur moyenne des chaînes grasses auxquelles il est inversement proportionnel (plus le poids moléculaire (PM) de la longueur moyenne d'acides gras est élevée, plus l'indice de saponification est faible). Dans le même sens, **Besson et al. (2003)**, estiment que l'indice de saponification permet de déterminer la longueur des chaînes des molécules et qu'il est inversement proportionnel au poids moléculaire des acides gras et donc à la longueur des chaînes. Plus l'indice de saponification est élevé, plus la chaîne est courte.

En effet, l'indice de saponification, spécifique à chaque huile, est plus élevé pour l'échantillon de la région d'Ouled Yahia, ceci montre qu'elle est moins riche en acide gras à longue chaîne que les autres huiles et riche en acides gras à courtes chaînes. Par contre l'huile d'olive de la région de Bordj-Thar a un indice de saponification plus faible ce qui traduit par la richesse de cet huile aux acides gras à longues chaînes et leur pauvreté en acides gras à courtes chaînes.

Cependant les acides gras contenant dans les autres échantillons d'huile ont des longueurs des chaînes intermédiaires par rapport à ceux d'Ouled Yahia et de Bordj-Thar.

### III.2.4. Indice d'iode

Un des paramètres les plus utiles pour la caractérisation des huiles et de graisses est l'indice d'iode. L'indice d'iode mesure le degré d'insaturation des acides gras contenus dans l'huile. L'indice d'iode est le nombre de grammes d'iodes fixé par 100 g de matière grasse dans des conditions normalisées (**Thomaidis et Georgiou, 2000**). Les résultats, de détermination d'indice d'iode des 18 échantillons de l'huile d'olive, sont présentés dans la figure 06.



**Figure 06:** Histogramme de l'indice d'iode des 18 échantillons de l'huile d'olive.

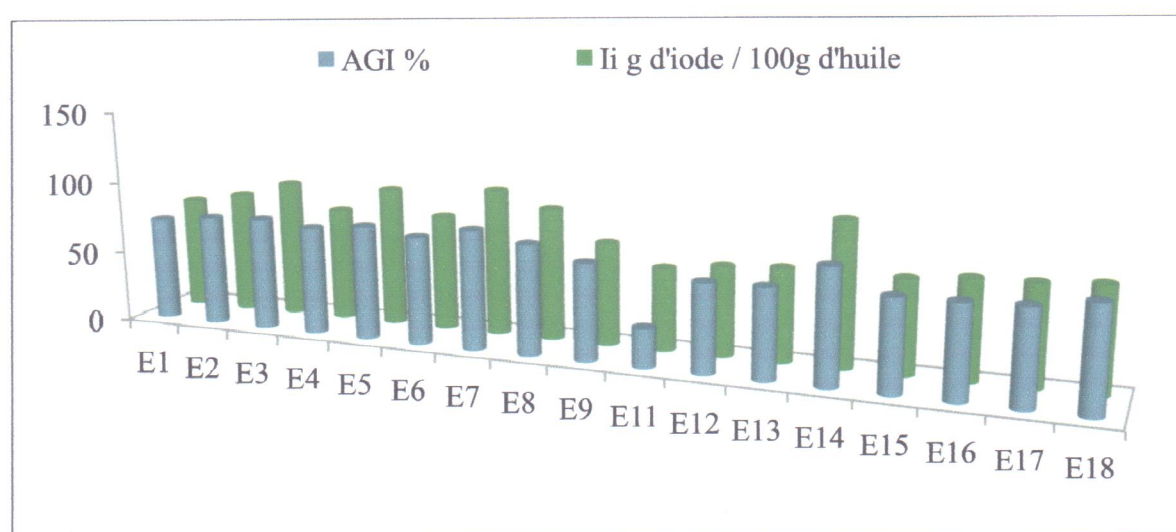
Pour les échantillons étudiés, il y a une différence significative entre les résultats ( $P < 0.05$ ), les valeurs de l'indice d'iode vont de 57.10 à 104.05 g d'iode/ 100 g d'huile. En comparant ces valeurs à ceux de la norme commerciale du **COI (2003)**, on constate que les échantillons analysés présentent une certaine variabilité par rapport à la norme (75 – 94 g d'iode / 100 g d'huile). Les huiles d'olive d'El Djemaa Beni Hbib et d'El Aouana présentent les valeurs moyennes les plus élevées, évaluées à  $101.17 \pm 4.06$  et  $99.76 \pm 2.48$  g d'iode/ 100 g d'huile respectivement, suivie des huiles d'Ouled Rabah, Djimla, Texenna et de Ziam Mansouriah qui ont enregistrées

des valeurs estimés à  $95.99 \pm 4.22$ ,  $94.85 \pm 4.04$ ,  $91.1 \pm 3.95$  et  $83.78 \pm 1.74$  g d'iode / 100 g d'huile alternativement.

En plus de l'huile de Texenna et de Ziama Mansouriah, les échantillons d'El Milia, El Kennar et d'Ouled Yahia sont conformes à la norme avec des valeurs estimés successivement à  $79.9 \pm 3.64$ ,  $78.43 \pm 4.56$  et  $77.12 \pm 4.74$  g d'iode / 100 g d'huile. Par contre, le reste des huiles sont situés au dessous de la valeur inférieure de la norme.

Nos résultats montrent une corrélation proportionnelle entre l'indice d'iode et la composition en AGI des huiles étudiées (figure 08). En effet, l'huile d'olive originaire d'El Djemaa Beni Hbibbi qui a l'indice d'iode le plus haut, renferme la teneur la plus grande en acide gras insaturés (82.9%), en revanche, l'échantillon de Beni Siar a la valeur d'indice d'iode la plus basse, contient la teneur en acide gras insaturés la plus faible (27.05%).

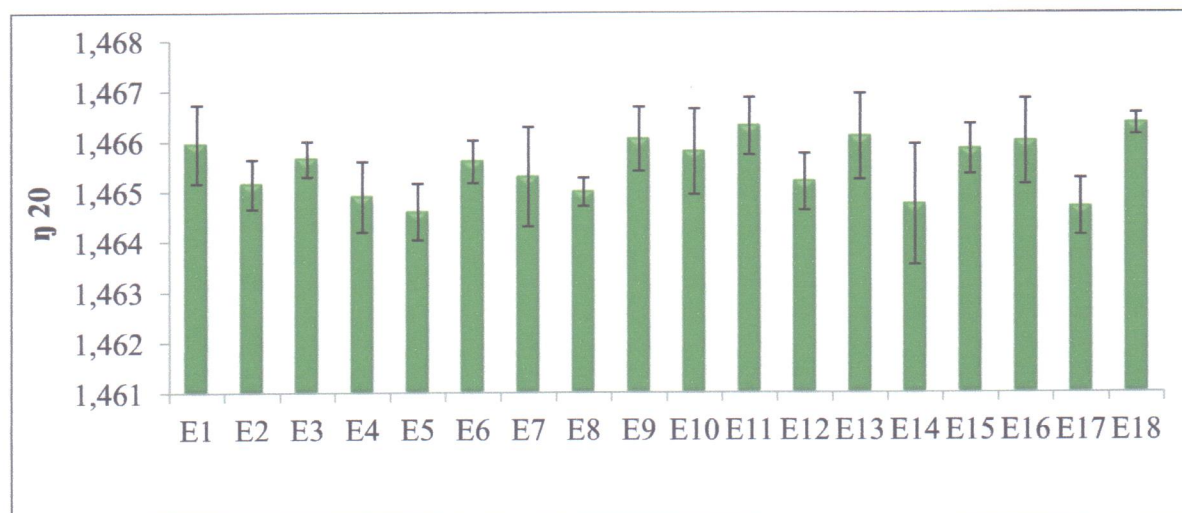
Pour l'échantillon d'El Mharka, nous ne pouvons pas comparer sa valeur en indice d'iode qui est de  $63.15 \pm 2.78$  g d'iode / 100 g d'huile avec sa composition en AGI puisque le chromatogramme des AG de cette huile n'a révélé aucun pique correspond aux acides gras.



**Figure 07:** Comparaison entre l'indice d'iode et la composition en acides gras insaturés des 18 échantillons de l'huile d'olive.

### III.2.5. Indice de réfraction

L'indice de réfraction est le rapport entre la vitesse de la lumière dans le vide et sa vitesse dans un milieu donné (Hadj-Taieba et al., 2012). Les résultats de la détermination de l'indice de réfraction sont illustrés dans la figure 08.



**Figure 08:** Histogramme de l'indice de réfraction des 18 échantillons de l'huile d'olive.

Nous avons constaté qu'il y a une différence significative entre les résultats ( $P < 0.05$ ), les valeurs obtenues pour les 18 échantillons varient de 1.4646 à 1.4663. Ces dernières se situent au-dessous de la valeur minimale exigée par la norme (1.4677 – 1.4705). Cependant, contrairement à nos résultats, les échantillons d'huiles d'olives Tunisiennes, étudiés par **Hadj-Taieba et al. (2012)**, ont des indices de réfraction comprise entre 1.4684 et 1.4702.

Selon **Santos et al. (2012)**, l'évaluation de l'indice de réfraction des huiles et des graisses est particulière à chaque produit, et il est lié au degré de l'insaturation. C'est une variable qui peut présenter différents modèles dus à l'influence des facteurs tels que le contenu d'acide gras libre, niveau d'oxydation, et le traitement thermique.

### III.2.6. Recherche du glycérol

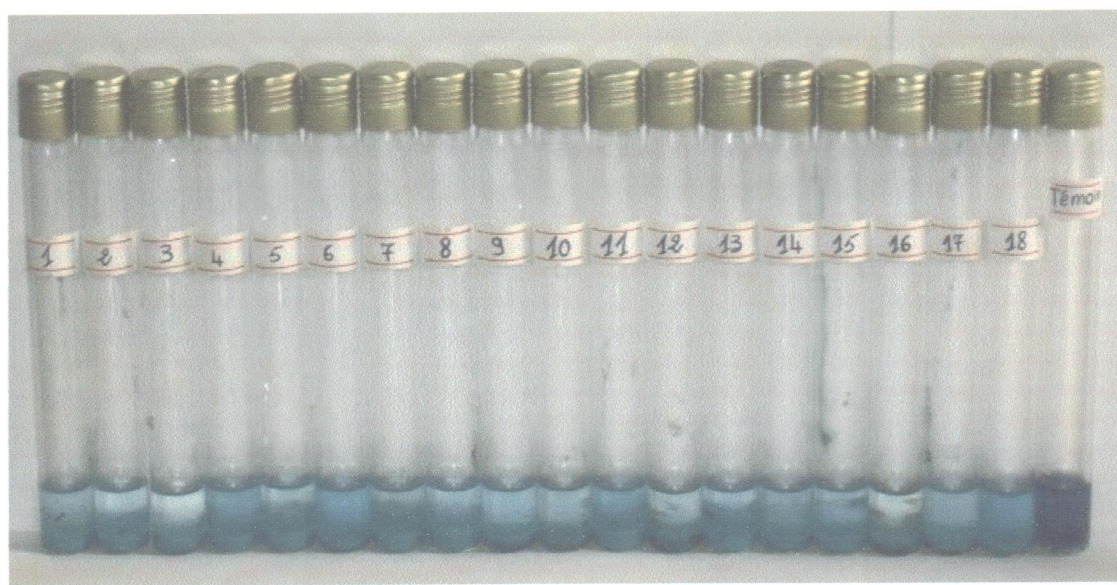
Les résultats de la recherche du glycérol dans les échantillons de l'huile d'olive étudiés permettent la mise en évidence de ce dernier par le développement d'une couleur bleu verte qui est le résultat de la combinaison des ions de cuivre avec les acides gras libres. En effet, ce test est qualitatif puisque l'intensité de la coloration dans un niveau témoigne d'un taux élevé des acides gras libres et combinés donc aux ions de cuivre (**perrier et al., 1997**).

L'intensité de la présence du glycérol ainsi que les notes de positivité pour une présence de ce composé sont représentés sur la photo 02 et le tableau ci-dessous.

**Tableau VII:** Résultats de la recherche du glycérol

Echantillon	Intensité de la présence du glycérol	Echantillon	Intensité de la présence du glycérol
<b>E1</b>	±	<b>E10</b>	±
<b>E2</b>	++++	<b>E11</b>	+++++
<b>E3</b>	±	<b>E12</b>	±
<b>E4</b>	+++++	<b>E13</b>	+++++
<b>E5</b>	+++	<b>E14</b>	+++++
<b>E6</b>	+++++	<b>E15</b>	+++++
<b>E7</b>	+++	<b>E16</b>	±
<b>E8</b>	+++++	<b>E17</b>	+++++
<b>E9</b>	+++++	<b>E18</b>	+++++

+ : résultat positif par rapport au témoin



**Photo 02:** Mise en évidence de la présence du glycérol.

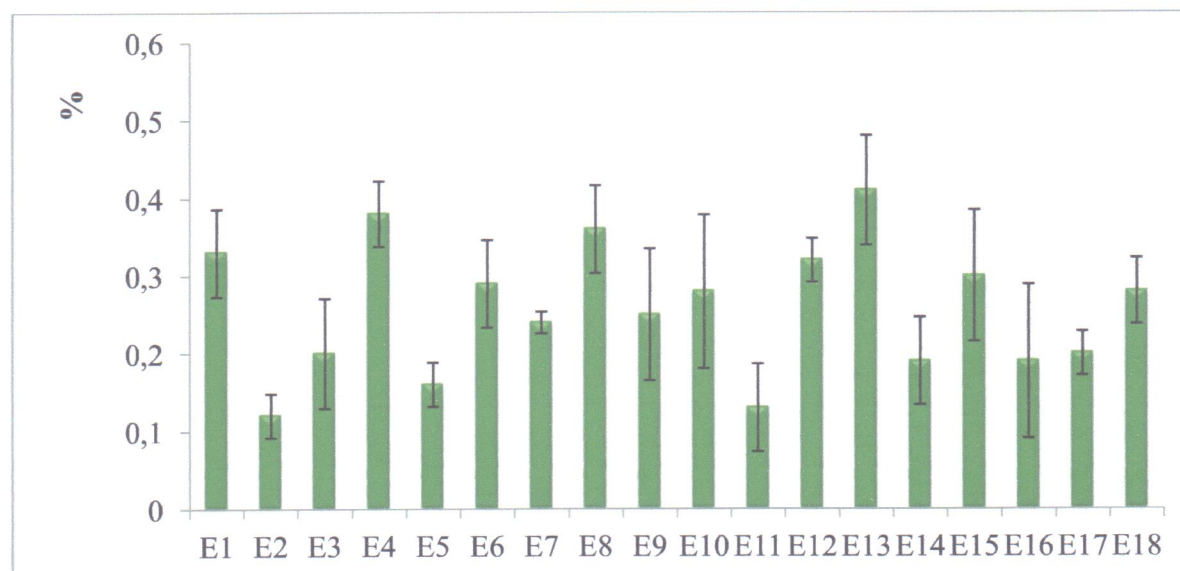
En comparaison avec le témoin, la couleur est plus apparente au niveau des échantillons d'huile originaire des régions de Ben Yadjis (E18), Bordj Thar (E13), El Milia (E6), Beni Siar (E11), El Kennar (E4), Texenna (E8), Boughdir (E15), Selma Ben Ziada (E9), El Amir Abdelkader (E17), El Aouana (E14) et Ziama Mansouriah (E2), moins apparante au niveau des huiles originaires de Ouled Rabah (E5) et El Djemaa Beni Hbib (E7) et très faible au niveau des huiles de Taher (E16), Djimla (E3), El Mharka (E10), El Ancer (E12) et Ouled Yahia (E1). Donc, les résultats obtenues indiquent que les huiles présentent la couleur la plus intense, contiennent un taux élevé en glycérol, ce taux est plus faible dans les huiles de Ouled Rabah et El Djemaa Beni Hbib et minime pour les huiles de Taher, Djimla, El Mharka, El Ancer et Ouled Yahia.

En effet, les résultats de la détermination de l'indice d'acide des huiles étudiées confirment ce qui est obtenu avec la recherche du glycérol puisque les huiles de Ben Yadjis, Bordj Thar, El Milia qui ont enregistrées les taux d'acidité les plus élevée ( $11.53 \pm 0.29\%$ ,  $9.79 \pm 0.06\%$  et  $9.31 \pm 0.13\%$  respectivement) semble contenir le taux le plus élevé en glycérol; D'autre part, les huiles d'El Mharka, El Ancer et Ouled Yahia affichent les teneurs d'acidité les plus bas ( $5.14 \pm 0.78\%$ ,  $4.99 \pm 0.096\%$  et  $2.53 \pm 0.073\%$  respectivement) ayant contenir le taux le plus bas en glycérol.

L'hydrolyse des triglycérides se produit pendant le stockage du fruit, d'où le contenu du glycérol et l'acidité augmente avec le temps qui suggère que ce changement est apparemment dû à l'hydrolyse des triglycérides (Sanchez et Harwood, 2002).

### III.2.7. Teneur en eau

Les résultats de la teneur en eau des échantillons de l'huile d'olive sont illustrés dans la figure 9.



**Figure 09:** Histogramme de la teneur en eau des 18 échantillons de l'huile d'olive.

Il ressort de la figure, que les 18 échantillons montrent une variation significative de la teneur en eau ( $P < 0.05$ ), dont la valeur maximale étant enregistrée avec l'échantillon de Bordj Thar (E13) qui est de l'ordre de  $0.41 \pm 0.07\%$ , suivi par les échantillons d'El Kennar (E4), Texenna (E8), Ouled Yahia (E1), El Ancer (E12), Boughdir (E15), El Milia (E6), Ben Yadjis (E18), Selma Ben Ziada (E9) et de Djemaa Beni Hbib (E7) avec des valeurs respectives de  $0.38 \pm 0.042\%$ ,  $0.36 \pm 0.056\%$ ,  $0.33 \pm 0.057\%$ ,  $0.32 \pm 0.028\%$ ,  $0.3 \pm 0.084\%$ ,  $0.29 \pm 0.056\%$  et  $0.28 \pm 0.042\%$ ,  $0.25 \pm 0.085\%$  et  $0.23 \pm 0.014\%$ , toutes ces valeurs sont relativement supérieures à la norme qui doit être  $\leq 0.2\%$ .

Le reste des échantillons sont conformes à la norme, dont leur teneur en humidité varie de 0.11 et 0.2%.

Après extraction de l'huile, le liquide obtenu est un mélange d'huile et d'eau. Pour les séparer, on avait recours à la décantation. Cette méthode n'est presque plus utilisée, en raison du temps qu'elle demande et de la difficulté à récupérer l'huile à la limite de partage des deux liquides. De plus en plus, la séparation des phases et la décantation se font dans des centrifugeuses (décanteur horizontal et centrifugeuse verticale) (Polese, 2007). De ce fait l'augmentation en humidité peut être expliquée par le processus d'extraction et plus exactement pendant l'étape de séparation de l'huile des margines où la quantité d'eau présente dans le mélange huile/eau n'a pas été complètement éliminée. Ainsi, nos résultats montrent que la teneur en eau n'a pas été affectée par la méthode d'extraction.

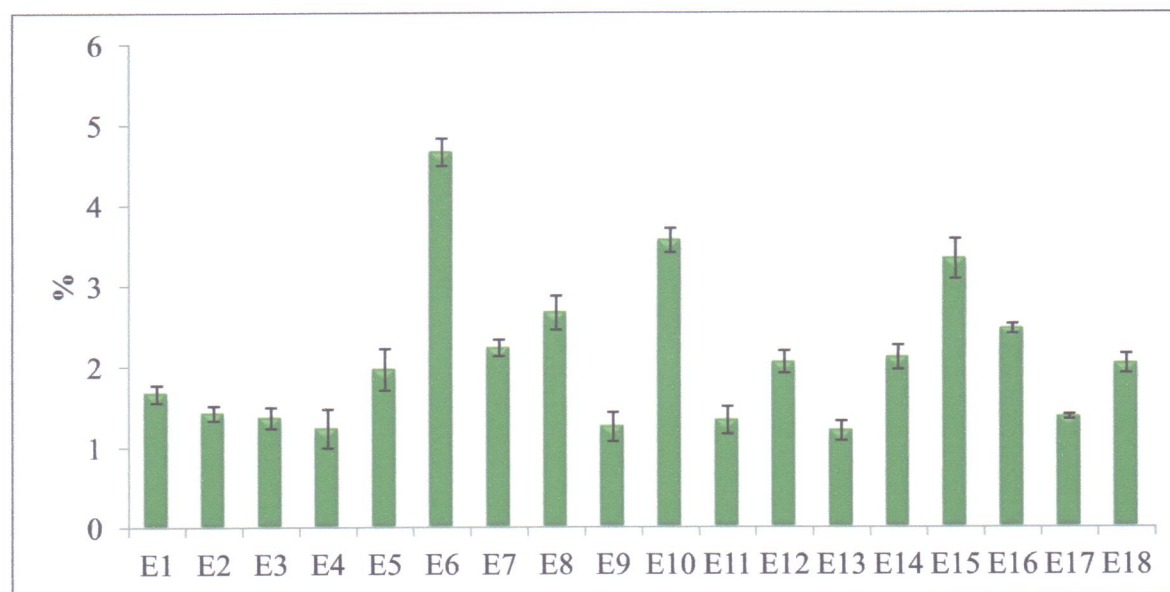
En revanche, l'augmentation de la teneur en matières volatiles peut être expliquée par l'oxydation des acides gras (Kalua et al., 2007). Toutefois, le cultivar, la région géographique, la maturité de fruit, les méthodes de transformation sont les paramètres qui influencent la composition volatile d'huile d'olive. Les fruits de différents cultivars développés dans les mêmes conditions environnementales produisent des huiles avec différents composés volatiles, de même que porte des fruits du même cultivar développé dans différentes régions géographiques (Benincasa et al., 2003 ; Prenzler et al., 2002; Ridolfi et al., 2002).



### III.2.8. Teneur en impuretés

Outre le fait qu'elles diminuent la teneur en huile, les impuretés présentes dans un lot de graines oléagineuses sont susceptibles de dénaturer l'huile, le tourteau, ainsi que d'entraîner une détérioration plus rapide du matériel de pression (Frerichs, 2001).

