

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur
et de la Recherche Scientifique



جامعة جيجل
كلية العلوم الطبيعية والحياة
المغربية
رقم الترخيص : 1303

09/08

Université de Jijel
Faculté des Sciences
Département de Biologie Cellulaire et Moléculaire

Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du diplôme d'ingénieur
d'état en biologie

Option : Contrôle de Qualité et Analyses

Thème

Etude de l'influence de la variété sur
la qualité de l'huile d'olive vierge.

Membres de jury :

Présidente : M^{elle} BENGUEDOUAR L.
Examinatrice : M^{elle} Cherbal A.
Encadreur : Dr. IDOUI T.

Réalisé par :

BOUBATA Loubna
BOUKHENEF Saida
MARIAI Sanaa

Promotion : 2008

Remerciements

Avant tout nous remercions le bon Dieu qui nous a donné le courage et la force pour continuer. Merci de nous avoir éclairé le chemin de la réussite

En guise de reconnaissance, nous tenant bien fort à remercier:

Notre promoteur Dr Idoui T qui nous a attribué beaucoup de son temps. Nous le remercions pour l'aide qu'il nous a apporté pour guider ce travail.

Nos remerciements vont également :

A Mr Brihimouche, Mr Rouikha, et M^{lle} Khenouf pour leur aide précieuse

Au personnel du laboratoire de Biochimie et microbiologie et de chimie, pour leur gentillesse et leur disponibilité.

Aux membres du jury d'avoir accepté de juger ce travail.

Merci enfin pour tous ceux et celles qui nous ont aidé d'une façon ou d'une autre lors de notre travail, nous les remercions du fond du cœur.

Sommaire

Sommaire

Introduction	01
--------------------	----

Chapitre I : Etude de l'olivier

I.1. Histoire de l'olivier.....	02
I.2. L'Oléiculture algérienne.....	02
I.3. Etude botanique.....	03
I.3.1. Classification systématique.....	03
I.3.2. Morphologie et description des principales parties de l'arbre.....	03
I.3.2.1. Caractères généraux	03
I.3.2.2. Les principales parties de l'arbre.....	04
b. Le tronc.....	04
c. Le rameau fructifier.....	04
d. Les feuilles	04
e. Les fleurs.....	04
f. Le fruit.....	05
I.4. La maturation et la croissance de fruit.....	05
I.5. Composition chimique du fruit.....	05
I.6. La multiplication d'olivier	06
I.7. Les exigences agro-écologiques	06
I.7.1 Les températures	06
I.7.2. La pluviométrie et le vent.....	06
I.7.3. La lumière et le sol.....	06
I.8. Description et caractéristiques des quelques variétés d'olivier en Algérie.....	07
I.8.1. La variété <i>Chemlal</i>	07
I.8.2. La variété <i>Hamra</i>	09
I.8.3. La variété <i>Sigoise</i>	11

Chapitre II: L'Huile d'olive vierge

II.1. Définitions.....	13
II.1.1. L'huile d'olive.....	13
II.1.2. Huile d'olive vierge.....	13
II.2. Classement des huiles d'olive vierge.....	13
II.2.1. Huile d'olive vierge extra.....	13
a. Huile d'olive vierge fine.....	13
b. Huile d'olive vierge semi-fine.....	13
II.2.2. Huile d'olive vierge non propre à la consommation en l'état.....	13
II.3. Composition biochimique de l'huile d'olive.....	13
II.3.1. La composition saponifiable.....	13
II.3.2. La fraction insaponifiable.....	14
II.3.2.1. Les hydrocarbures.....	15
II.3.2.2. Les stérols.....	15