Les résultats de la teneur en matière insoluble (impuretés) des échantillons analysés sont résumés dans la figure ci-dessous où nous constatons la présence d'une différence significative entre les résultats ( $P < 0.05$ ).



**Figure 10:** Histogramme de la teneur en impuretés des 18 échantillons de l'huile d'olive.

Il ressort de la figure, que tous les échantillons analysés présentent des teneurs élevées en matière insolubles relativement élevées par rapport à la norme fixée qui est au maximum de 0.1 %.

L'échantillon d'El Milia enregistre la valeur la plus élevée en impuretés ( $4.66 \pm 0.17$  %), au contraire la valeur minimale est celle enregistrée pour l'échantillon de Borj Thar ( $1.2 \pm$  %).

Le taux élevé des impuretés dans ces échantillons peut être dû au non respect des règles d'hygiène au cours de fabrication des huiles, de la récolte des olives jusqu'au conditionnement et conservation des huiles. Alors soit, la récolte, réception, et stockage des olives sont effectués dans des conditions non favorables, ou bien due à un lavage insuffisant des olives. La forte teneur en impuretés peut être due aussi à l'utilisation des matériaux non propres, tels que les machines employées pendant la fabrication des huiles, ainsi que les bouteilles utilisées pour le conditionnement.

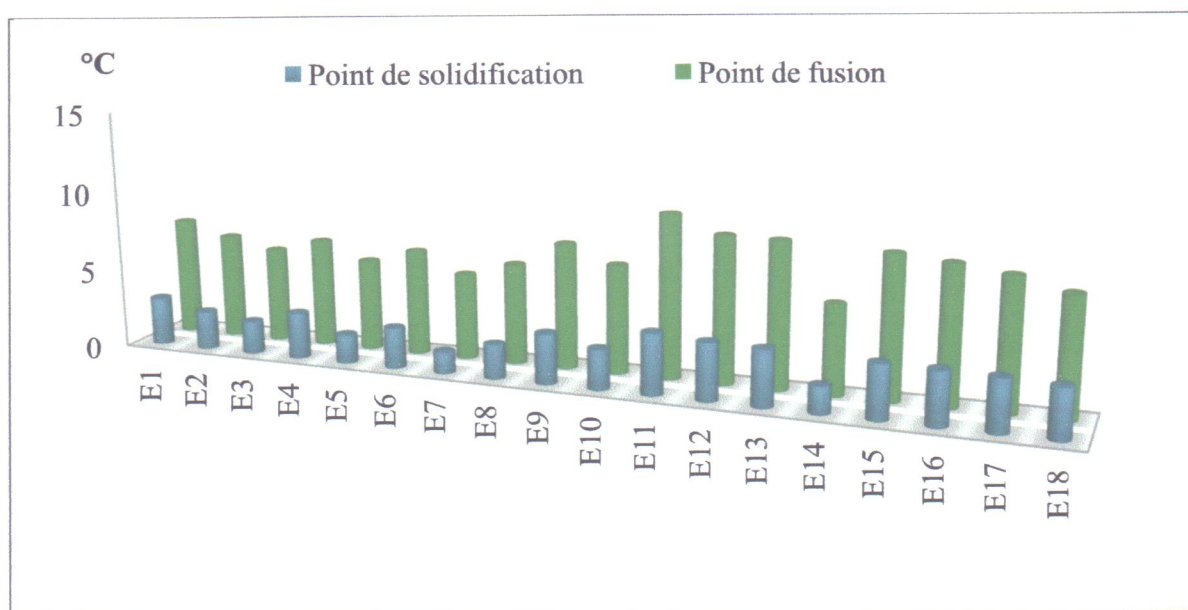
Pour éviter ces problèmes **Ouaouich et Chimi (2007)**, ont recommandé que lors de la réception des olives, les livraisons sont ou devraient être appréciées en tenant compte du taux des impuretés (brindilles, feuilles, pierres, terre, etc.) Ils ont aussi conseillé que les bouteilles doivent être obligatoirement lavées à l'eau chaude, rincées à l'eau courante, débarrassées de toute impureté, désodorisées le cas échéant, puis égouttées à l'abri des poussières.

Selon le COI, toutes les mesures doivent être prises, au cours de la conservation de l'huile, pour éviter toutes altérations par contact avec des matériaux non appropriés, altérations par contact, prolongé avec les impuretés aqueux.

### III.2.9. Point de solidification et du point de fusion

Les propriétés thermiques d'une matière grasse dépendent de la longueur de la chaîne et l'insaturation des résidus d'acides gras, ainsi que de la structure des triacylglycérols. Ces paramètres déterminent les propriétés de fusion et de solidification des matières grasses qui sont importantes dans la perception sensorielle des aliments (Cossut *et al.*, 2002).

La figure ci-dessous représente les résultats des points de solidification et de fusion des 18 échantillons d'huile, où nous avons constaté qu'il y a une différence significative entre les résultats ( $P < 0.05$ ).



**Figure 11:** Histogrammes de Point de fusion et de solidification des 18 échantillons de l'huile d'olive.

Selon les normes, les points de fusion et de solidification sont de 2 à 4°C et 5 à 7°C respectivement. Il ressort de cette figure que les échantillons de Beni Siar (E11), Ouled Yahia (E1), Borj-Thar (E13), Selma Ben Ziada (E9), El Ancer (E12), Ben Yadjiss (E18), El Amir (E17), Boughdir (E15) et Taher (E16) ont les points de fusions les plus élevés, supérieures à la norme fixée, et par conséquent ont les points de solidification les plus élevés. Alors que les autres échantillons ont des points de fusion conforme aux normes. D'autre part, tous les échantillons sont conformes aux normes du point de vue point de solidification.

Par ailleurs, nous avons remarqué que l'échantillon originaire de Beni Siar a la valeur maximale du point de fusion ( $10.15 \pm 0.35$  °C), présente le point de solidification le plus élevé ( $3.85 \pm 0.14$ °C), tandis que l'huile d'El-Djemaa Beni Hbibi a le point de fusion le plus faible ( $5.35 \pm 0.21$ °C), et par conséquent le point de solidification le plus bas ( $1.35 \pm 0.21$ °C). Cette différence entre les 18 échantillons peut être liée à la composition en AG (insaturés et saturés).

Eugène (1889), prétend que la longueur de la chaîne des acides gras saturés élève la température de fusion. De plus, Cossut *et al.* (2002) ont rapporté que l'insaturation provoque une diminution

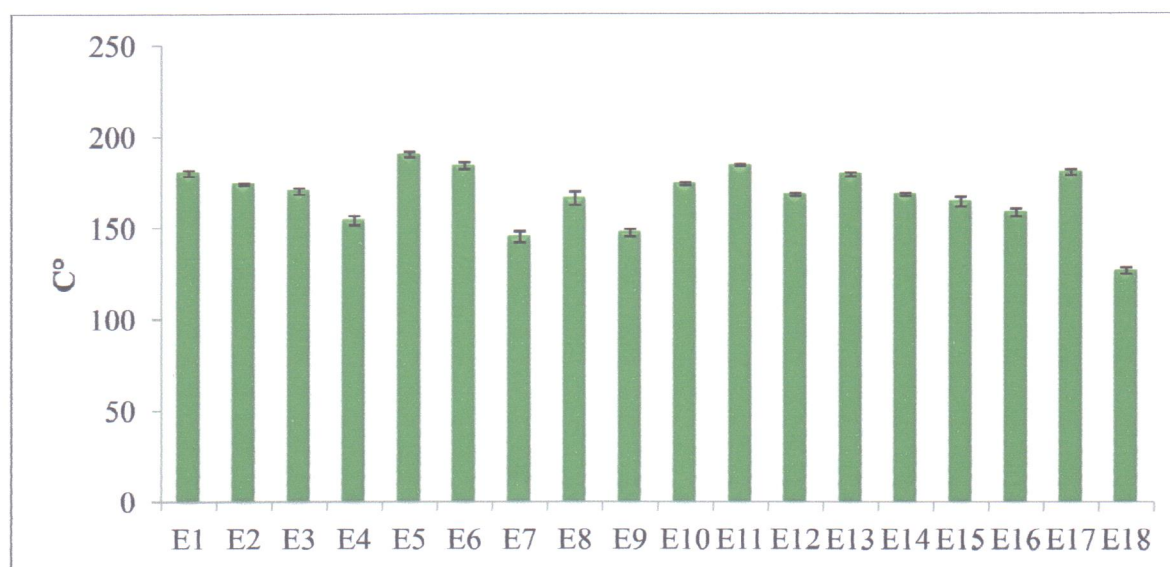
très significative du point de fusion par rapport à l'acide saturé de longueur de chaîne identique. Cette donnée justifie nos résultats : l'huile de Beni Siar qui a le point de fusion le plus élevé, contient la teneur la plus faible en acides gras insaturés (27.05%), alors que l'huile originaire d'El-Djemaa Beni Hbibbi qui a le point de fusion le plus faible, renferme le pourcentage le plus élevé en acides gras insaturés (82.9%).

### III.2.10. Point de fumée

Dans les pratiques culinaires, la population a tendance de chauffer les huiles au dessus de leurs températures de fumée (point de craquage). En effet, elles subissent des oxydations et forment des radicaux libres nuisibles à la santé humaine. Il est nécessaire donc de déterminer la température de fumée de chaque échantillon par lesquelles ces huiles commencent à subir des transformations oxydatives (M'Baye et al., 2012).

Pour Douane (2006), le point de fumée c'est la température à laquelle commencent les processus de transformation moléculaires de l'huile. C'est-à-dire la température à laquelle un corps gras commence à fumer ce qui n'est pas très bon ni pour la santé ni pour le goût des aliments (Caselli et al., 1993). Pour chaque huile, il existe une température critique appelée point de fumée ou point de craquage au-dessus de laquelle il ne faut pas chauffer l'huile. Quand l'huile atteint sa température critique, ses composants se dégradent, forment des composés toxiques et l'huile fume tout en dégageant une odeur âcre. Il est alors préférable de jeter une huile qui a fumé ou même moussé (M'Baye et al., 2012).

Dans le but de déterminer le point de fumée de nos huiles, nous procédons à chauffer les échantillons et nous mesurons les températures pour lesquelles nous avons observé la fumée pour chaque échantillon. Les résultats des points de fumée des 18 échantillons étudiés sont illustrés dans la figure suivante.



**Figure 12:** Histogramme de Point de fumée des 18 échantillons d'huile d'olive.

Il ressort de ces résultats que nos échantillons présentent une différence significative entre les points de fumée ( $P < 0.05$ ), qui varient entre 190 °C et 126 °C. L'huile de la région d'Ouled Rabah (E5) présente le point de fumée le plus élevé ( $190 \pm 1.52$  °C) qui est conforme à la norme fixée (180-210 °C), alors que l'huile de la région de Ben Yadjiss (E18) a le point de fumée le

plus bas ( $126 \pm 1.73$  °C), cette valeur est très loin de la norme, elle accuse une différence de (54 °C) par rapport à la limite inférieure de la norme.

Parmi le reste des échantillons, seulement quatre échantillons ont des points de fumée conforme à la norme, les autres ont des points de fumée inférieures à la norme. D'après ces résultats on peut conclure que l'huile d'olive de la région d'Ouled Rabah qui a le point de fumée le plus élevé est bon pour la cuisson à haute température (jusqu'à 190°C). A l'instar de cet échantillon, les huiles d'olive d'Ouled Yahia, El Milia, Beni Siar, et El Amir sont aussi bons pour la cuisson à haute température car ils possèdent des points de fumée conforme à la norme. Au contraire les autres échantillons d'huile analysés ne sont pas forcément bons pour la cuisson à haute température.

Egan et al. (1981) ont montré que la valeur du point de fumée d'une huile dépend de la teneur en acides gras libres et autres composés volatils, nous remarquons que nos résultats sont en accord avec cet assertion, l'huile d'olive de Ben Yadjiss qui contient une quantité assez élevé d'acides gras libres (11.06 %), ce qui correspond à un point de fumée très faible ( $126 \pm 1.73$  °C), au contraire l'échantillon d'Ouled Yahia qui a un taux d'acidité assez faible (2.49%), se caractérise par un point de fumée relativement élevé ( $180 \pm 1.51$  °C).

### III.2.11. Densité

Les résultats de la densité relative des échantillons d'huile d'olive sont illustrés par la figure suivante où nous avons trouvé que la différence entre les résultats est significative ( $P < 0.05$ ).

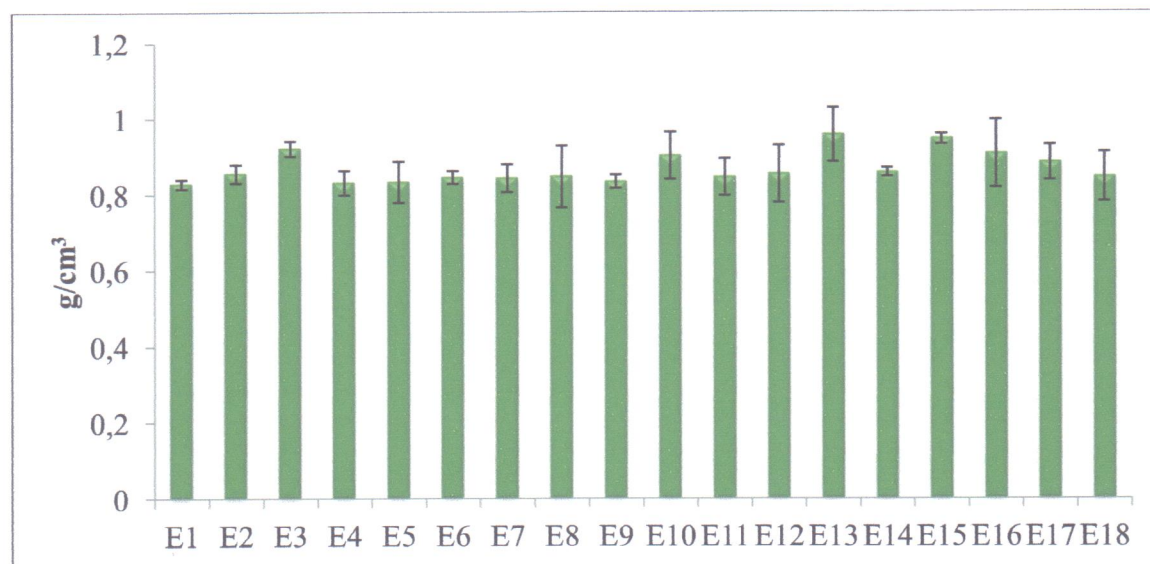


Figure 13: Histogramme de la densité des 18 échantillons de l'huile d'olive

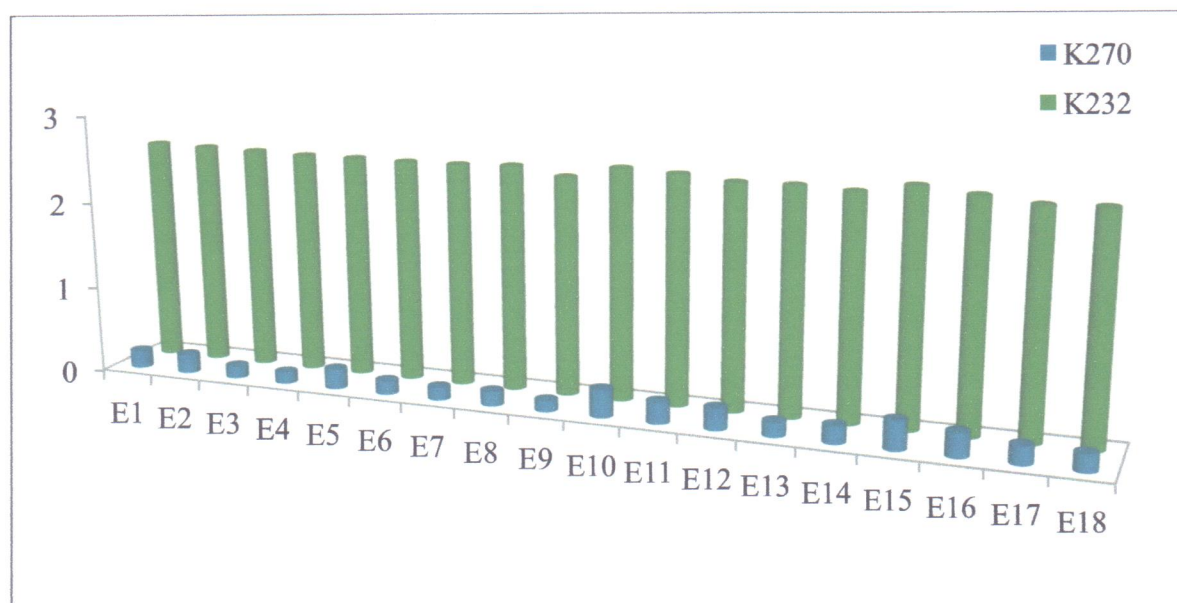
La densité de l'huile d'olive doit être comprise entre 0.910 et 0.916 g/cm<sup>3</sup>. D'après cette figure nous remarquons qu'aucun échantillon n'est conforme aux normes. Nous avons observé que les échantillons de Djimla (E3), Borj-Thar (E13) et Ouana (E14) ont des valeurs de la densité supérieure à la norme, alors que le reste des échantillons ont des densités inférieures aux normes. Selon Bahrami et al. (2001), la densité de toutes les matières grasses est inférieure à 1. En conséquence, toutes les graisses flottent sur l'eau. Selon Baaziz et al. (2005), la densité est liée directement à l'indice de saponification, si la densité de l'huile est plus grande, l'indice de saponification s'avère être faible. Nos résultats se concordent à ceux de l'indice de saponification, car nous avons constaté que les échantillons originaires d'Ouled Yahia ((E1), El Kennar (E4) et Ouled Rabah (E5) qui ont les densités les plus faibles ( $0.828 \pm 0.012$  g/cm<sup>3</sup>,

$0.831 \pm 0.031 \text{ g/cm}^3$  et  $0.833 \pm 0.054 \text{ g/cm}^3$  alternativement) ont les valeurs de l'indice de saponification les plus élevés, tandis que l'huile d'olive de la région de Borj-Thar (E13) qui a la densité la plus élevée ( $0.957 \pm 0.071 \text{ g/cm}^3$ ), présente l'indice de saponification le plus faible.

### III.2.12. Extinction spécifique en UV

Les valeurs de l'indice de peroxyde inférieur à 20 meq O<sub>2</sub>/Kg d'huile ne signifient pas toujours l'absence du phénomène d'oxydation. Le recours à la détermination des coefficients (K232, K270) d'absorbance dans l'ultraviolet, renseigne sur la présence ou l'absence de produits d'oxydation secondaire dans l'huile. Les hydroperoxydes des premiers stades de l'oxydation absorbent à 232 nm, alors que les produits d'oxydation secondaires tels que les cétones insaturées-dicétones absorbent au voisinage de 270 nm (Ben Temime et al., 2002 ; Jeantet et al., 2006).

La détermination de l'extinction spécifique peut donc venir en complément de la détermination de l'indice de peroxyde ou peut intervenir en amont afin de décider si un dosage précis des peroxydes sera nécessaire (Gharby et al., 2011). La Figure ci-dessous représente un récapitulatif des valeurs d'extinctions spécifiques obtenues dans l'ultraviolet (UV).



**Figure 14:** Histogramme des valeurs moyennes d'absorbance en UV K232 et K270 des 18 échantillons de l'huile d'olive.

A partir des résultats obtenus (Figure 14), nous avons noté que la différence entre les résultats est significative ( $P < 0.05$ ), la majorité des échantillons d'huile d'olive étudiés ont des valeurs d'absorbance K232 et K270 qui répondent à la limite permise par la norme qui est de 3.5 pour K232 et 0.25 pour K270.

La comparaison des valeurs moyennes des absorbances en UV des 18 échantillons, montre que ce sont les huiles originaires d'El Mharka (E10) et Boughdir (E15), qui présentent les valeurs les plus élevées pour le K232 ( $2.625 \pm 1.278$  et  $2.649 \pm 1.287$  respectivement) et le K270 ( $0.320 \pm 0.007$  et  $0.330 \pm 0.01$  respectivement). Ces huiles ont enregistré des valeurs relatives au coefficient d'extinction à 270 nm supérieures à la norme. Ces huiles, ont présenté également les valeurs moyennes de l'IP les plus élevées (3.62 meq O<sub>2</sub>/kg). Selon Tanouti et al. (2010) et Tanouti et al. (2011), ce résultat peut être lié à la récolte tardive des olives, une exposition excessive des

olives et des huiles extraites à l'air et à la lumière. Le réchauffement de la pâte d'olive et une longue durée de malaxage ne sont pas à écarter non-plus.

En revanche, l'huile d'olive originaire de Selma (E9), a le coefficient d'extinction à 232 nm ainsi que à 270 nm le plus bas, estimé à  $2.483 \pm 0.128$  et  $1.27$  respectivement. Par ailleurs, nous remarquons que les échantillons du système de pression (huile de Kennar (E4) et de Selma) possèdent les extinctions spécifiques à 270 nm les plus bas. Ce résultat est en accord avec celui trouvé par **Torres et Maestri (2006)**, qui ont montré que les huiles du système de centrifugation étaient plus hautes en leurs valeurs K270 que ceux du système de pression.

L'extinction spécifique à 232nm et à 270nm d'une huile peut être considérée comme une image de son état d'oxydation. Plus son extinction à 232 nm est forte, plus elle est peroxydée. De même plus l'extinction à 270nm est forte, plus elle est riche en produits d'oxydation secondaires ce qui traduit une faible aptitude à la conservation (**Gharby et al., 2011 ; Tanouti et al., 2010**).

D'après **Tanouti et al. (2011)**, l'absorbance dans l'ultraviolet est un moyen d'évaluation de l'état de conservation de l'huile. C'est également un indicateur sur la douceur de la méthode d'extraction et sur l'oxydation par surexposition de l'huile à l'air lors de la trituration. Plus l'extraction se fera à température basse ( $< 28^\circ$ ) et moins il y aura de contact avec l'air pendant l'extraction, et plus les valeurs de K232, K270, seront faibles.

Toutefois, 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 **COI (2001)**. L'oxydation d'une huile aboutit à une dégradation en chaîne des acides gras insaturés par l'oxygène atmosphérique sous l'effet de différents facteurs exogènes et endogènes initiateurs, accélérateurs ou retardateurs, conduisant à des produits oxydés volatils ou non, citons les hydroperoxydes linoléiques qui absorbent la lumière au voisinage de 232 nm. Si l'oxydation se poursuit, il se forme des produits secondaires d'oxydation, en particulier des dicétones et des cétones insaturées qui absorbent la lumière vers 270 nm (**Tanouti et al., 2010**).

Les résultats indiquent que, tous les échantillons analysés à l'exception des huiles d'olive de Maharka (E10) et Boughdir (E15), sont dans un état non oxydé ou contiennent une faible proportion de peroxydes dont l'huile de Selma marque probablement la teneur la plus faible en ces composés.

### III.2.13. Composition en acide gras par GC-MS

La composition en acide gras de l'huile d'olive joue un rôle important pour sa qualité nutritionnelle et organoleptique (**Judde, 2004**). La composition de l'huile d'olive en acides gras est caractérisée par la prédominance de l'acide oléique, un acide gras monoinsaturé, suivi de l'acide palmitique (saturé) et de l'acide linoléique (polyinsaturé) (**Garcia-Mesa et al., 2008**).

La composition en acides gras des 18 échantillons d'huile d'olive a été déterminée par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectroscopie de masse. D'après ces résultats nous remarquons que le taux de l'acide oléique (C18 :1) est le plus élevé pour tous les échantillons suivi de l'acide palmitique (C16 :0), sauf l'échantillon de Beni Siar qui est dépourvue en acide palmitique.

Les figures ci-après représentant les chromatogrammes des huiles les plus riches en acides gras qui sont l'huile d'El-Djemaa Beni Hbib, Texenna, Borj-Thar et de Boughdir. Les chromatogrammes des autres échantillons sont rassemblés dans les annexes.

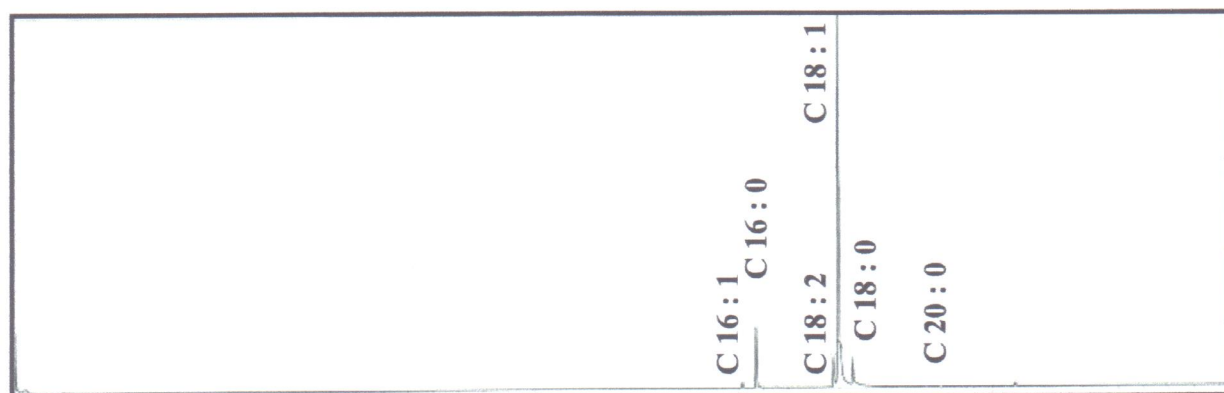


Figure 15: Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région d'El-Djema Beni Hbib.

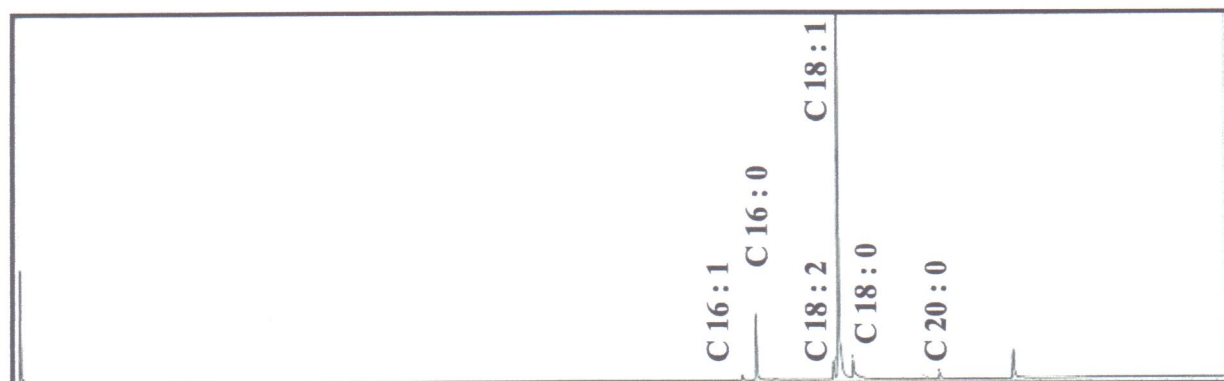


Figure 16: Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région de Texenna.

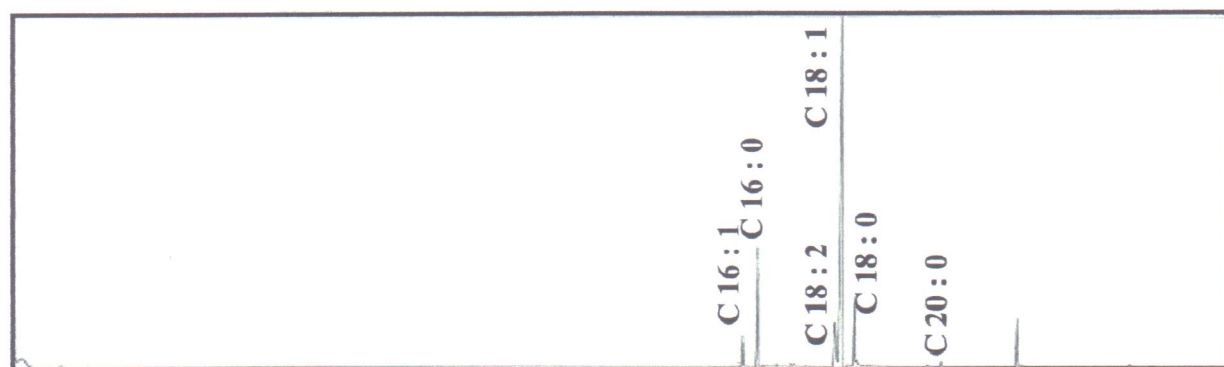
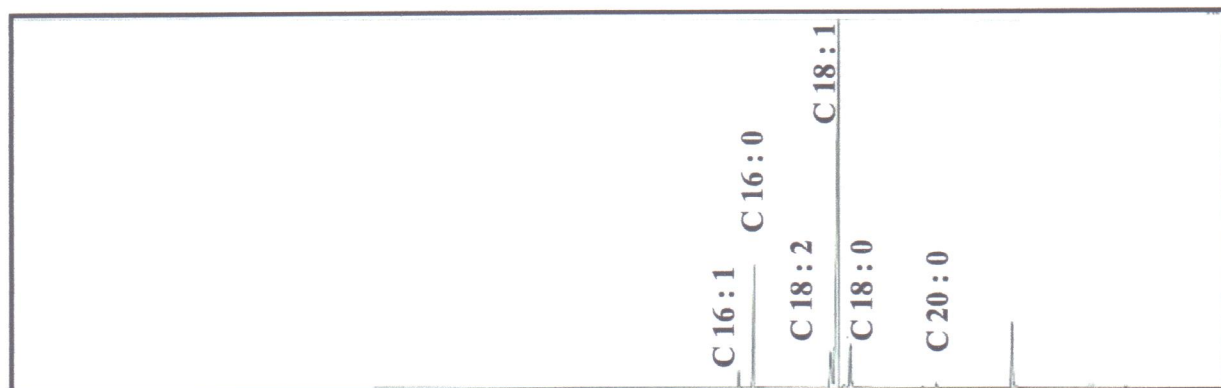


Figure 17: Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région de Borj-Thar.



**Figure 18:** Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région de Boughdir.

Nous constatons que les 4 huiles sont riches beaucoup plus en acide oléique, l'acide gras majeur de l'huile d'olive, suivi de l'acide palmitique, alors que le taux de l'acide palmitoléique (C16 :1), linoléique (C18 :2), stéarique (C18 :0) et arachidique (C20 : 0), est relativement faible. Ces acides gras présentent des pourcentages spécifiques pour chaque échantillon.

Parmi les 4 échantillons, le pourcentage le plus élevé en acide oléique est observé pour l'échantillon d'El-Djemaa Beni Hbib (76.2%), le taux en acide palmitique, palmitoléique, linoléique, stéarique et arachidique est de : 11.26%, 1.02%, 5.68%, 4.43%, et 0.58% respectivement.

Pour l'échantillon de Texenna, il contient la plus faible teneur en acide palmitoléique (0.94%), en outre le pourcentage des acides palmitique, linoléique, stéarique et arachidique est successivement de : 12.93 %, 3.67 %, 3.54% et 1.11%. Concernant l'échantillon de Borj-Thar, nous observons que les teneurs en acide stéarique, arachidique, linoléique et palmitoléique sont les plus forte par rapport aux 3 autres huiles, avec un pourcentage estimé de 9.9%, 0.99%, 6.41% et 4.51% respectivement. D'autre part la teneur en acide oléique et palmitique à l'alternat est de 52.36% et 17.64%. Enfin, l'échantillon de Boughdir enregistre la valeur la plus élevée en acide palmitique avec un taux estimé de 18.45%.

Selon **García et al. (1996)** ; **Judde (2004)**, la variabilité des teneurs en acides gras observée entre les échantillons étudiés peut être due au climat, à la variété et au degré de maturité des olives. 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. Certains auteurs ont utilisé ce profil comme paramètre de classification des huiles d'olive selon leurs origines (**Aguilera et al., 2005**). d'autres notent plutôt des variations minimales de taux d'acide gras principal (C18 : 1) chez la même variété d'olivier même si elle est cultivée dans des lieux différents (**Tanouti et al., 2011**). De même, **García-Mesa et al. (2008)**, démontre que le facteur principal affectant la composition en acides gras d'huiles d'olive est la variété de fruits.

### III.2.14. Teneur en pigments

L'huile d'olive contient des composés mineurs qui lui confèrent ses qualités organoleptiques et nutritionnelles. Parmi ces composés mineurs les pigments (**Tanouti et al., 2011**). Bien que l'analyse des pigments ne soit pas exigée par les normes de commercialisation de l'huile d'olive, la couleur est un attribut de base pour déterminer les caractéristiques de l'huile d'olive ; elle est associée par la plupart des consommateurs à la notion de qualité. Deux sortes de pigments sont présents dans l'huile d'olive : les chlorophylles et les caroténoïdes (**Lazzet et al., 2006**). Ces pigments en raison de leur caractère antioxydant dans l'obscurité et pro-oxxydant dans la lumière,



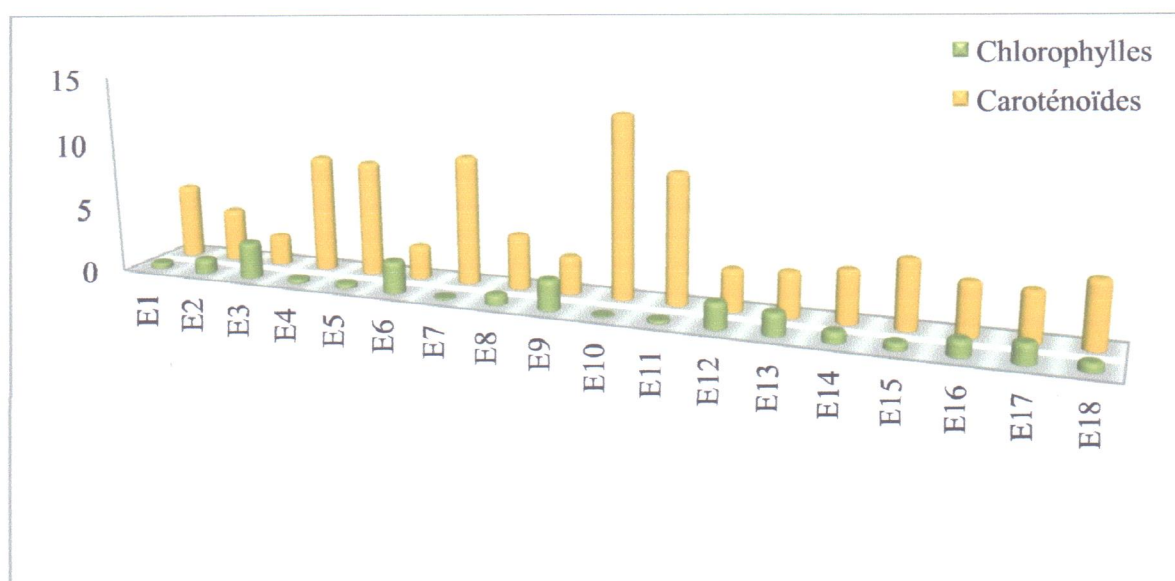
semblent jouer un rôle important dans la stabilité oxydative de l'huile au cours de son stockage et dans la préservation de sa qualité (Tanouti et al., 2011).

Les résultats de la mesure des pigments chlorophylliens et des caroténoïdes sont mentionnés dans la figure ci-dessous où nous avons constaté que la différence entre les résultats est significative ( $P < 0.05$ ).

Les chlorophylles et les phéophytines produits de leur dégradation sont responsables de la couleur marron caractéristique de l'huile d'olive. La présence de ces pigments au cours du processus de maturation des olives est un facteur de qualité en raison de leur implication dans les mécanismes d'autooxydation et de photooxydation de l'huile d'olive (Lazzez et al., 2006).

La concentration en chlorophylles peut dépasser 80 mg/kg pour des huiles obtenues à partir d'olives en stade précoce de maturité, pour chuter à des valeurs d'environ 2 mg/kg lorsque le fruit est bien mûr (Tanouti et al., 2011). En effet, les chlorophylles sont des substances colorantes de l'huile d'olive, elles jouent un rôle important dans l'activité oxydante du produit, due à leur nature antioxydante dans l'obscurité et pro-oxydante dans la lumière. Une faible teneur en chlorophylle permet de diminuer les risques d'oxydation des différentes huiles (Tanouti et al., 2010).

Selon Lazzez et al. (2006), les carotènes sont des substances chimiques naturelles impliquées dans les mécanismes d'oxydation de l'huile, leur présence en quantité suffisante dans l'huile permet de retarder le phénomène de la photooxydation et de préserver les paramètres de qualité de l'huile au cours du stockage. L'élément majeur et essentiel de ces composés est le  $\beta$ -carotène, caractérisé par sa forte absorption dans le domaine du visible.



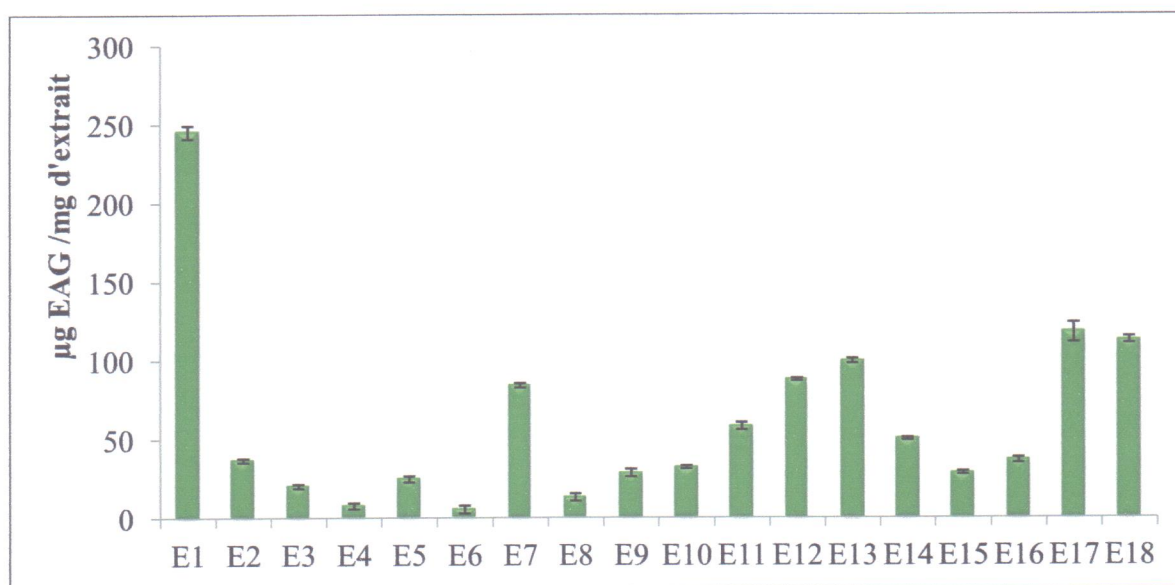
**Figure 19:** Histogramme de la teneur en pigments (chlorophylles et caroténoïdes) des 18 échantillons de l'huile d'olive.

Il ressort de cette figure que les teneurs en chlorophylles dans les échantillons analysés sont relativement faibles, elles varient entre  $0.073 \pm 0.07$  ppm et  $2.785 \pm 0.41$  ppm, alors que les

Les polyphénols sont des phytomicronutriments synthétisés par les végétaux et qui appartiennent à leur métabolisme secondaire. Ils participent à la défense des plantes contre les agressions environnementales. Il s'agit d'une grande famille de molécules organiques dont les plus connus sont les flavonoïdes et les tanins. Ils ont une structure particulière qui leur confère une activité « scavenger » et donc antioxydante (Gee et Johnson, 2001). Les polyphénols constituent une famille de molécules organiques largement présentes dans le règne végétal. Ils sont caractérisés, par la présence de plusieurs groupements phénoliques associés en structures plus ou moins complexes généralement de haut poids moléculaire (Charrouf et Guillaume, 2007). Ils sont également utilisés comme additifs pour l'industrie agroalimentaire, pharmaceutique et cosmétique (Gharby et al., 2011).

L'huile d'olive contient une quantité appréciable de composés phénoliques. Les polyphénols passent dans l'huile lors de son extraction (Tanouti et al., 2011). Les polyphénols sont les composants biologiquement actifs avec les propriétés antioxydantes qui affectent la saveur et la qualité du produit (Servili et al., 2004). L'huile d'olive contient différentes classes des composés phénoliques tel que les acides phénoliques, les alcools phénoliques, les flavonoïdes et les secoiridoïdes (Ciafardini et Zullo, 2002b).

La figure ci-après, illustre les valeurs des polyphénols des échantillons des huiles d'olive étudiés.



**Figure 20 :** Histogramme de la teneur en polyphénols des 18 échantillons de l'huile d'olive.

Les résultats obtenus montrent qu'il y a une différence significative entre les échantillons, le contenu en polyphénols totaux des huiles d'olive analysées varie fortement d'une région à une autre ( $P < 0.05$ ). D'après cette figure, nous avons noté que toutes les huiles testées contiennent des quantités appréciables en composés phénoliques. Généralement le taux le plus élevé est observé avec l'huile d'olive originaire d'Ouled Yahia (E1) avec une concentration moyenne remarquable ( $245.26 \pm 4.2$  µg eq d'acide gallique /mg d'extrait de polyphénols), suivi de celle d'El Amir Abdelkader (E17) ( $117.56 \pm 6.3$  µg eq d'acide gallique /mg d'extrait de polyphénols), Boudria Ben Yadjis (E18) ( $112.69 \pm 2.1$  µg eq d'acide gallique /mg d'extrait de polyphénols) et puis par l'huile de Borj Thar (E13) ( $99.59 \pm 1.52$  µg eq d'acide gallique /mg d'extrait de polyphénols); alors que le plus faible est rencontré dans le cas de l'huile d'olive originaire d'El Milia (E6) ( $5.4 \pm 2.48$  µg eq d'acide gallique /mg d'extrait de polyphénols).

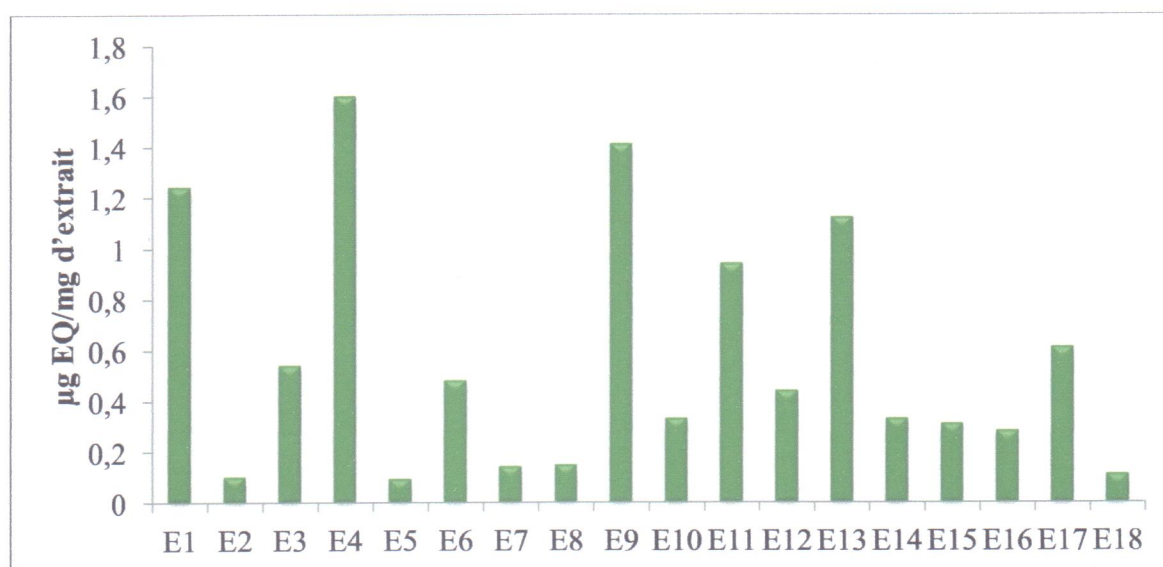
L'étude menée par **Jerma Klen et Mozetič Vodopivec (2012)** a montré qu'une centrifugeuse à deux phases a fourni le taux de transfert le plus élevé de phénols à l'huile (1.5%), suivi d'une pression traditionnelle (1.2%) et d'une centrifugeuse à trois phases (0.5%).