II.3.2.3. Les tocophérols.....	15
II.3.2.4. Les composés phénoliques.....	15
II.3.2.5. Les pigments colorés.....	15
II.3.2.6. Les composés aromatiques.....	15
II.4. Technologie de fabrication de l'huile d'olive.....	16
II.4.1. La récolte.....	16
II.4.2. Triage.....	16
II.4.3. Stockage.....	16
II.4.4. Procèdes technologique d'extraction de l'huile d'olive.....	16
II.4.4.1. L'effeuillage.....	16
II.4.4.2. Lavage.....	16
II.4.4.3. Broyage.....	17
II.4.4.4. Malaxage.....	17
II.4.4.5. Extraction de l'huile.....	17
a. Extraction par pression.....	17
b. Extraction par centrifugation.....	17
c. La percolation.....	18
II.4.4.6. Conditionnement et stockage des huiles d'olives.....	18

Chapitre III: La qualité de l'huile d'olive

III.1. Critères d'évaluation de la qualité de l'huile d'olive.....	19
III.1.1. Critères physico-chimiques de l'huile d'olive.....	19
III.1.1.2. Indice de peroxyde.....	19
III.1.1.3. Détermination de l'extinction spécifique.....	19
III.1.2. Evaluation organoleptiques de l'huile d'olive vierge.....	19
a. Les attributs positifs.....	20
b. Les attributs négatifs.....	20
c. Autres attributs négatifs.....	20
III.2. Altération de l'huile d'olive.....	20
III.2.1. Altération biologique.....	20
III.2.2. Altération chimique.....	21
III.2.2.1. Acidification.....	21
III.2.2.2. Oxydation ou rancissement.....	21
a. Auto-oxydation.....	21
b. Photo-oxydation.....	21
III.3. Les facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive.....	22
III.3.1. Facteurs climatiques.....	22
III.3.2. Facteurs géographiques.....	22
III.3.3. Facteurs pédologiques.....	23
III.3.4. Facteurs variétaux.....	23
III.3.5. Influence de l'état de la matière première.....	23
III.3.6. Influence de la technologie d'extraction.....	24
III.3.7. Stockage et conservation de l'huile.....	24

II. Matériel et Méthodes

II.1. Matériel.....	25
II.1.1. L'huile d'olive.....	25
II.1.2. Produits chimiques et réactifs.....	25
II.1.3. Milieu de culture.....	26
II.1.4. Appareillage.....	26
II.2. Méthodes.....	26
II.2.1. Echantillonnage.....	26
II.2.1.1. Contrôle de la qualité d'une huile d'olive vierge.....	27
II.2.1.1.1. Contrôle des paramètres chimiques de l'huile d'olive.....	27
a. Indice d'acide et l'acidité.....	27
b. Indice de peroxyde.....	28
c. Indice de saponification.....	28
d. Détermination de l'indice d'ester (Ie).....	29
e. Indice d'iode.....	29
f. Recherche du glycérol.....	30
g. Dosage des composés phénolique.....	30
h. Dosage des caroténoïdes.....	31
II.2.1.1.2. Contrôle des paramètres physiques de l'huile d'olive.....	31
a. pH.....	31
b. Teneur en eau et en matières volatiles.....	32
c. Mesure de la teneur en impuretés insolubles.....	32
d. Densité relative.....	32
e. Détermination du point de fusion et de solidification.....	33
f. Détermination du point de fumée.....	33
g. Indice de réfraction.....	33
h. Coefficient d'extinction K_{232} et K_{270}	33
II.2.1.1.3. Détermination de la composition en acides gras par GC-MS.....	34
II.2.1.1.4. Contrôle microbiologique de l'huile d'olive vierge.....	34
a. Préparation des dilutions décimales.....	34
b. Flores dénombrées et recherchées.....	34
II.2.1.1.5. Le contrôle organoleptique de l'huile d'olive.....	35

III. Résultats et Discussion

III.1 Contrôle de la qualité des huiles d'olive vierge.....	38
III.1.1. Contrôle des paramètres chimiques.....	38
III.1.1.1. Acidité oléique, indice d'acide et pH.....	38
III.1.1.2. Indice de peroxyde.....	39
III.1.1.3. Indice de saponification.....	41
III.1.1.4. L'indice d'ester.....	41
III.1.1.5. Indice d'iode.....	42
III.1.1.6. Recherche du glycérol.....	43
III.1.1.7. Teneur en polyphénols.....	44