L'écrasement et la malaxation sont à l'origine de la réduction de la teneur en polyphénols, puisque seulement 50 - 60% de phénols totaux ont été transférés à partir des fruits à la pâte, alors que le reste dépendait de la nature de solubilité des phénols entre les phases produites. À l'inverse, nos résultats n'a montré n'importe quelle différence entre les méthodes d'extraction puisque les deux seul échantillons obtenues par pression (huile de Selma Ben Ziada et d'El Kennar Nechfi) présentent des teneurs respectives de  $28.64 \pm 2.481$  et  $7.7 \pm 1.912$   $\mu\text{g eq d'acide gallique /mg d'extrait de polyphénols}$ , ces valeurs sont considérées comme étant très faibles par rapport a celles trouvées pour les échantillons d'Ouled Yahia et d'El Amir Abdelkader qui sont des huiles obtenue par le système de centrifugation à 3 phases.

Par ailleurs, selon **Tanouti et al. (2011)**, les variations des teneurs en polyphénols, observées peuvent être dues à la différence de degré de maturité des olives avant trituration (récolte précoce des olives) mais dépendent également du profil variétal et de la zone géographique.

Les composés phénoliques empêchent l'oxydation des triglycérides d'huile d'olive pendant la conservation (**Ciafardini et Zullo, 2002b**). Les ortho-diphénols (comme l'hydroxytyrosol, l'acide caféique et l'oleuropéine), présents dans l'huile d'olive sont considérés comme des antioxydants naturels qui protègent l'huile contre l'oxydation. Ils lui confèrent une meilleure stabilité lors du stockage, une saveur amère et une sensation de piquant (**Gutiérrez et al., 2001**). Dans le même sens, selon **José et al. (2008)**, l'amertume est un attribut sensoriel principal déterminant l'acceptabilité d'huile d'olive. Jusqu'ici, l'intensité d'amertume de l'huile d'olive a été liée principalement à la présence des composés phénoliques. Mais, les résultats donnés par l'analyse sensorielle ne sont pas concorde à ce point, puisque l'échantillon d'Ouled Yahia qui contient le taux le plus élevé en polyphénols ne possède aucun goût amer.

Concernant les flavonoïdes, les résultats sont groupés et illustrés par la figure 21.

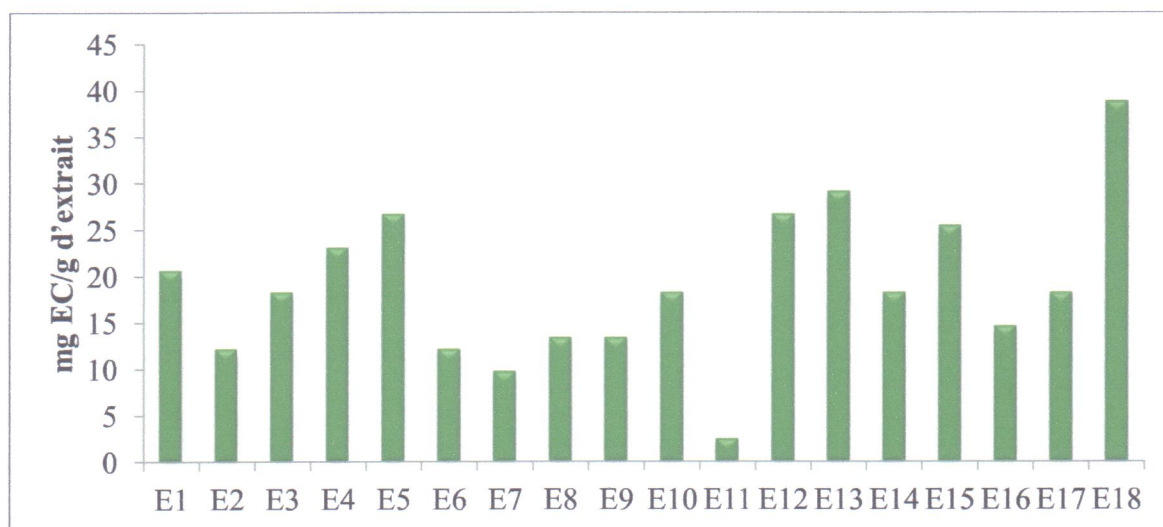


**Figure 21:** Histogramme de la teneur en flavonoïdes des 18 échantillons de l'huile d'olive.

A partir de la figure ci-dessus nous constatons qu'il y a une différence significative entre les résultats ( $P < 0.05$ ), nous avons remarqué aussi que les huiles extraites par pression : huile de Selma Ben Ziada (E9) et d'El Kennar Nechfi (E4), possèdent les teneurs les plus élevées en flavonoïdes, estimés à 1.41 et 1.60  $\mu\text{g Eq}$  de quercitine /mg d'extrait alternativement, suivi de celles d'Ouled Yahia (E1) (1.24  $\mu\text{g Eq}$  de quercitine /mg d'extrait), de Borj Thar (E13) (1.24  $\mu\text{g Eq}$  de quercitine /mg d'extrait), de Beni Siar (E11) (0.94  $\mu\text{g Eq}$  de quercitine /mg d'extrait) et d'El Amir (E17) (0.61  $\mu\text{g Eq}$  de quercitine /mg d'extrait). Alors que les autres échantillons contenant des teneurs en flavonoïdes relativement faibles comprises entre 0.092 et 0.54  $\mu\text{g Eq}$  de quercitine /mg d'extrait. D'après les résultats obtenus, nous pouvons déduire que la méthode d'extraction a un effet sur la teneur en flavonoïdes.

### III.2.16. Les tanins

La figure (18) présente les teneurs en tanins condensés pour les 18 échantillons de l'huile d'olive soumises à l'étude. D'après ces résultats, nous constatons que la différence est significative ( $P < 0.05$ ). Nous avons observé que la teneur en tanins condensés est plus élevée dans l'échantillon de Ben Yadjis (E18) avec une valeur de 38.68 mg EC/g d'extrait, tandis que la faible valeur est celle enregistrée pour l'échantillon de Beni Siar (E11) (2.41 mg EC/g d'extrait).



**Figure 22 :** Histogramme de la teneur en tanins des 18 échantillons de l'huile d'olive.

Selon José *et al.* (2007), le contenu des aliments en pro-anthocyanidines (tanins condensés) peut être affecté par plusieurs facteurs tels que le stockage et la cuisson. Puisque la teneur en pro-anthocyanidines est plus élevée généralement dans le fruit frais que le fruit séché ou cuit. D'une façon générale, nos résultats sont en accord avec cette donnée, puisque les teneurs les plus élevées en tanins sont trouvées avec les échantillons frais (Ben Yadjis «E18» et Bordj Thar «E13»), alors que les échantillons cuits (Beni Siar «E11» et El Djamaa «E7») ont le taux le plus faible en tanins.

### III.3. Contrôle microbiologique

L'huile d'olive vierge est une matière grasse anhydre dont la composition est à la base des acides gras, substances difficilement fermentescibles, elle est pratiquement peu altérée par les microorganismes. De ce fait, il n'existe pas une réglementation indiquant le nombre maximal tolérable, cependant, les organismes nationaux et internationaux de normalisation telle qu'AFNOR exigent l'absence des germes pathogènes ainsi que leurs toxines (Guiraud, 1998).

Les résultats de l'analyse microbiologique de nos 18 échantillons sont rassemblés dans le tableau VIII.

**Tableau VIII:** Qualité microbiologique des 18 échantillons de l'huile d'olive

Echantillon	FTAM	CT	CTT	Levures	Moisissures	Bactéries lactiques
E1 (UFC/ml)	51.10 <sup>4</sup>	00	00	00	00	63.10 <sup>3</sup>
E2 (UFC/ml)	39.10 <sup>4</sup>	00	00	00	00	42.10 <sup>3</sup>
E3 (UFC/ml)	101.10 <sup>4</sup>	00	00	00	00	191.10 <sup>3</sup>
E4 (UFC/ml)	20.10 <sup>4</sup>	00	00	10.10 <sup>4</sup>	00	77.10 <sup>3</sup>
E5 (UFC/ml)	45.10 <sup>4</sup>	00	00	00	00	180.10 <sup>3</sup>
E6 (UFC/ml)	249.10 <sup>4</sup>	00	00	30.10 <sup>4</sup>	00	00
E7 (UFC/ml)	277.10 <sup>4</sup>	00	00	00	00	00
E8 (UFC/ml)	163.10 <sup>4</sup>	00	00	30.10 <sup>5</sup>	00	1.10 <sup>3</sup>
E9 (UFC/ml)	159.10 <sup>4</sup>	00	00	70.10 <sup>4</sup>	00	13.10 <sup>3</sup>
E10 (UFC/ml)	194.10 <sup>4</sup>	00	00	20.10 <sup>4</sup>	00	3.10 <sup>3</sup>
E11 (UFC/ml)	88.10 <sup>4</sup>	00	00	132.10 <sup>5</sup>	00	00
E12 (UFC/ml)	146.10 <sup>4</sup>	00	00	30.10 <sup>4</sup>	00	00
E13 (UFC/ml)	134.10 <sup>4</sup>	00	00	00	00	54.10 <sup>3</sup>
E14 (UFC/ml)	178.10 <sup>4</sup>	00	00	20.10 <sup>5</sup>	00	00
E15 (UFC/ml)	201.10 <sup>4</sup>	00	00	16.10 <sup>5</sup>	00	90.10 <sup>3</sup>
E16 (UFC/ml)	230.10 <sup>4</sup>	00	00	00	00	35.10
E17 (UFC/ml)	99.10 <sup>4</sup>	00	00	144.10 <sup>5</sup>	00	00
E18 (UFC/ml)	93.10 <sup>4</sup>	00	00	00	00	00

Il ressort du tableau que la charge de la flore totale aérobie mésophile des échantillons d'huile d'olive a atteint des valeurs élevées, comprise entre 20.10<sup>4</sup> et 277.10<sup>4</sup> UFC/ml, où nous avons remarqué que cette dernière était plus prononcée pour l'échantillon d'El Djemaa Beni Hbib, estimé de 27.7.10<sup>5</sup> UFC/ml, alors que le faible nombre étant obtenu avec l'échantillon d'El Kennar (20.10<sup>4</sup> UFC/ml). Cela est peut être favorisé par le stockage prolongé des olives avant l'extraction d'huile et à l'exposition à des contaminants microbiens, ainsi qu'à la multiplication des microorganismes au niveau des opérations de trituration et de pressage des olives et au non respect des règles d'hygiène au cours de la fabrication d'huile.

D'autres part, nous remarquons qu'il ya une absence totale des coliformes totaux et des coliformes thermotolérants ainsi que les moisissures dans tous les échantillons analysés. Par ailleurs, nos résultats montrent que certains échantillons sont chargés en bactéries lactiques, dont le nombre maximal est enregistré pour l'échantillon de Djimla (E3) (191.10<sup>3</sup> UFC/ml), suivi d'Ouled Rabah (E5) (180.10<sup>3</sup> UFC/ml). En revanche, les huiles d'El Milia, El Djemaa Beni Hbib (E7), Bni Siar (E11), El Ancer (E12), El Aouana (E14), El Amir Abdelkader (E17) et Boudria Ben Yadjiss (E18), sont dépourvus des bactéries lactiques.

Concernant les levures, nos résultats révèlent que les échantillons d'El Amir Abdelkader et de Bni Yessar sont les plus chargés en levures avec un nombre de 144.10<sup>5</sup> UFC/ml et 132.10<sup>5</sup> UFC/ml respectivement. Récemment, la présence d'une flore microbienne riche a été trouvée en huile d'olive vierge supplémentaire nouvellement produite, qui survient pendant longtemps (Ciopardini et Zullo, 2002a). Certains de ces micro-organismes sont avérés bénéfiques comme ils produisent la  $\beta$ -glucosidase ; une enzyme capable d'augmenter la qualité d'huile par l'hydrolyse

enzymatique du composé des glucoside amer connu sous le nom d'oleuropéine (Ciopardini et al., 2006).

Cependant, une étude effectuée par Ciopardini et Zullo (2002b), a démontré pour la première fois que l'oleuropéine présente dans l'huile d'olive peut être hydrolysée par la  $\beta$ -glucosidase des levures *Saccharomyces cerevisiae* et du *Candida wickerhamii*.

Par ailleurs, la recherche microbiologique courante est encore limitée, et il n'est pas encore clair si les levures peuvent être délétères pour la qualité d'huile par la production de lipase. Vu l'effet que les levures productrices des lipases peuvent affecter la qualité d'huile d'olive vierge pendant le stockage, où il a été démontré que la lipase produite par les levures peut modifier l'acidité d'huile d'olive à travers l'hydrolyse des tryglycérides (Ciopardini et Zullo, 2002b).

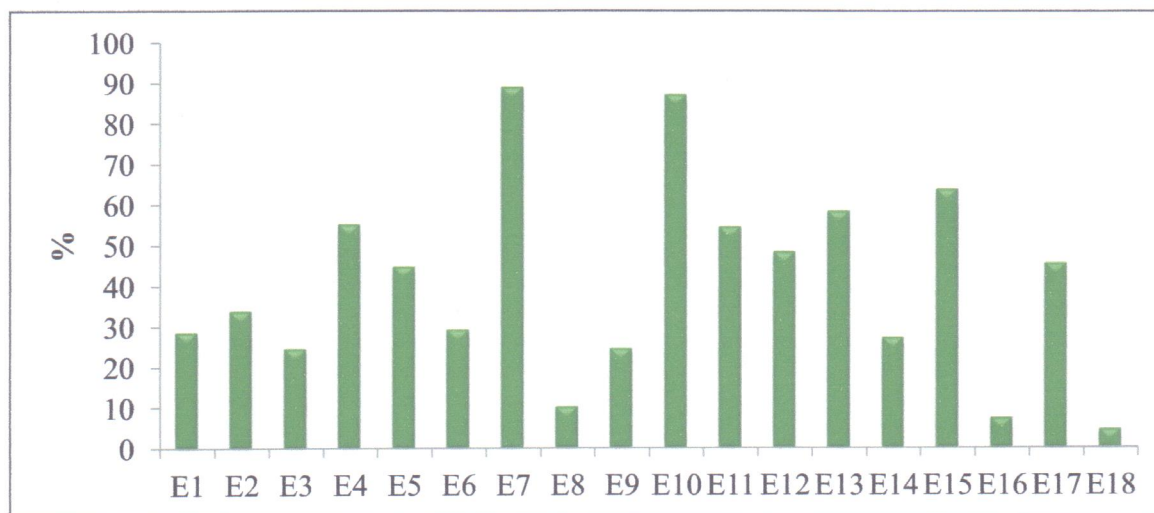
#### III.4. Activité antioxydante

L'effet « scavenger » ou la capacité de piégeage des radicaux libres de l'huile d'olive est déterminé en utilisant la méthode au DPPH. Une méthode rapide, simple et peu coûteuse à la capacité de mesurer l'activité anti-oxydante des extraits en utilisant le radical libre stable DPPH.

Le DPPH est largement utilisé pour tester la capacité des composés d'agir en tant qu'éboueurs des radicaux libres ou donneurs d'hydrogènes. La méthode de DPPH a été également ces dernières années utilisée pour mesurer les antioxydants dans les systèmes biologiques complexes. Quant il réagit avec un composé antioxydant qui peut donner les protons hydrogènes, le DPPH est réduit (DPPH-H) et change donc de couleur (du jaune vers le violet), ce changement de couleur se traduit par une décroissance de l'absorbance en fonction du temps à 517 nm, dont l'intensité de la couleur est inversement proportionnelle à la capacité des antioxydants présents dans le milieu à donner des protons (Amič et al., 2003).

Les propriétés biologiques de l'huile d'olive sont également liées à la présence des composants mineurs, tels que le squalène et les phytosterols, des composés antioxydants, tels que des tocophérols et en particulier des phénols (Owen et al., 2000). En particulier, parmi les antioxydants, il est rapporté que les composés phénoliques,  $\alpha$ -tocophérol et  $\beta$ -carotène, jouent un rôle principal en empêchant l'oxydation et sont déjà corrélés avec la stabilité d'huile d'olive vierges au cours du stockage (Baccouri et al., 2008 ; Bendini et al., 2003 ; Cercaci et al., 2007 ; Nakatani et al., 2001).

La figure ci-dessus montre clairement que la différence entre les échantillons est significative ( $P < 0.05$ ). Chaque échantillon présente un pourcentage d'activité antioxydant spécifique dont les valeurs les plus élevées ont été enregistrées avec les échantillons d'El Djamaa Beni Hbib (E7) (88.60 %) et d'El Mharka (E10) (86.66 %). Les autres huiles montrent des pourcentages qui varient de 4.51 % à 63.44 %. Cette variation en activité antioxydant indique qu'il y a une différence entre les 18 échantillons dans leur composition et teneur en  $\beta$ -carotène, d' $\alpha$ -tocophérol et en composés phénoliques.



**Figure 23 :** Histogramme de l'activité antioxydant des 18 échantillons de l'huile d'olive.

Les composés phénoliques et plus particulièrement les flavonoïdes sont reconnus comme des substances potentiellement antioxydantes ayant la capacité de piéger les espèces radicalaires et les formes réactives de l'oxygène (Javanovic et al., 1994).

Puisque l'huile d'olive est un produit naturel, elle a une composition chimique variable. Les niveaux des antioxydants dépendent de plusieurs facteurs tels que la variété d'olive utilisée, de l'environnement de culture et de la méthode d'extraction d'huile (Bruni et al., 1994). Cependant, la teneur antioxydante de l'huile était plus élevée pour les huiles extraites à partir des olives vertes qui renferment une teneur plus élevée de  $\beta$ -carotène et de composés phénoliques, et a un moindre degré d' $\alpha$ -tocophérol par rapport aux olives mûres (Gimeno et al., 2002a). D'autre part, Gimeno et al. (2002b), ont déterminé que la méthode d'extraction n'affecte pas la présence du l' $\alpha$ -tocophérol et le  $\beta$ -carotène, cependant, le contenu phénolique est plus haut dans la méthode à deux phases car les phénols sont hydrosoluble que l' $\alpha$ -tocophérol et le  $\beta$ -carotène.

L'huile d'olive est l'huile naturelle la plus connue pour leurs avantages nutritionnels et leur impact positif sur la santé humaine, ce qui rend le contrôle de leur qualité un point inéluctable.

Dans le but de contrôler la qualité des huiles d'olive de la wilaya de Jijel, la présente étude porte sur l'évaluation de la qualité des 18 échantillons collectés de différentes régions de cette wilaya. Malgré tous les obstacles nous avons taché de recouvrir tous les coins de la wilaya.

Pour la réalisation de ce travail, nous avons essayé de toucher tous les paramètres permettant de déterminer la qualité des huiles, pour cela nous avons procédé à une analyse organoleptique, suivi d'un contrôle des différents paramètres physicochimiques et microbiologiques et enfin, nous avons terminé notre travail par une évaluation de l'activité antioxydante des huiles étudiées.

L'analyse organoleptique permet de donner une classification sensorielle à partir de la qualité de l'huile d'olive, ces résultats sont essentiellement basés sur l'importance des défauts. Cinq dégustateurs sont choisis pour la réalisation de cette mission, les réponses des dégustateurs ont permis de déterminer les attributs intrinsèques qui concourent à la qualité de l'huile d'olive. En ce qui concerne l'analyse visuelle, Les réponses des dégustateurs a permis de classer nos échantillons en deux groupes, l'un a montré une couleur verte qui rassemble les échantillons cuits, et l'autre groupe a réuni les huiles d'olive fraîches. Tandis que l'analyse olfactive et gustative a présenté une variabilité des attributs entre les échantillons. Enfin une Harmonie générale entre les dégustateurs permet de déduire que la meilleure huile en côte organoleptique c'est l'huile de Selma Ben Ziada avec une note globale de 3.6, par contre l'huile originaire de Texenna présente une mauvaise qualité avec une note globale de 1.4.

Concernant l'analyse physicochimique, l'acidité des huiles étudiées a montré que ces dernières appartiennent à la catégorie des huiles d'olive vierges lampantes à l'exception de l'huile d'Ouled Yahia qui présente une valeur conforme à la norme fixée par le C.O.I et qu'elle est classée dans la catégorie « Huile d'olive vierge courante ». La valeur de l'indice de peroxyde est fortement faible par rapport à la valeur donnée par le C.O.I ce qui serait dû à l'absence de composés peroxydés, car tout les échantillons étudiées sont collectées au cours du début 2013.

Par ailleurs, l'étude de la composition en acides gras montre que toutes les huiles sont très riche en acide oléique (C18 :1) et que le taux des acides gras saturés est faible par rapport à ceux insaturés. Nous avons observé également, une différence de richesse des huiles en phénols totaux dont l'huile originaire d'Ouled Yahia contient un taux plus élevé par rapport aux autres huiles. Ce paramètre apparaît comme un signe distinctif entre les régions de productions oléicoles dans la wilaya de Jijel.

Nous avons aussi montré que les huiles étudiées possèdent une activité antioxydante remarquable qui est capable de limiter des maladies cardiovasculaires, des désordres neurologiques, cancers. Ces bienfaits ont été liés l'un ou l'autre à sa composition en acides gras bien équilibrée, où l'acide oléique est le composant principal et ou à la présence des biomolécules mineurs, telles que les vitamines et les antioxydants naturels comme les polyphénols.

Enfin, de point de vue physicochimique et organoleptique, nous pouvons classer l'huile d'olive d'Ouled Yahia comme étant la meilleure huile puisqu'elle est la seule huile qui possède une valeur d'acidité conforme à la norme, ainsi, les résultats données par les dégustateurs permet de la classé avec les huiles qui ont des meilleurs notes organoleptique. De plus, cette huile est la plus riche en polyphénols qui présentent un effet bénéfique sur la santé.



## Références

### A

**Abaza L., Msallem M., Daoud D. et Zarrouk M., (2002).** Caractérisation des huiles de sept variétés d'olivier tunisiennes. *Oléagineux, Corps Gras, Lipides*, 9, (2), 174-179.

**Aboutayeb R., (2007).** Science et technique des aliments : Technologie huile et graisses. Industrie des corps gras : 4-10.

**Admin A., (2009).** Etude des propriétés physicochimiques des composés organiques. The obnominés bloy: 13-14.

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

**Ait Yacine Z., (2001).** Etude des facteurs déterminant la meilleure période de récolte des olives (var. Picholine marocaines) Destinées à la trituration dans le TADLA. Thèse de Doctorat d'états-Sciences, Université Mohamed I, Faculté des Sciences, Oujda. p : 1-106.

**Amič D., Davidovic-Amic D., Beslo D. et Trinajstic N., (2003).** Structure-radical scavenging activity relationships of flavonoids. *Croatica Chemica Acta*, 76, 55-61.

**Amine A., Mandli J. et Haddam M., (2012).** Étude et Validation d'une méthode de dosage des orthodiphénols dans l'huile d'olive selon la norme française NF T 90-210 Mai 2009. *Technologies de laboratoire*, 7, (28), 56 – 69.

**Angerosa F., (2002).** Influence of volatile compounds on virgin olive oil quality evaluated by analytical approaches and sensor panels. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 104, (9-10), 639-660.

**Angles S., (2006).** L'huile d'olive : les voies vers la qualité dans les pays de l'Union européenne, Paris, 2.

**Aparicio R. et Morales M.T., (1994).** Optimization of a dynamic headspace technique for quantifying virgin olive oil volatiles. Relationships between sensory attributes and volatile peaks. *Food Quality and Preference*, 5, 109 - 114.

**Aparicio R., Roda L., Albi M.A. et Gutiérrez F., (1999).** Effect of various compounds on virgin olive oil stability measured by Rancimat. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47, (10), pp 4150-4155.

**Armenta S., Garrigues M. et de la Guardia. (2007).** Determination of edible oil parameters by near infrared spectrometry. *Analytica Chimica Acta*, 596, 330-337.

### B

**Baaziz C., Baghouil N., Guffens N., Geerts J., Sternotte V., Stassin M. et Theys A., (2005).** Les matières grasses : Anges ou démons. Agrégation en sciences naturelles. *Univ. Catholique de Louvain*, 5-9.

**Baccouri B., Baccouri O., Zarrouk W., Ben Temime S, Taamalli W., Daoud D. et Zarrouk M., (2006).** Evaluation de la composition des huiles de quelques oléastres sélectionnés: les antioxydants naturels. *Revue des Régions Arides -Numéro spécial-*, 244-249.

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

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

**Baccouri B., Ben Temime S., Taamalli W., Daoud D., M'Sallem M. et Zarrouk M., (2007).** Analytical characteristics of virgin olive oils from two new varieties obtained by controlled crossing on Meski variety. *Journal of Food Lipids*, 14, 19-34.

**Bahorun T., Gressier B., Trotin F., Brunete C., Dine T., Vasseur J., Gazin J.C., Pinkas M., Luycky M. et Gazin M., (1996).** Oxygen species scavenging activity of phenolic extracts from hawthorn fresh plant organs and pharmaceutical preparations. *Drug Res*, 46, 1086-1089.

**Bahrani H., Bernaldez A. et Lugay C. (2001).** Basic Biochemistry for Health and Food Science Courses. Manila, Philippines: *UST Publishing House*, 17-29.

**Bartsch H. et Owen R.W., (2003).** Consumption of argan oil (Morocco) with its unique profile of fatty acids, tocopherols, squalene, sterols and phenolic compounds should confer valuable cancer chemopreventive effects. *Eur. J. Cancer Prev*, 12, 67-75.

**Bazziz C., Baghouil N., Guffens N., Geerts J., Sternotte V., Stassin M. et Theys A., (2005).** Les matières grasses : Anges ou démons. Agrégation en sciences naturelles. Université Catholique de Louvain : 5-9.

**Benabid H. (2009)** Caractérisation de l'huile d'olive Algérienne : Apports des méthodes chimométriques. Th Doct. : Université Mentouri. Constantine, 165.

**Bendini A., Bonoli M., Cerretani L., Biguzzi B., Lercker G. et Gallina Toschi T., (2003).** Liquid–liquid and solid-phase extraction of phenols from virgin olive oil and their separation by chromatographic and electrophoretic methods. *Journal of Chromatography A*, 985, 425–433.

**Benincasa C., De Nino A., Lombardo N., Perri E., Sindona G. et Tagarelli A., (2003).** Assay of aroma active components of virgin olive oils from southern Italian regions by SPME-GC/ion trap mass spectrometry. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51, (3), 733–741.

**Benlemlih M. et Ghanam J., (2012).** Polyphenols d'huile d'olive, trésors sante. *In L'olive, un fruit grassement pourvu de nutriments sante*. M. Pietteur (Ed.), France : Medicatrix. 17-22.

**Benrachou N., Henchiri CH. et Djeghaba Z., (2010).** Caractérisation de trois huiles d'olive issues de trois cultivars de l'Est algérien. *Revue des sciences et de la technologie de synthèse*, ISSN – 1114 – 4924, (22), 12 – 22.

**Ben Temime S., Taamalli W., baccouri B., Abaza L., Daoud D. et Zarrouk M., (2002).** Changes in olive oil quality of chétoui variety according to origin of plantation. *Journal of Food Lipids*, 13, 88–99.

**Besson M., Liberatore L., D'alessandro N., Tonucci L., Belli C. et Ranalli G., (2003).** Improved combined chemical and biological treatments of olive oil mill waste waters. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52, 1228-1233.

**Blekas G., Psomiadou E., Tsimidou M. et Boskou D., (2002).** On the importance of total polar phenols to monitor the stability of greek virgin olive oil. *European Journal of lipid Science and Technology*, 104, (6), 340-346.

**Boskou D., (1996).** Olive Oil Composition. *In Olive Oil: Chemistry and Technology*. AOACS Press, USA, 52-83, 85-127.

**Bottino A., Capannelli G., Mattei A., Rovellini P. et Zunin P., (2008).** Effect of membrane filtration on the flavor of virgin olive oil. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 110, 1109–1115.

**Boudour N., 1998.** Etude comparative de la composition chimique de deux variétés d'huile d'olive issues des régions de Guelma et de Tademaït. Thèse magister. Université de Constantine. 1-104.

**Boudribila M.M., (2004).** Les anciens Amazighs avant les phéniciens : Mode de vie et organisation sociale. *AWAL*, 29, p : 17-31.

**Bubola K.B., Olivera k. et Sladonja B., (2012).** Influence of filtration on volatile compounds and sensory profile of virgin olive oils. *Food Chemistry*, 132, 98–103.

**Bruni U., Cortesi N. et Fiorino P., (1994).** Influence of agricultural techniques, cultivation and origin area on characteristics of virgin olive oil and on levels of some of its minor components. *Olivae*, 53, 28–34.

## C

**Campaniello D., Bevilacqua A., D'amato D., Rosario Corbo M., Altieri C. et Singaglia M., (2005).** Microbial Characterisation of table olives processed according styles. *Grasas Y Aceites*, 43, (4), 289-294.

**Caselli S., Modi G., Nizzi Grifi F. et Fiorini P., (1993).** Variabilité de la composition en acide gras, en stérols et en alcools de l'huile d'olive de cultivars de la Toscane. *Oivae*, 47, 46-51.

**Cercaci L., Passalacqua G., Poerio A, Rodriguez-Estrada M.T., Lercker G., (2007).** Composition of total sterols (4-desmethyl-sterols) in extravirgin olive oils obtained with different extraction technologies and their influence on the oil oxidative stability. *Food Chemistry*, 102, 66–76.

**Charbonnier A., (1996).** L'huile d'olive : aliment-santé. Frison-Roche. 23-27.

**Charrouf Z. et Guillaume D., (2007).** Phenols and polyphenols from *Argania spinosa*. *American Journal of Food Technology*, 2, 679–683.

**Chimi H., (2001).** Qualité des huiles d'olive au Maroc, programme national de transfert de technologie en agriculture—bulletin mensuel d'information et de liaison du PNTTA, 79, 1-4.

**Ciafardini G. et Zullo B.A., (2002a).** Survival of micro-organisms in extra virgin olive oil during storage. *Food Microbiology*, 19, 105–109.

**Ciafardini G. et Zullo B.A., (2002b).** Microbiological activity in stored olive oil. *International Journal of Food Microbiology*, 75, 111 – 118.

**Ciafardini G., Zullo B.A., Cioccia G. et Iride A., (2006).** Lipolytic activity of *Williopsis californica* and *Saccharomyces cerevisiae* in extra virgin olive oil. *International Journal of Food Microbiology*, 107, 27 – 32.

**Cossut J., Humbert S., Defrenne B, Roelstraete L., Desmedt C., Vanuxem M., Ferroul S., Vidal D. et Garnet S. (2002).** Les corps gras : entre tradition et modernité. Projet réalisé dans le cadre du DESS QUALIMAPA. *Institut Agroalimentaire de Lille*, 4-9.

**Criado M.N., Morelle J.R., Motilva M.J. et Romero M.P., (2004).** Effect of growing area on pigment and phenolic fractions of virgin olive oils of the Arbequina variety in Spain. *Journal of American Oil Chemists Society*, 81, 633-640.

**Cuvelier C., Dotreppe O. et Istasse L., (2003).** Chimie, sources alimentaires et dosage de la vitamine E. *Ann. Méd. Vét*, 147, 315-324.

## D

**Deymié B., Multon J.L. et Simon D., (1981).** Analyse des constituants alimentaires. Technique d'analyse et de contrôle des industries agroalimentaires. *Lavoisier*, 4, 397-410.

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

**Di Giovacchino L., Sestili S. et Di Vincenzo D., (2002).** Influence of olive processing on virgin olive oil quality. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 104, (9-10), 587-601.

**Douane C., (2006).** Des raisins au vins, des olives à l'huile d'olive, de la qualité à l'hygiène et la sécurité. Maroc, *OCL, Oléagineux, corps gras, lipids*, 48: 12-45.

**Doveri S. et Baldoni L., (2007).** Olive in Genome Mapping and Molecular Breeding in Plants. Volume 4: Fruits and Nuts, Ed C. Kole, p: 253-264.

## E

**Egan H., Kirk R.S. et Sawyer R., (1981).** Pearson's chemical analysis of foods. 5<sup>ème</sup> édition. Churchill Livingstone, Longman, 591-635.

**El murr M., (2005).** Application des méthodes chimométriques pour la caractérisation des huiles d'olive libanaises en fonction des biotypes. *Université Saint Esprit de Kaslik*, 15-40.

**Eugène T., (1989).** Pearson's chemical analysis of foods, 6<sup>ème</sup> édition, *furfaulm*, London: 142-215.

## F

**Fragepane G., Lavelli V., Leon S., Kapuralin J. et Salvador M.D., (2006).** Effect of filtration on virgin olive oil stability during storage. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 108, 134-142. **Frédérique J., (2011).** Tout savoir sur l'huile d'olive, In L'huile d'olive c'est malin, ISBN : 978-2-84899-429-1, Ledic.s, 11-36.

**Frerichs G., (2001).** Les catégories des huiles produites et suggérées. Journal officiel de la communauté Européenne C221. *Bruxelles* : 68-73.

## G

**García J.M., Sellar S. et Pérez-Camino M.C., (1996).** Influence of Fruit Ripening on Olive Oil Quality. *J. Agric. Food Chem*, 44, (11), 3516-3520.

**García-Mesa J.A., Pereira-Caro G., Fernández-Hernández A., García-Ortiz Civantos C. et Mateos R., (2008).** Influence of lipid matrix in the bitterness perception of virgin olive oil. *Food Quality and Preference*, 19, 421-430.

**Garcia-Villalba R., Carrasco-Poncorbo A., Oliveras-Ferraros C., Vasquez-Martin A., Menéndez J.A., Segura-Carretero A. et Fernandez-Gutiérrez A., (2010).** Characterisation and quantification of phenolic compounds of extra-virgin olive oils with anticancer properties by a rapid LC-ESI-TOF MS method. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 51, (2), 416-429.

**Gee J.M. et Johnson IT., (2001).** Polyphenolic compounds: interactions with the gut and implications for human health. *Current Medicinal Chemistry*, 8, 1-182.

**Gharby S., Harhar H., Kartah B., El monfalouti H., Haddad A. et Charrouf Z., (2011).** Analyse chimique et sensorielle de l'huile d'argane. *Technologies de Laboratoire*, 6, (22), 13-23.

**Gimeno E., Castellote A.I., Lamuela-Raventos R.M, De la Torre M.C. et Lopez-Sabater M.C., (2002a).** The effects of harvest and extraction methods on the antioxidant content (phenolics, a-tocopherol, and b-carotene) in virgin olive oil. *Food Chemistry*, 78, 207–211.

**Gimeno E., Fitc M., Lamuela-Raventos R.M., Castellote A.I., Covas M. et Farré M., (2002b).** Effect of ingestion of virgin olive oil on human low-density lipoprotein composition. *European Journal of Clinical Nutrition*, 56, 114-120.

**Gratikammoun N., Khelif M., Ayadi M., Rekik H., Rekik B. et Hamdi M.T., (1999).** Evolution des caractéristiques chimiques de l'huile au cours de la maturation des olives. *Institut de l'olivier Sfax, Rev Azzaitouna*, 5, 30- 47.

**Green P.S., (2002).** A revision of *Olea*. (*Oleaceae*). *Kew Bull.* 57, 91-140.

**Guiraud J.P., (1998).** Microbiologie alimentaire, collection sciences et techniques agroalimentaires. *DUNOD, Paris*, 223-399.

**Gutiérrez F., Arnaud T. et Garrido A., (2001).** Contribution of polyphenols to the oxidative stability of virgin olive oil. *Journal of Science of Food and Agricultural*, 81, 1-8.

## H

**Hadj-Taieba N., Grati N., Ayadi M., Attiaa I., Bensalema H. et Gargouri A., (2012).** Optimisation of olive oil extraction and minor compounds content of Tunisian olive oil using enzymatic formulations during malaxation. *Biochemical Engineering Journal*, 62, 79–85.

**Henry S., (2003).** L'huile d'olive, son intérêt nutritionnel, ses Utilisations en pharmacie et en cosmétique. Th Doct. : Université Henri Poincaré-Nancy. Nancy, 11.

**Huang C.L. et Sumpio B.E., (2008).** Olive Oil, the Mediterranean Diet, and Cardiovascular Health. *Journal of the American College of Surgeons*, 207, (3), 407-416.

## I-J

**Issaoui M., Dabbou S., Echbili A., Rjiba I., Gazzah N., Trigui A. et Hammami M. 2007.** Biochemical characterisation of some Tunisia virgin olive oils obtained from different cultivars growing in Sfax National Collection. *Journal of Food, Agriculture & Environment*, 5, (1), 17-21.

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

**Javanovic SV., Steenken S., Tosic M., Marjanovic B. et Simic M.J., (1994).** Flavonoids as antioxidants. *Journal of the American Chemical Society*, 116, 4846-4851.

**Jeanet R., Croguennec T., Schuck P. et Brulé G., (2006).** Science des aliments. Ed. *TEC&DOC*, Vol.1, ISBN. 2-7430-0833-4.p: 197-223.

**Jerman Klen T. et Mozetič Vodopivec B., (2012).** The fate of olive fruit phenols during commercial olive oil processing: Traditional press versus continuous two- and three-phase centrifuge. *LWT - Food Science and Technology*, 49, 267-274.

**José A., García-Mesa., Pereira-Caro G., Fernández-Hernández A., Civantos C.G.O. et Mateos R., (2008).** Influence of lipid matrix in the bitterness perception of virgin olive oil. *Food Quality and Preference*, 19, 421–430.

**Judde A., (2004).** Prévention de L'oxydation des Acides Gras Dans Un Produit Cosmétique :Mécanismes, Conséquences, Moyens de mesure, Quels Antioxiants Pour Quelles Applications ?, *OCl*, 11, (6), 415-418.

## K

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

**Karleskind A., Wolff J.P. et Guithsman J.F., (1992).** Manuel des corps gras.1, *Tec et Doc, Lavoisier*. Paris, 225-268.

**Kerboua M., (2003).** La production et la consommation d'huile d'olive en Algérie. *Olivea*, 99, 56-58.

**Khallouki F.Y., Younos C., Soulimani R., Oster T., Charrouf Z., Spiegelhalder B., Khlif M. et Rekik H., (1996).** La qualité de l'huile d'olive en Tunisie un atout, des contraintes et des ambitions. *Institut de l'Olivier Sfax, Revue Ezzaitouna*, 2, 79-92.

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

**Kiritsakis A. et Markakis P., (1987).** Olive oil: a review. *Adv. Food Res*, 31, 453-82.

**Kristott J., (2000).** Fats and oils. In the stability and shelf-life of food. *D. Kilcast and P. Subramaniam* (Eds.), Boca Raton, Boston, New York and Washington, DC : CRC Press, pp: 279-309.

**Kubo A., Lunde C.S. et Kubo I., (1995).** Antimicrobial activity of the olive oil flavor compounds. *J Agric.FoodChem*, 43, 1629-33.

## L

**Larpent J.P., (1997).** Microbiologie alimentaire : technique de laboratoire, 3<sup>ème</sup> édition, *Tec et Doc. Lavoisier*, 59-774.

**Lazzeri Y., (2009).** Les défis de la mondialisation pour l'oléiculture méditerranéenne. Centre d'Etudes et de Recherches Internationales et Communautaires (CERIC) – UMR CNRS 6201, Marseille, 3.

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

**Lecoq R., (1965).** Manuel d'analyses alimentaires et d'expertises usuelles. *Doin*, Paris, 2 : 1304-1311.

**Li H.B., Cheng K.W., Wong C.C., Fan K.W., Chen F. et Jiang Y., (2007).** Evaluation of antioxidant capacity and total phenolic content of different fraction of selected microalgae. *Food Chemistry*, 102, 771-776.

**Lopez-Feria S., Cardenas S., Garcia-Mesa J.A., Fernandez-Hernandez A. et Valcarcel M., (2007).** Quantification of the intensity of virgin olive oil sensory attributes by direct coupling headspace-mass spectrometry and multivariate calibration techniques. *Journal of Chromatography A*, 1147, 144-152.

**Luaces P., Pérez A.G. et Sanz C., (2003).** Role of olive seed in the biogenesis of virgin olive oil aroma. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51, 4741-4745.

## M

**Mahjoub F.H., Manai H., Daoud D., Fernandez X., Lizzani-Cuvelier L. et Zarrouk M., (2006).** Profiles of volatile compounds from some monovarietal Tunisian virgin olive oils. Comparison with French PDO. *Food Chemistry*, 103, (Issue 2), 467-476.

**Mansouri A., Embarek G., Kokkalou E. et Kefalas P., (2005).** Phenolic profile and antioxidant activity of the Algerian ripe date palm fruit (*Phoenix dactylifera*). *Food Chemistry*, 89, 411-420.

**March L. et Rios A., (1999).** Le livre de l'huile et de l'olive. *Rios, Madrid*, 145, 123-156.

**Mariotti E. et Mascini M., (2001).** Determination of extra virgin olive oil acidity by FIA-titration. *Food Chemistry*, 73, 235-238.

**Martinez-Garcia G., Bachmann R.T., Williams C.J., Burgoyne A. et Edyvean R.G.J., (2006).** Olive oil waste as a biosorbent for heavy metals. *International Biodeterioration & Biodegradation*, 58, 231-238.

**M'Baye B.K., Diop A. Lô B. et Bassene E. (2012).** Étude de l'effet de la température sur les huiles alimentaires en mauritanie : dosage des indices de peroxyde. *Rev. Ivoir. Sci. Technol.*, 19, 26 – 33.

**Medeiros M.D., (2001).** Olive oil and health benefits. In *The handbook of nutraceutical and functional foods*. R.E.C. Wildman (Ed), Boca Raton, FL: CRC Press. pp: 261-267.

**Mendez A.I. et Falqué E., (2007).** Effect of storage time and container type on the quality of extra virgin olive oil. *Food control*, 18 , 521-529.

**Mezghache M., Henchiri CH., Martine L., Berdeaux O., Aouf N. et Juaneda P., (2010).** Contribution à l'étude de la fraction insaponifiable de trois huiles d'olive issues des variétés Guasto, Rougette et Blanquette plantés dans l'est algérien. *Oléagineux, Corps Gras, Lipides*, 17, (5), 337-44.

**Michelle H., (2003).** L'amélioration de l'industrie oléicole marocaine, de la récolte à l'élimination des résidus. *Science des aliments*, 45, 45-78.

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

**Morales M.T., Luna G. et Aparicio R., 2005.** Comparative study of virgin olive oil sensory defects. *Food Chemistry*, 91, 293-301.

**Morales M.T., Rios J.J. et Aparicio R., (1997).** Changes in the volatile composition of virgin olive oil during oxidation: Flavors and off-flavors. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 45, 2666-2673.

**Mousa Y.M., Gerasopoulos D., Metzidakis I. et Kiritsakis A., (1996).** Effect of altitude on fruit and oil quality characteristics of "Mastoides" olives. *J. Sci. Food Agric*, 71, 345-350.

## N-O

**Nakatani N., Tachibana Y. et Kokuzaki H., (2001).** Establishment of model substrate oil for antioxidant activity assessment by oil stability index method. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 78, 19-23.

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

**Nouad L., (2004).** L'huile d'olive, un créneau pour l'exportation. *PME Magazine*, 23, 20-21.

**Ouaini N. Medawar S. Daoud R. Ouaini R. Chebib, H. Rutledge D. et Estephan N., (2005).** Etat actuel des huileries d'olive au Liban. *New Medit*, (4), 31-35.

**Ortega R.M., (2006).** Importance of functional foods in the Mediterranean diet. *Publ. Health Nutr*, 9, 1136-1140.

**Ouaouich A et Chimi H., (2007),** Guide du producteur de l'huile d'olive ; Organisation des nations unies pour le développement industriel ; ONUDI, Vienne, 4-37.

**Owen R.W., Mier W., Giacosa A., Hull W. E., Spiegelhalder B. et Bartsch H., (2000).** Phenolic compounds and squalene in olive oils: The concentration and antioxidant potential of total phenols, simple phenols, secoiridoids, lignans and squalene. *Food and Chemical Toxicology*, 38, 647-659.