III.1.1.8.Dosage des caroténoïdes.....	47
III.1.2 Contrôle des paramètres physiques des huiles d'olive.....	48
III.1.2.1.Teneur en eau et en matières insolubles.....	48
III.1.2.2. La teneur en impureté.....	49
III.1.2.3.La densité.....	49
III.1.2.4. Le point de solidification, le point de fusion et le point de fumée.....	50
III.1.2.5.L'indice de réfraction.....	52
III.1.2.6.Extinction spécifique à l'UV.....	53
III.1.3.Composition en acides gras.....	54
III.1.4.Contrôle microbiologique de l'huile d'olive vierge.....	59
III.1.5.Analyse organoleptique de l'huile d'olive.....	60
Conclusion	68

Annexes

Références bibliographiques

Liste des abréviations

A° : acidité ;
C : concentration ;
C.O.I : Conseil Oléicole International ;
Cm³ : centimètre cube ;
D : densité ;
E_λ : extinction mesurée à la longueur d'onde λ ;
g : Gramme ;
GC-MS : Gas Chromatographic-mass spectroscopic ;
h : heure ;
H : huile ;
I_a : indice d'acide ;
I_e : l'indice d'ester ;
I_p : indice de peroxyde ;
I_r : Indice de réfraction ;
K₂₃₂ : Coefficient d'extinction à 232 nm ;
K₂₇₀ : Coefficient d'extinction à 270 nm ;
m : masse molaire ;
Max : Maximum ;
μg : microgramme ;
mg : milligramme ;
min : minute ;
ml : millilitre ;
N : Normalité nm ;
nm : nanomètre ;
PM : Poids moléculaire ;
p : prise d'essai ;
pp : polyphénols ;
ppm : partie par million ;
S : épaisseur ;
t : temps ;
UFC : Unité Format colonie ;
UV : Ultraviolet ;
U.I.C.P.A : Union Internationale de la Chimie Pure et Appliquée
V : volume ;
W : Teneur en eau et en matières volatiles.

Liste des tableaux

Tableau N°	Page
Tableau 01 : Composition du fruit.....	5
Tableau 02 : Les caractères morphologiques de la variété <i>Chemlal</i>	8
Tableau 03 : Les caractères morphologiques de la variété <i>Hamra</i>	10
Tableau 04 : Les caractères morphologiques de la variété <i>Sigoise</i>	12
Tableau 05 : Composition biochimique de l'huile d'olive	14
Tableau 06 : Fiche de dégustation de l'huile d'olive.....	37
Tableau 07 : Valeur du pH, acidité et indice d'acide des cinq variétés d'huile d'olive...38	
Tableau 08 : Valeurs de l'indice de peroxyde des cinq variétés d'huile d'olive.....	40
Tableau 09 : Indice de saponification des cinq variétés d'huile d'olive.....	41
Tableau 10 : Valeurs de l'indice d'ester des cinq variétés d'huile d'olive.....	42
Tableau 11 : Valeurs de l'indice d'iode des cinq variétés d'huile d'olive.....	42
Tableau 12 : Comparaison entre l'Ii et la composition en AGI obtenue par GC-MS.....	43
Tableau 13: Résultats du dosage colorimétrique des polyphénols.....	45
Tableau 14: Comparaison entre la teneur polyphénols, Ip et Ia.....	46
Tableau 15 : Résultats du dosage des caroténoïdes à 450nm.....	47
Tableau 16 : Teneur de l'humidité des cinq variétés d'huile d'olive.....	48
Tableau 17 : Teneur en impuretés des cinq variétés d'huile d'olive.....	49
Tableau 18: La densité des cinq variétés d'huile d'olive.....	50