## P

**Pelletier X., Belbraouet S. et Mirabel D., (1995).** A diet moderately enriched in phytosterols lowers plasma cholesterol concentrations in normocholesterolemic humans. *Ann Nutr Metab*, 39, 291-295.

**Pérez A.G., Luaces P., Rios J.J., Garcia J.M. et Sanz C., (2003).** Modification of volatile compound profile of virgin olive oil due to hot-water treatment of olive fruit. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51, 6544-6549.

**Perrier R., Auffref T., Van der kemp F. et Zonszain., (1997).** Expériences faciles et moins faciles en sciences biologiques, *Collection Biosciences et Techniques*. Doin, Paris, 101 – 107.

**Pinatel C., Petit C., Ollivier D. et Artaud J., (2004).** Outil pour l'amélioration organoleptique des huiles d'olive vierges. *Oléagineux, corps gras, lipides*, 11, (3), 217-222.

**Polese J-M, 2007.** La culture des oliviers. *Artémis* : 66 - 80.

**Prenzler P. D., Bedgood D. R., Bishop A. G. et Robards K., (2002).** Volatile profile of olive oils. *Advances in Horticultural Science*, 16, (3-4), 246-252.

**Psomiadou E., Konstantinos X., Blekas K.G., Tsimidou M.Z., et Boskou D., (2003)** Proposed parameters for monitoring quality of virgin olive oil (Koroneiki cv). *European Journal of lipid Science and technology*, 105, (8), 403-409.

## R-S

**Rahmani M., Saari C.A., (2000).** Étude de la stabilité des huiles d'olive vierge marocaines. *Olivae*, 82, 37-40.

**Ranalli A., Contento S., Schiavone C. et Simone N., (2001).** Malaxing temperature affects volatile and phenol composition as well as other analytical features of virgin olive oil. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 103, (4), 228-238.

**Rebour H., (2007).** L'oléiculture en Algérie, Situation actuelle de l'oléiculture en algérie, 46, 6-8.

**Ridolfi M., Terenziani S., Patumi, M. et Fontanazza G., (2002).** Characterization of the lipoxygenases in some olive cultivars and determination of their role in volatile compounds formation. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50, (4), 835-839.



**Rodriguez-Mendez M.L., Apetrei C. et Saja J.A., (2008).** Evaluation of the polyphenolic content of extra virgin olive oils using an array of voltammetric sensors. *Electrochimica Acta*, 53, 5867–5872.

**Saadatian-Elahi M., Toniolo P., Ferrari P., Goudable J., Akhmedkhanov A., Zeleniuch-Jacquotte A. et Riboli E., (2002).** Serum fatty acids and risk of breast cancer in a nested casecontrol study of New York University Women's Health Study. *Journal of Epidemiology*, 11, (11), 1353-1360.

**Salvador M. D., Aranda F., Gomez Alonso S et Fregapane G. (2001).** Cornicabra virgin olive oil: a study of five crop seasons. Composition, quality and oxidative stability. *Food Chemistry*, 74, 267-274.

**Sánchez J., Harwood J.L., (2002).** Biosynthesis of triacylglycerols and volatiles in olives. *European journal of lipid science and technology*, 104, issue 9-10, 564-573.

**Santos O.V., Corrêa N.C.F., Soares F.A.S.M., Gioielli L.A., Costa C.E.F. et Lannes S.C.S. (2012).** Chemical evaluation and thermal behavior of Brazil nut oil obtained by different extraction processes. *Food Research International*, 47, 253–258.

**Servili M., Selvaggini R., Esposto S., Taticchi A., Montedoro G. et Morozzi G., (2004).** Health and sensory properties of virgin olive oil hydrophilic phenols: agronomic and technological aspects of production that affect their occurrence in the oil. *J. Chromatogr. A*, 1054, 113–127.

## T

**Taepavarapruk P., Song C., (2010).** Reduction of acetylcholine release and nerve growth factor expression are correlated with memory impairment induced by interleukin-1beta administrations: effects of omega 3 fatty acid EPA treatment. *Journal of Neurochemistry*, 112 (4), 1054-1064.

**Tanouti K., Elamrani A , Serghini-Caid H., khalid A., Bahetta Y, Benali A., Harkous M. et Khiar M., (2010).** caractérisation d'huiles d'olive produites dans des cooperative pilotes (lakrarma et kenine) au niveau du maroc oriental. *Technologies de Laboratoire*, 5, (18), 18-26.

**Tanouti K., Serghini-Caid H., Chaieb E., Benali A., Harkousse M. et Elamrani A., (2011).** Amélioration qualitative des huiles d'olives produites dans le Maroc oriental. *Technologies de Laboratoire*, 6, (22), 1-12.

**Thomaidis N.S., Georgiou C.A., (2000).** Direct parallel flow injection multichannel spectrophotometric determination of olive oil iodine value. *Analytica Chimica Acta*, 405, 239–245.

**Torres M.M., Maestri D.M., (2006).** The effects of genotype and extraction methods on chemical composition of virgin olive oils from Traslasierra Valley (Córdoba, Argentina). *J. Food Chemistry*, 96, 507 – 511.

**Tsimidou M. Z., Georgiou A., Koidis A. et Boskou D., ( 2005).** Loss of stability of “veiled” (cloudy) virgin olive oils in storage. *J.Food Chemistry*. 93, (3), 377 - 383.

## U-Z

**Underland I., Stading M. et Lingnert H., (1998).** Influence of skinning on lipid oxidation in different horizontal layers of herring (*clupea harengus*) during frozen storage., *J.Sci Food Agric*, 78, 441-450.

**Uzzan A., (1992).** Olive et huile d'olive. Manuel des corps gras, A. Tome 1, Ed : Lavoisier, Paris, 221-228.

**Veillet S., (2010).** Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : Entre Tradition et Innovation. Th Doct. : Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse. Marseille, 21, 41.

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

**Zohary D., (1995).** Olive. *Olea europaea* (oleaceae). In Evolution of Crop-Plants. *Smartt J. and Simmonds N.W.* (Eds), Longmans, London. pp: 279-382.

### **Textes réglementaires**

**AFI (2003).** Association Française Interprofessionnelle de l'Olive Comité Economique afdol Agricole de l'Olivier 2003. Les Bonnes Pratiques d'Hygiène pour la fabrication d'Huile d'Olive Vierge. [Version indice 7].

**CEE, (1991).** European Community, Commission Regulation: No. 2568/91/EEC, July 11. *Official Journal of the European Communities*, L248, 1– 83.

**COI, (1987).** Conseil Oléicole International: Sensory analysis of olive oil – Method – Organoleptic assessment of virgin olive oil. COI/T.20/Doc. No. 3. Madrid, June 18th.

**COI (1994).** Norme commerciale applicable à l'huile d'olive et à l'huile de grignons d'olive– COI/T.15/ n°2/corr.1.17.

**COI (2001).** Norme commerciale applicable à l'huile d'olive et à l'huile de grignons d'olive– COI/T.20/Doc. n°19/Rév.1.

**COI, (2003).** Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive .C.O.I /T./NC n°3/Rev.1, 1-16.

**COI, 2007.** Production techniques in olivergrowing.

**COI (2010).** Conseil oléicole international : Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive.

**COI (2011).** Conseil oléicole international : Guide pour la Détermination des caractéristiques des olives à huile. COI/OH/Doc. n°1.

**Commission of the European Communities, (1991).** Regulation No. 2568/91 of 11 July and later modifications on the characteristics of Olive Oil and Olive-residue Oil and on the relevant Methods of Analysis. *Official Journal of the European Communities*, No L248, 1-82.

**Communauté Européenne (CEE), (2002).** Le secteur de l'huile d'olive dans l'Union européenne. Commission européenne. Direction générale de l'Agriculture.

**MADR/DSASI/SDSA, (2003).** Ministère de l'Agriculture et du Développement Rural/Direction des Statistiques et des Systèmes d'Informations/Sous-Direction des Statistiques Agricoles.

## Annexe 01 : Fiche de dégustation de l'huile d'olive selon COI, (2003).

<b>Nom :</b> <b>Prénom :</b> <b>Date :</b>
<b>Dégustation</b> <b>Visuel : couleur- intensité- qualité :</b> Ech 1 : Ech 2 : Ech 3 : : : Ech 18 :  <b>Olfactif : intensité- qualité- type- caractère :</b> Ech 1 : Ech 2 : Ech 3 : : : Ech 18 :  <b>En bouche : ardent- amertume- consistance (fluidité, onctuosité)- intensité et qualité des arômes- persistance aromatique :</b> Ech 1 : Ech 2 : Ech 3 : : : Ech 18 :  <b>Harmonie générale- jugement d'ensemble :</b> Ech 1 : Ech 2 : Ech 3 : : : Ech 18 :
<b>Note de 0 à 5 :</b> Ech 1 : Ech 2 : Ech 3 : : : Ech 18

## Annexe 02 : Dosage des acides gras des 18 échantillons d'huile d'olive étudiées par GC-MS.

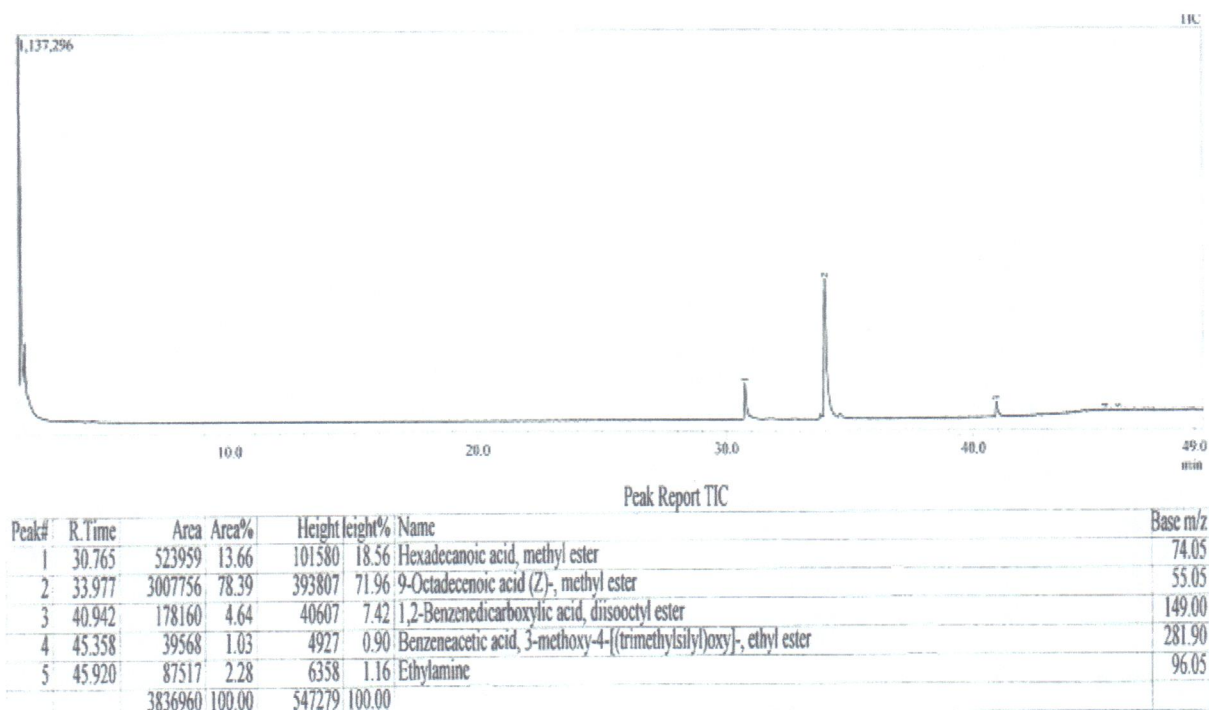


Figure 01 : Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région d'Ouled Yahia.

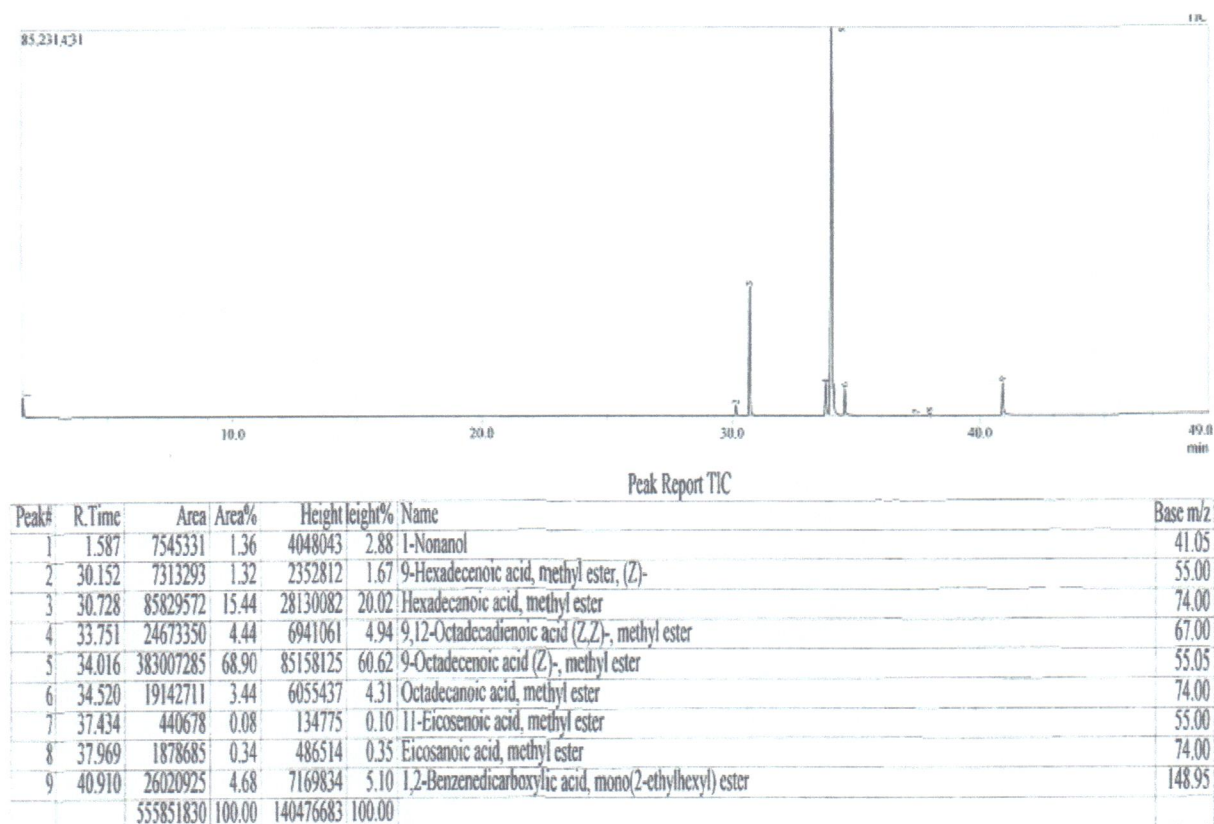


Figure 02 : Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région de Selma Ben Ziada. .

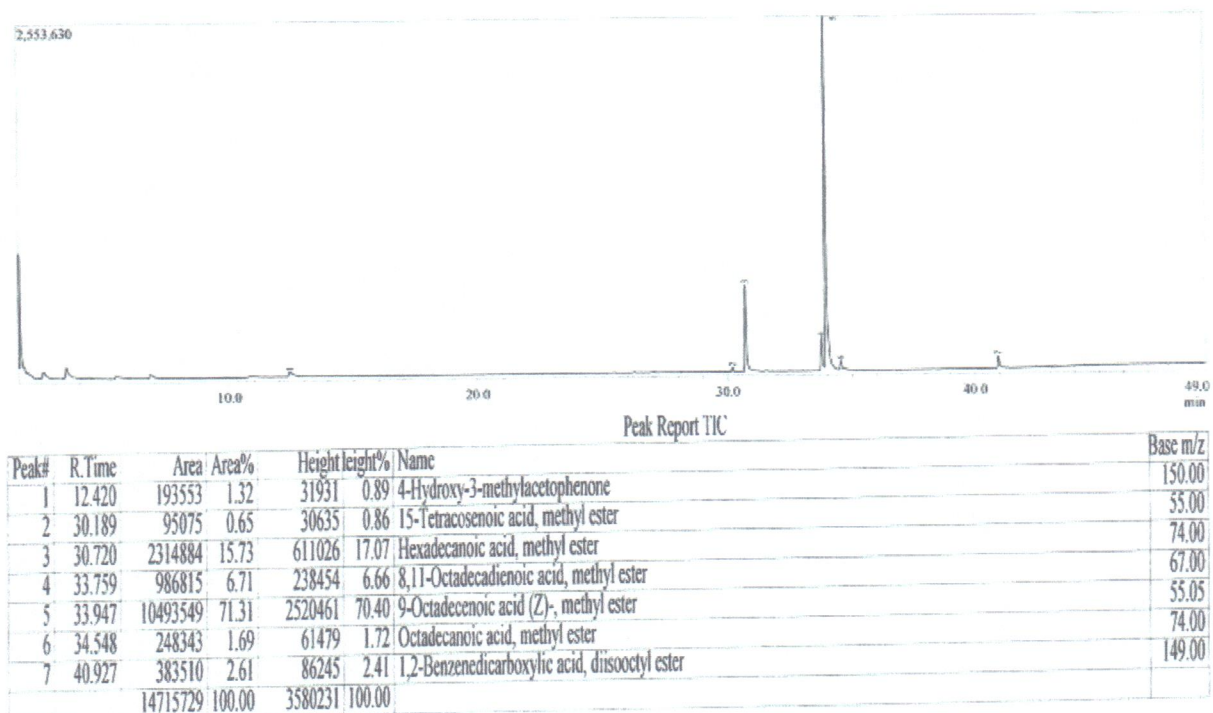


Figure 03 : Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région de Djimla.

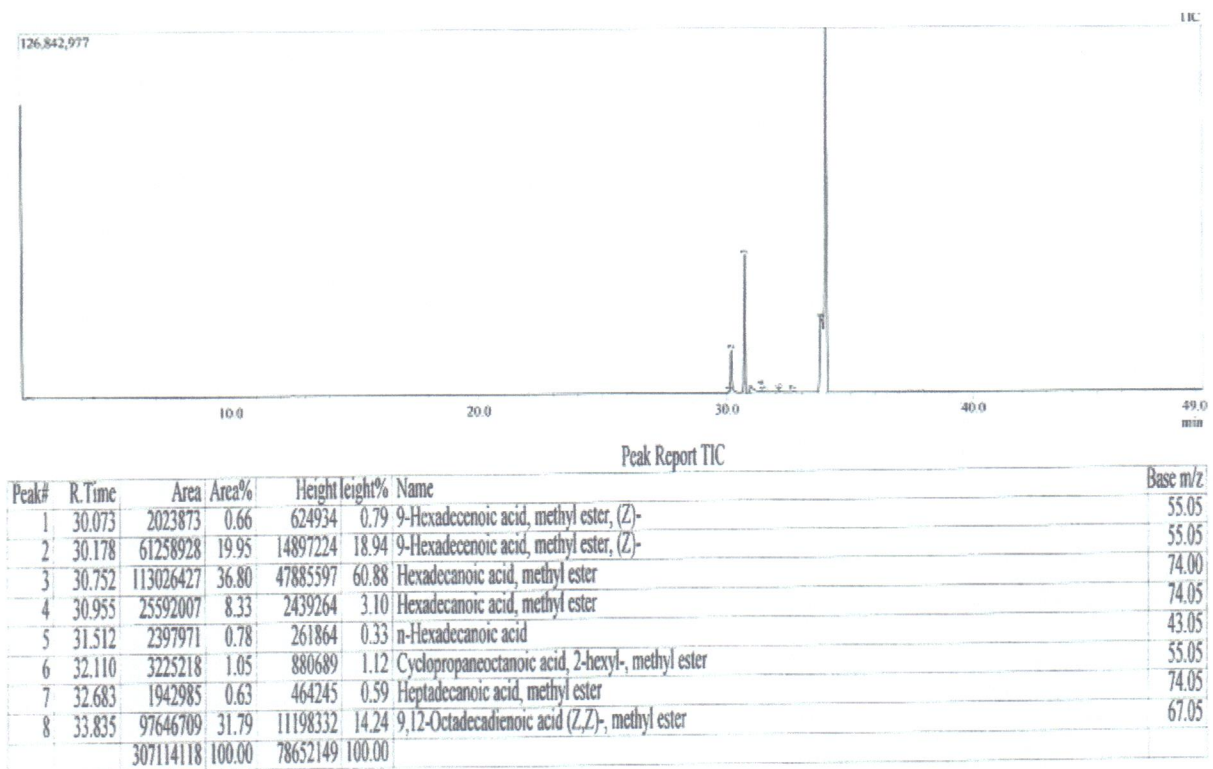
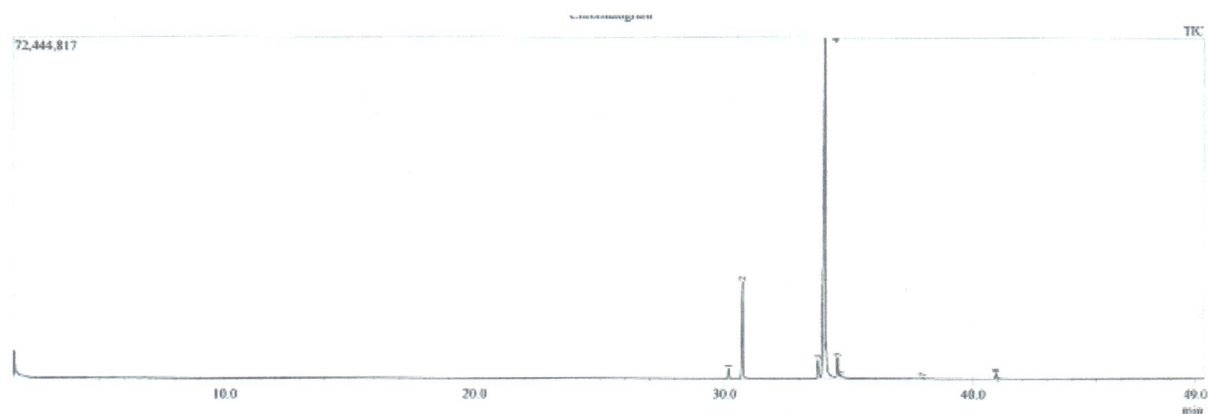


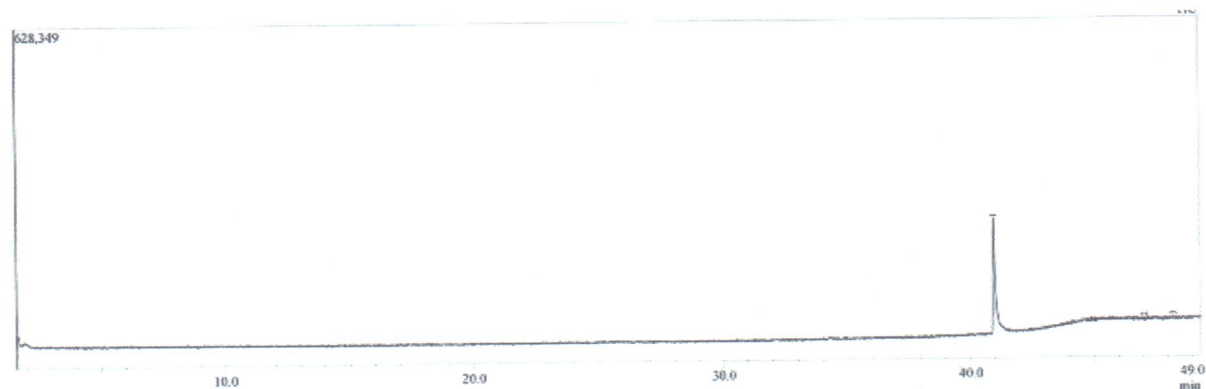
Figure 04 : Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région d'Ouled Rabah.



Peak Report TIC

Peak#	R. Time	Area	Area%	Height	Height%	Name	Base m/z
1	30.157	6131269	1.42	2050663	1.95	9-Hexadecenoic acid, methyl ester, (Z)-	55.05
2	30.727	60649582	14.06	20497006	19.53	Hexadecanoic acid, methyl ester	74.05
3	33.754	16386756	3.80	4018973	3.83	9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)-, methyl ester	67.00
4	34.014	325924596	75.56	72307222	68.90	9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl ester	55.05
5	34.526	13948975	3.23	4222606	4.02	Octadecanoic acid, methyl ester	74.05
6	34.648	2057488	0.48	300544	0.29	Octadec-9-enoic acid	55.05
7	37.973	970793	0.23	268758	0.26	Eicosanoic acid, methyl ester	74.00
8	40.907	5280258	1.22	1271933	1.21	1,2-Benzenedicarboxylic acid, mono(2-ethylhexyl) ester	149.05
		431349717	100.00	104937705	100.00		

Figure 05 : Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région d'El Kennar Nechfi.



Peak Report TIC

Peak#	R. Time	Area	Area%	Height	Height%	Name	Base m/z
1	40.944	1271149	93.23	209627	93.28	1,2-Benzenedicarboxylic acid, diisooctyl ester	149.00
2	47.048	19334	1.42	7040	3.13	1,2,4-Benzenetricarboxylic acid, 1,2-dimethyl ester	206.95
3	48.221	72913	5.35	8058	3.59	Palmitic acid, 2-(1-octadecenyl)ethyl ester, (E)-	282.95
		1363396	100.00	224725	100.00		

Figure 06 : Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région d'El Mharka.

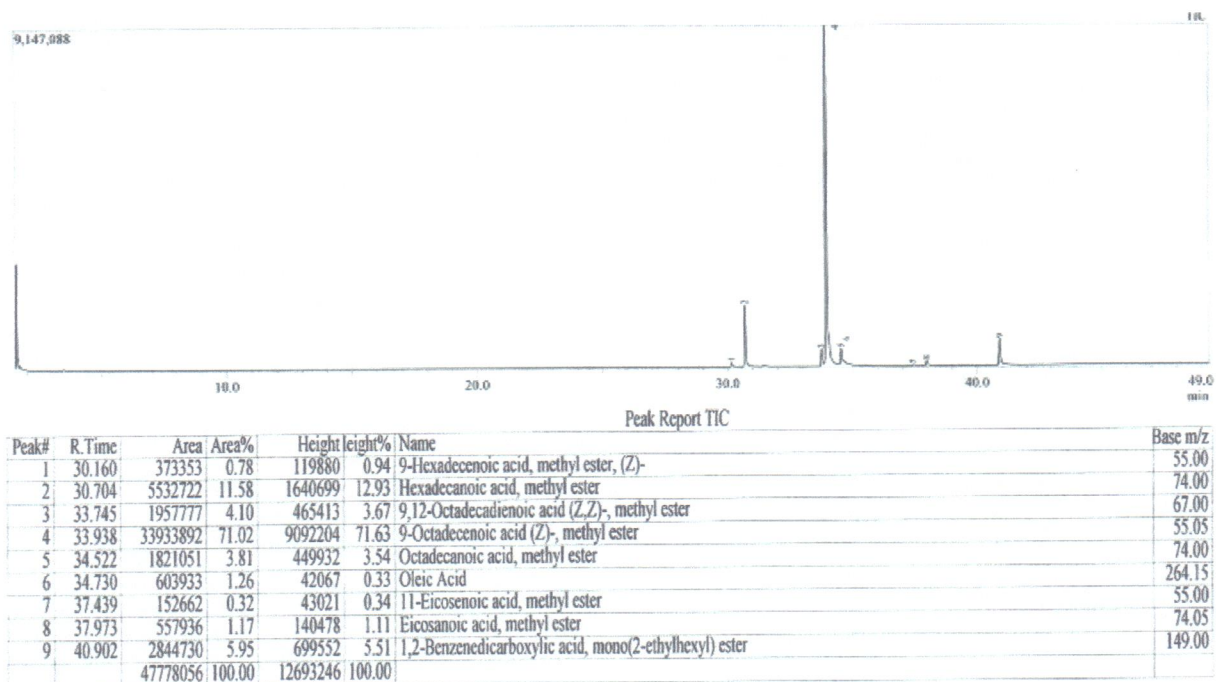


Figure 07 : Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région de Texenna.

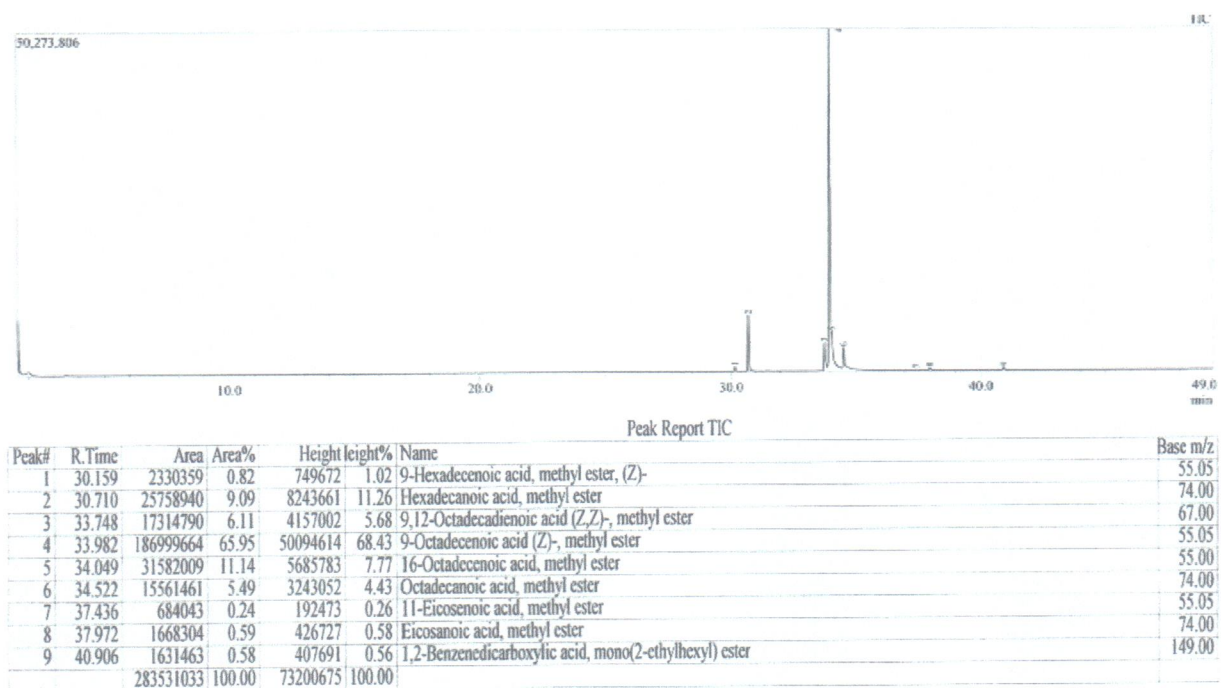


Figure 08 : Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région d'El Djemaa Beni-Hbib.

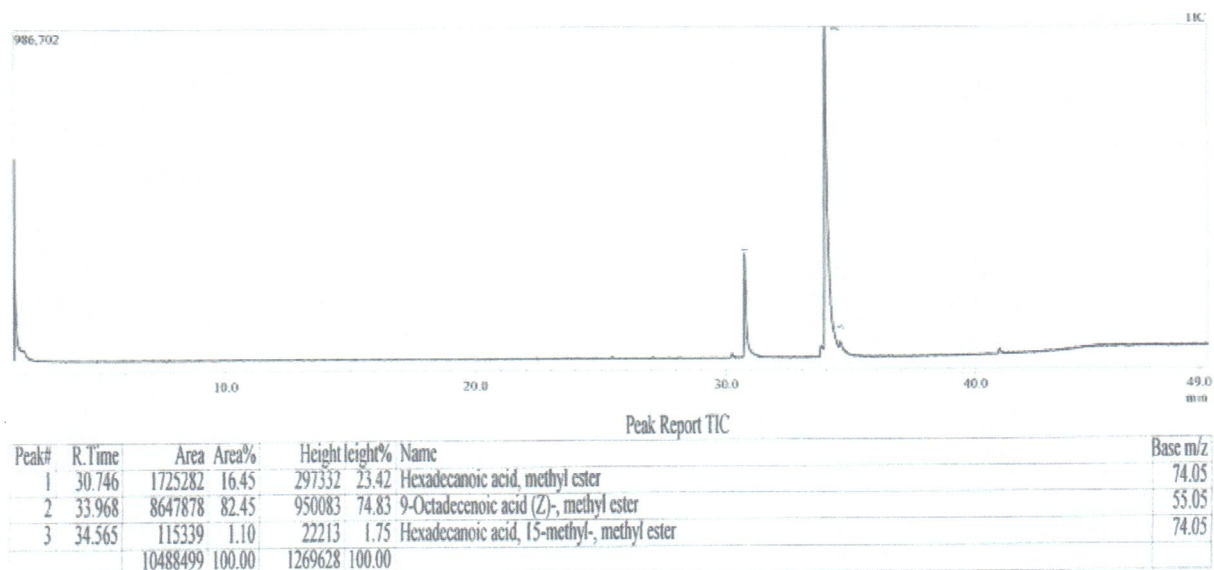


Figure 09 : Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région d'El Milia.

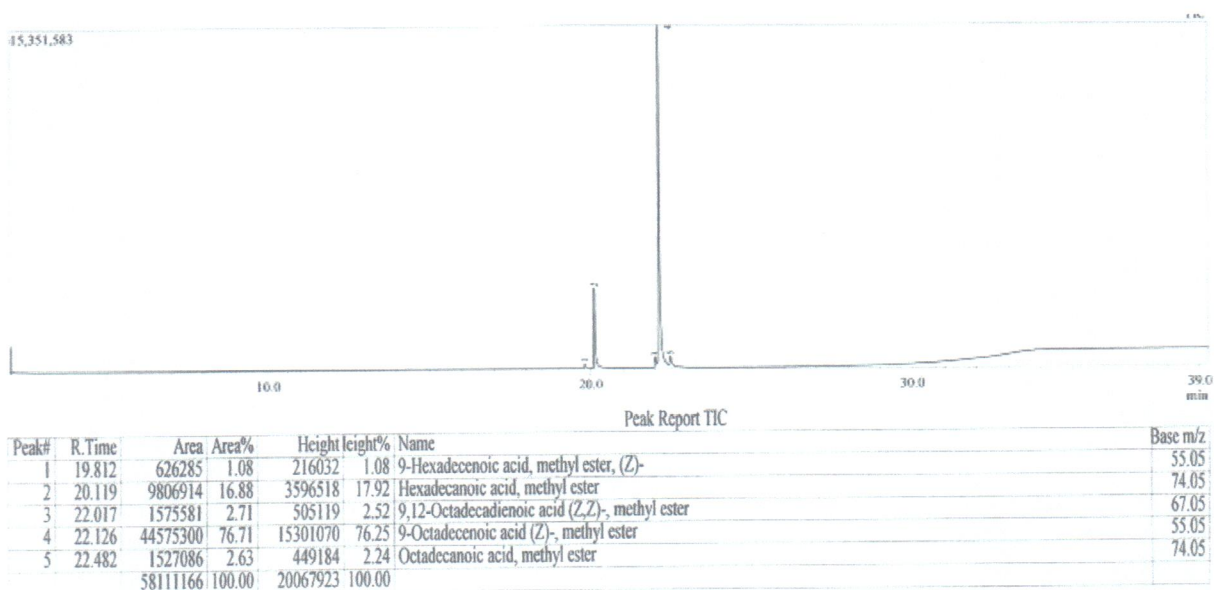


Figure 10 : Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région d'El Aouana.



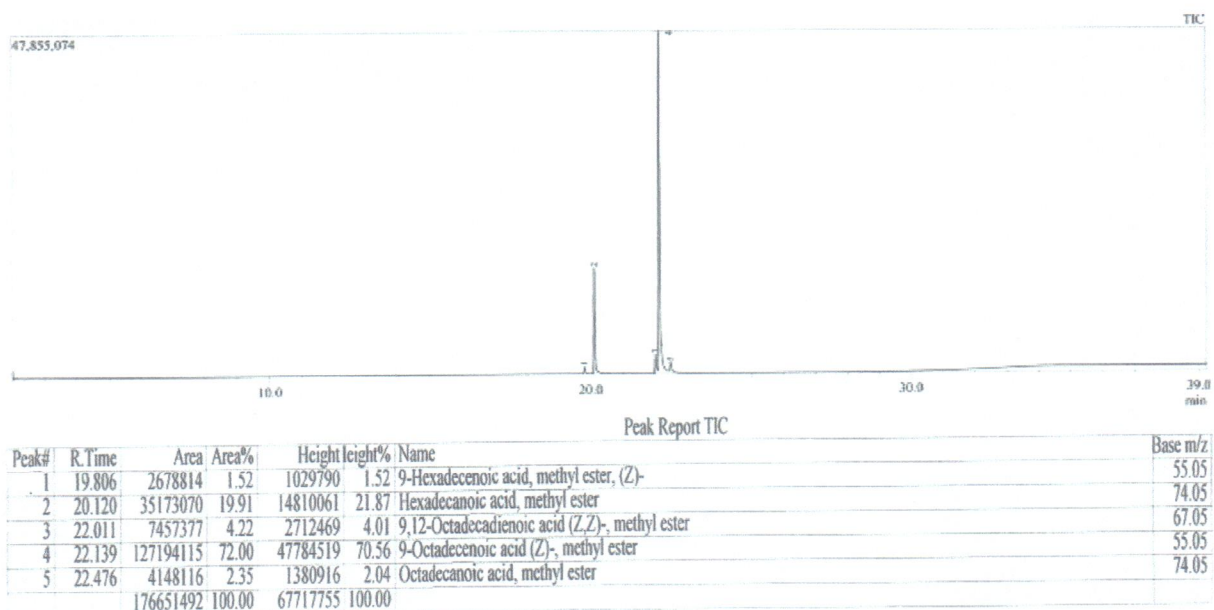


Figure 11 : Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région de Ziam Mansouriah.

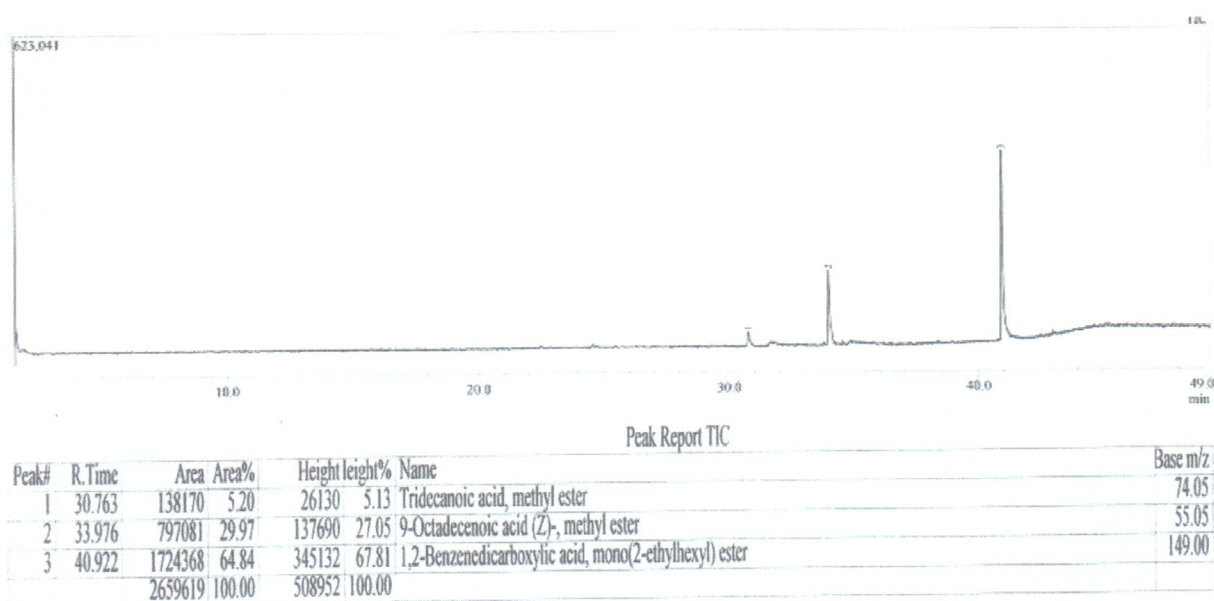


Figure 12 : Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région de Beni Siar.

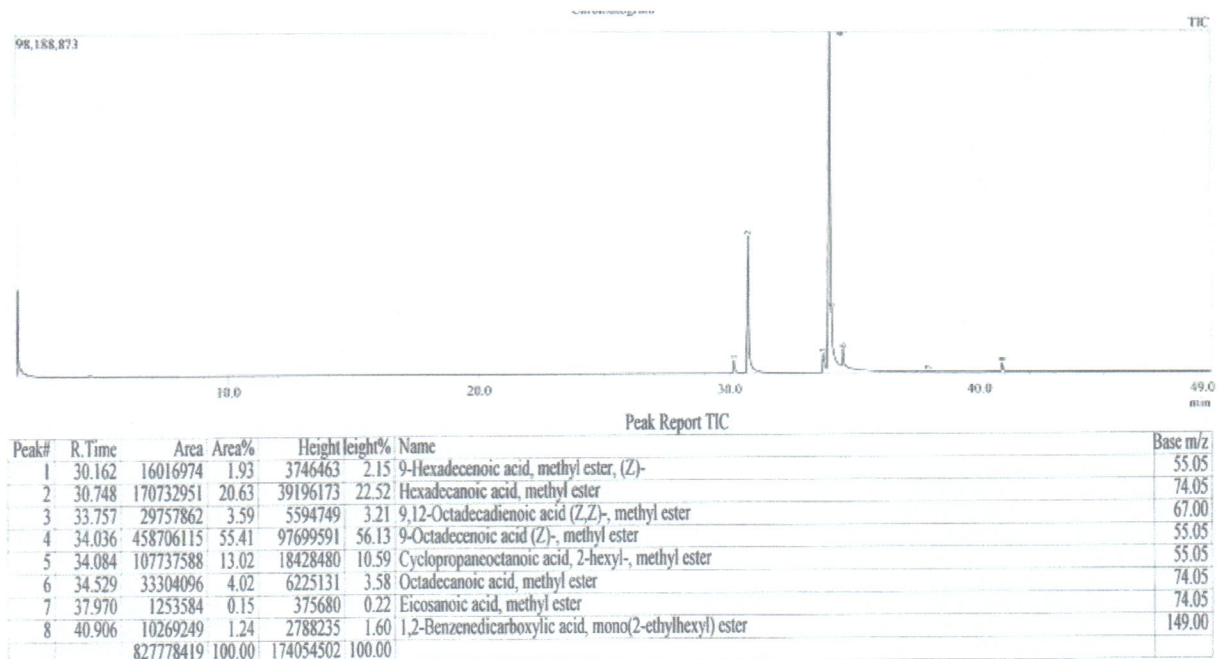


Figure 13 : Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région d'El Ancer.

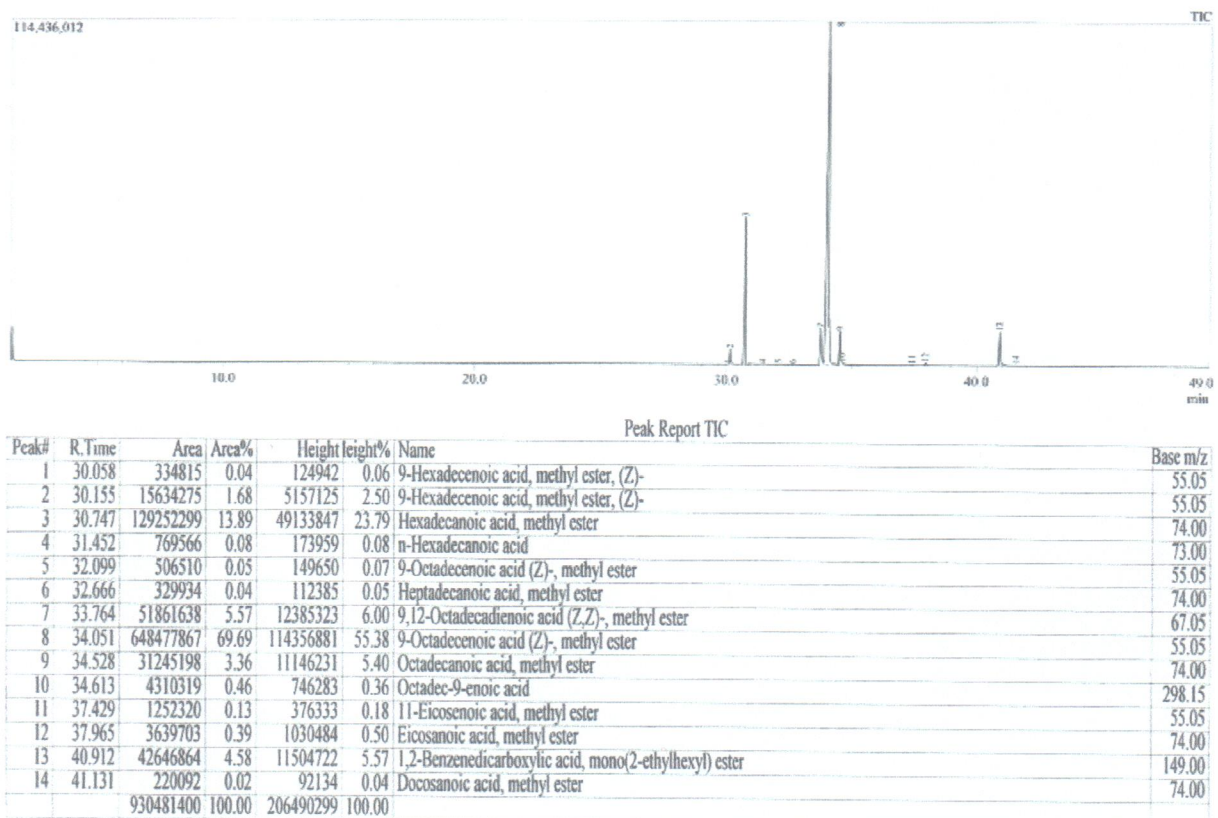


Figure 14 : Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région de Taher.

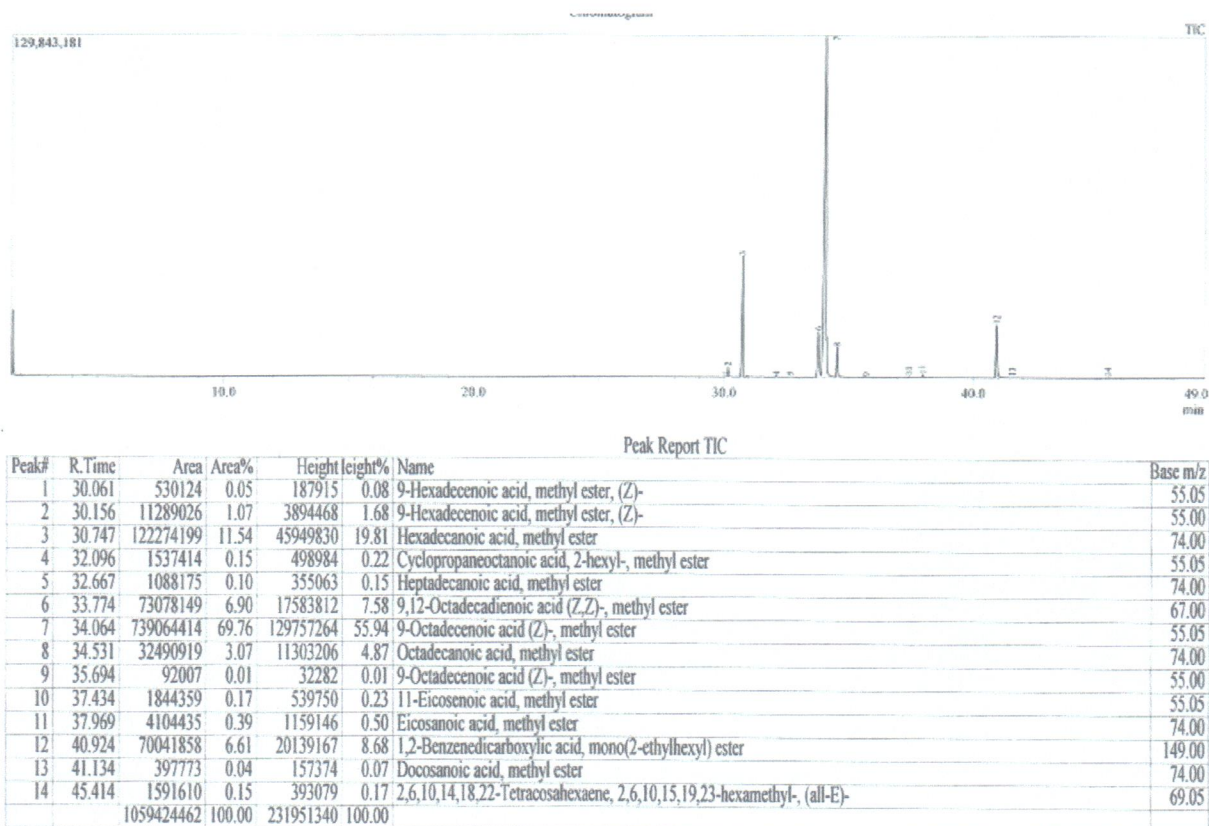


Figure 15 : Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région d'El Amir Abdelkader.

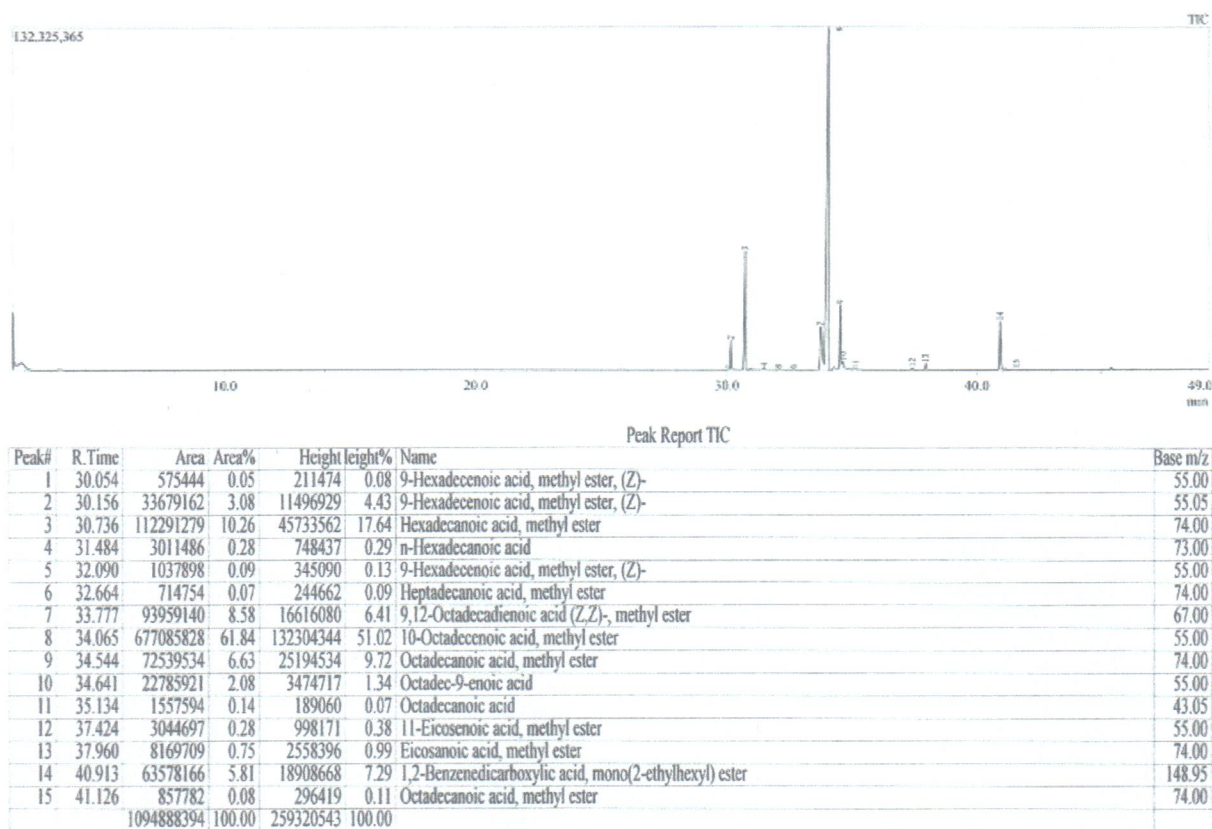


Figure 16 : Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région de Borj-Thar.

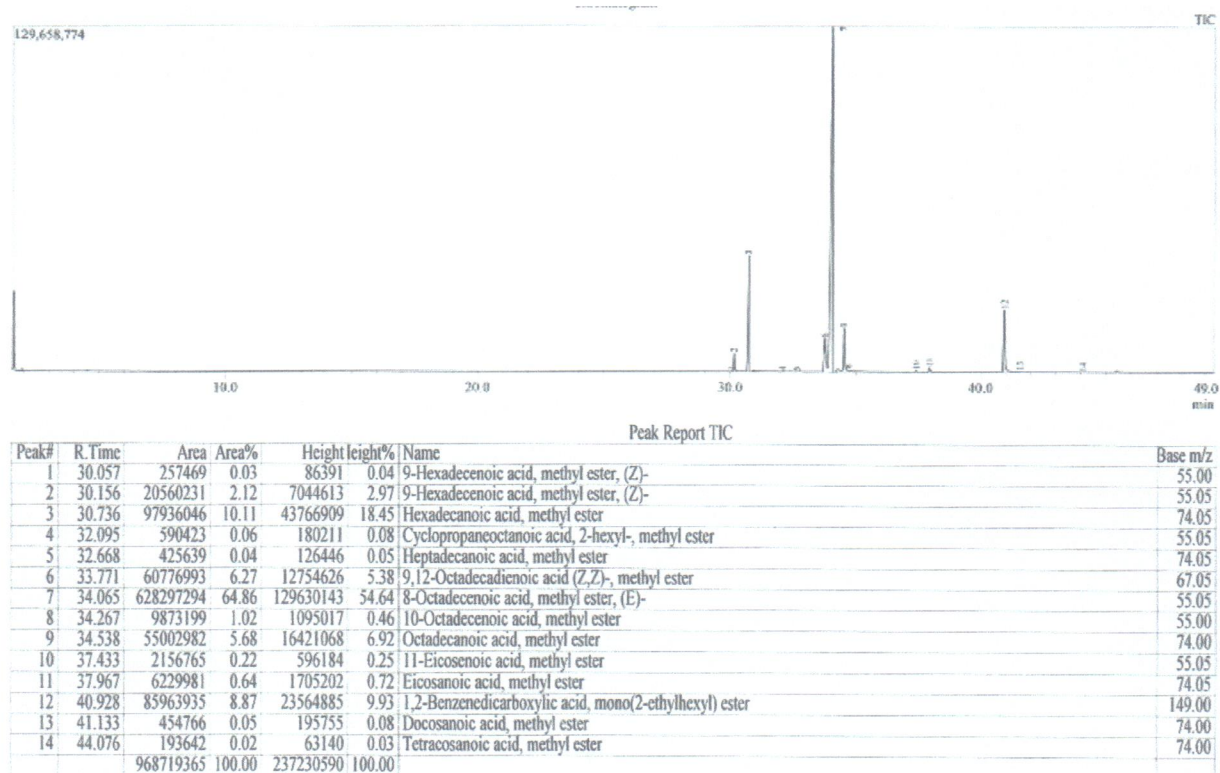


Figure 17 : Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région de Boughdir.

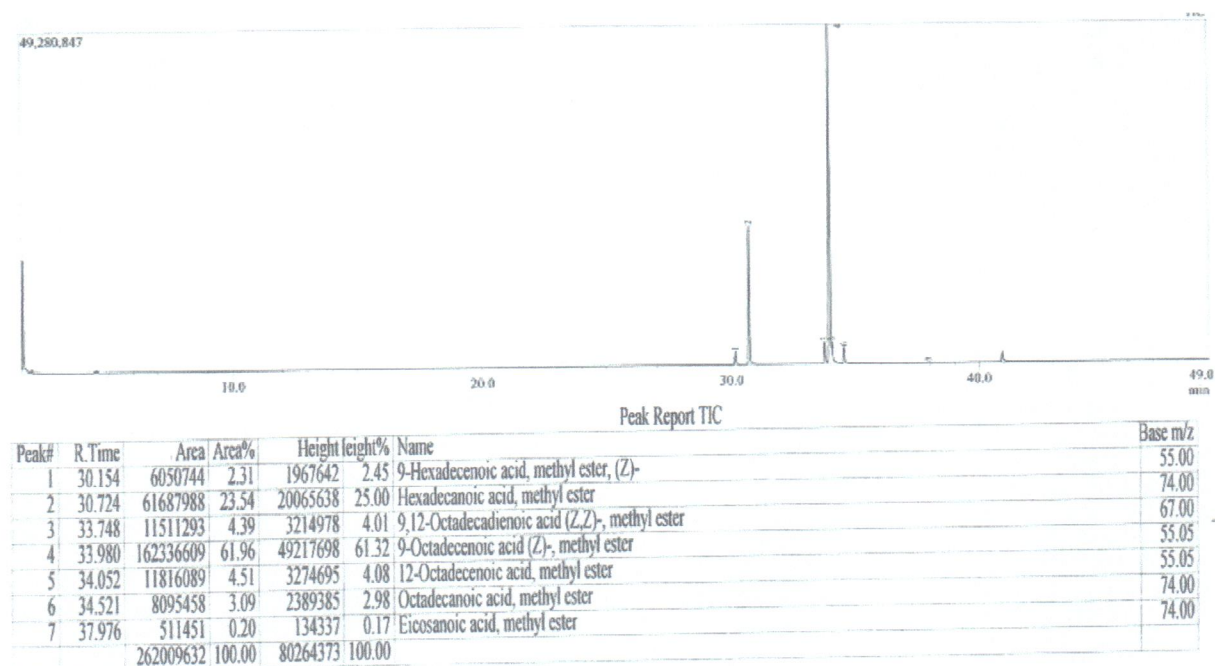
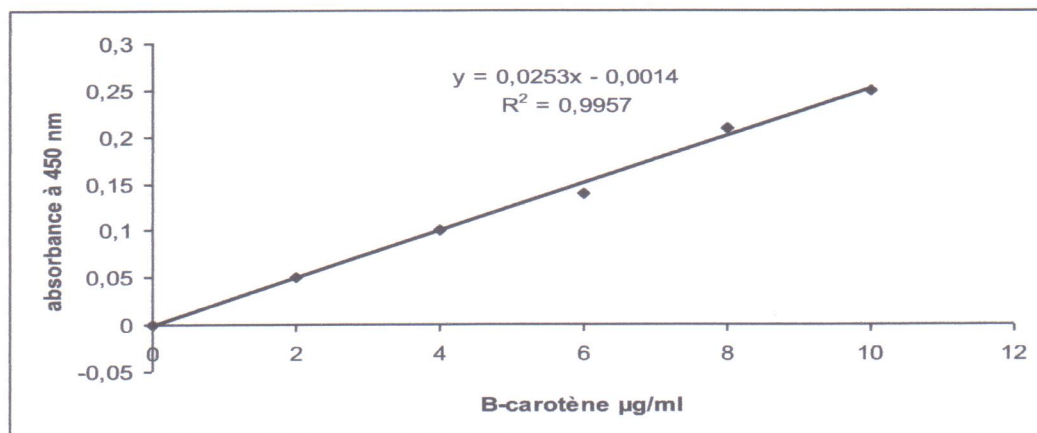
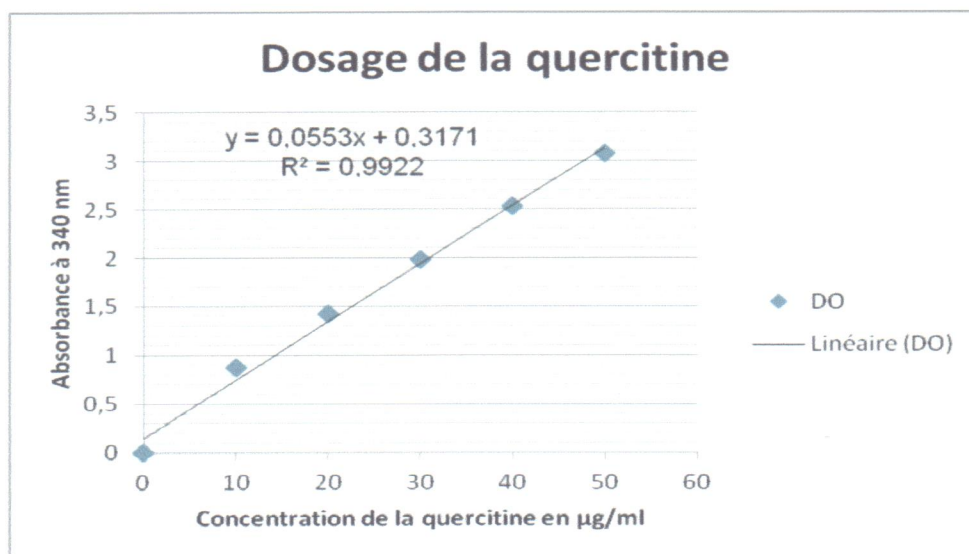


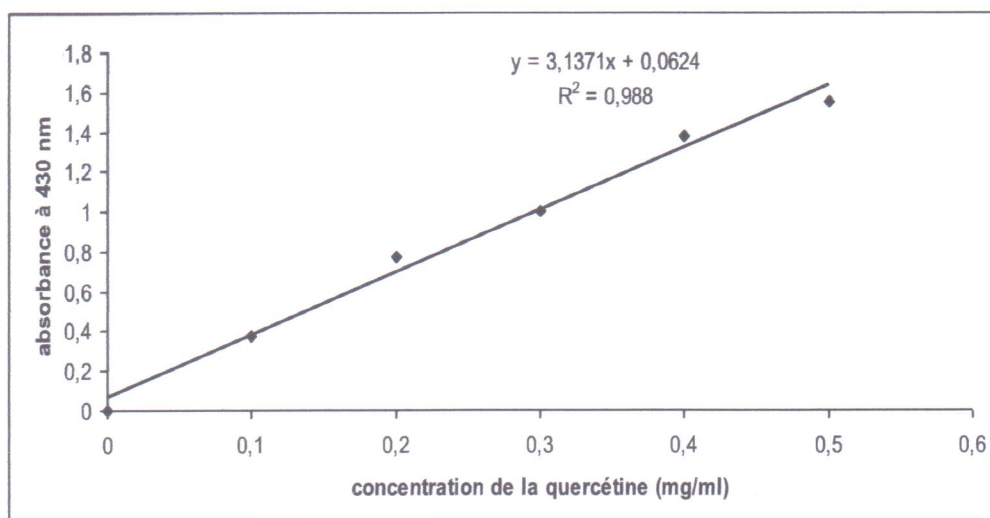
Figure 18 : Chromatogramme des acides gras de l'huile de la région de Ben Yadjis.

Annexe 03 : Courbe d'étalonnage de la  $\beta$ -carotène

Annexe 04 : Courbe d'étalonnage de l'acide gallique



Annexe 05 : Courbe d'étalonnage de la quercétine



## Résumé

Grâce aux bienfaits de l'huile d'olive sur la santé et son utilisation quotidienne, le contrôle de qualité de ce produit devient une obligation. De ce fait nous avons effectué une analyse des dix-huit échantillons d'huile d'olive collectés à partir de différentes régions de la wilaya de Jijel en début de l'année 2013.

L'analyse physicochimique a montré que tous les échantillons présentent une acidité relativement élevée à l'exception de l'huile d'olive d'Ouled Yahia qui possède une acidité située dans l'intervalle des normes. En revanche l'indice de peroxyde enregistre des valeurs très faibles pour les dix huit échantillons. D'autre part, l'étude de la composition en acides gras montre que toutes les huiles sont très riches en acide oléique, et que le taux des acides gras saturés est faible par rapport aux acides gras insaturés.

Vue son acidité, sa richesse en polyphénols, et sa note organoleptique, l'huile d'olive d'Ouled Yahia est considérée comme étant de bonne qualité et classée la meilleure huile parmi les 18 échantillons analysés.

**Mots clés :** Huile d'olive, Qualité, Analyse physicochimique, Analyse organoleptique.

## Abstract

Due to the benefits of the olive oil on health and their daily use, the quality control of this product becomes an obligation. Therefore we performed an analysis of eighteen samples of olive oil collected from different regions of Jijel in the season 2013.

The physicochemical analysis showed that all the samples have a relatively high acidity except the olive oil of Ouled Yahia which has acidity in the range of standards. In contrast, the peroxide index records very low values for the eighteen samples. In addition, the study of the composition of fatty acids shows that all samples are very rich in oleic acid, and that the rate of the saturated fatty acids is low compared to the unsaturated fatty acids.

For its adequate acidity, their high content in polyphenols, and their organoleptic note, the olive oil of Ouled Yahia is considered as being of good quality and is classified best oil among the eighteen analyzed samples.

**Key words:** olive oil, Quality, Physicochemical analysis, organoleptic analysis.

## ملخص

نظرا للفوائد الصحية لزيت الزيتون و استعماله اليومي، تعتبر المراقبة النوعية لزيت الزيتون ضرورة حتمية. على هذا الأساس قمنا بإجراء تحليل لثمانية عشرة عينة لزيت الزيتون مأخوذة من مناطق مختلفة لولاية جيجل في الموسم 2013.

بينت التحاليل الفيزيوكيميائية أن كل العينات المدروسة تتميز بحموضة عالية نسبيا، باستثناء زيت زيتون أولاد يحي الذي يملك حموضة موافقة للمعايير. على العكس سجل عامل الأكسدة قيما جد منخفضة للعينات الثمانية عشرة، من جهة أخرى، بينت تركيبة الأحماض الدهنية أن كل الزيوت جد غنية بحمض الأوليك، و أن نسبة الدهون المشبعة قليلة مقارنة مع الدهون غير المشبعة.

نظرا لحموضته المناسبة، غناه بعديد الفينول، وعلامته الحسية، أعتبر زيت زيتون أولاد يحي ذو نوعية جيدة وصنف كأحسن زيت بين العينات الثمانية عشرة.

**الكلمات المفتاحية:** زيت الزيتون، النوعية، التحاليل الفيزيوكيميائية، التحاليل الحسية.