Tableau 19: Comparaison entre la densité et l'Is.....	50
Tableau 20 : Détermination de point de solidification et point de fusion.....	51
Tableau 21 : Comparaison entre la teneur d'AGS et AGI et le point de fusion.....	52
Tableau 22: Résultats de l'indice de réfraction de l'huile des cinq variétés.....	53
Tableau23 : Résultats de l'extinction dans l'UV à 232 nm et à 270 nm.....	54
Tableau 24: Comparaison entre la composition en AGS et AGI des huiles.....	58
Tableau 25: Qualité microbiologique de l'huile d'olive des cinq variétés.....	59
Tableau 26: Résultats donnés par le dégustateur 01.....	61
Tableau 27: Résultats donnés par le dégustateur 02.....	62.
Tableau 28: Résultats donnés par le dégustateur 03.....	63
Tableau 29: Résultats donnés par le dégustateur 04.....	64
Tableau 30: Résultats donnés par le dégustateur 05.....	65

Liste des figures

Figure N°	page
Figure 01 : Comparaison entre l'Ii et la composition en AGI obtenue par GC-MS....	43
Figure 02 : Comparaison de la teneur polyphénols, Ip et Ia.....	46
Figure 03 : Comparaison de la densité et l'Is.....	50
Figure 04 : Comparaison de la teneur d'AGS et AGI et le point de fusion.....	52
Figure 05: Chromatogramme des acides gras de l'huile de la variété <i>Chemlal</i>	54
Figure 06:Chromatogramme des acides gras de l'huile de la variété <i>Hamra</i>	55
Figure 07 : Chromatogramme des acides gras de l'huile de la variété <i>Sigoise</i>	55
Figure 08 : Chromatogramme des acides gras de l'huile de la variété <i>Oleastre greffé</i>	56
Figure 09 : Chromatogramme des acides gras de l'huile de la variété <i>Oléastre</i>	56
Figure 10 : Comparaison de la composition en AGS et AGI des huiles.....	58

Liste des Photos

Photo N°	page
Photo 01 : Les caractères morphologiques de la variété <i>Chemlal</i>	7
Photo 02 : Les caractères morphologiques de la variété <i>Hamra</i>	9
Photo 03 : Les caractères morphologiques de la variété <i>Sigoise</i>	11
Photo 4 : mise en évidence des glycérols.....	44
Photo 5 : Aspect visuel des variétés <i>Chemlal</i> , <i>Hamra</i> et <i>Oléastre</i>	66
Photo 6 : Aspect visuel des variétés <i>Oléastre greffé</i> et <i>Sigoise</i>	66

Introduction

Introduction

L'olivier est une culture essentiellement méditerranéenne. Elle représente pour de nombreux pays un enjeu économique et social de première importance (Medori ,2005).

Dans de telles régions, l'olivier est considéré comme une simple ressource naturelle plutôt que culture. Différentes variétés ont été recensées, ces cultivars définis par leurs caractères fondamentaux et secondaires sont en pratique classés en fonction de la destination : olives à huile, olives de table et olives à double aptitude (Amamou, 1999).

L'oléiculture, première richesse arboricole de l'Algérie est orientée surtout vers la production d'huile d'olive dont 90% de la récolte sert à cette industrie très active (Medori ,2005).

Aujourd'hui, l'huile d'olive vierge est la seule huile alimentaire qui peut prétendre qualificatif de " naturelle " car obtenue par des procédés mécaniques et sans conteste, un produit très apprécié non seulement pour sa valeur nutritionnelle et sa saveur, mais également en raison de sa valeur biologique pour la santé humaine (Michelakis, 1992).

Il est bien connu que les traits de l'huile d'olives se différencient par l'influence de plusieurs facteurs différents soit dans le fruit soit pendant son extraction et sa conservation. En effet la variété joue un rôle primordial dans la qualité de l'huile, en lui conférant une bonne part de sa typicité. Les facteurs qui déterminent l'évolution de la qualité de l'huile font actuellement l'objet d'une intense activité de recherche (Garg, 1997).

Le présent travail a pour objectif d'étudier l'influence de la variété sur la qualité de l'huile d'olive par la détermination de quelques paramètres physico-chimiques ainsi que la composition en acide gras.

Notre travail sera présenté en deux parties :

Une partie bibliographique dans laquelle est résumées les connaissances actuelles sur l'olivier, huile d'olive et la qualité d'huile d'olive. Et une partie expérimentale, dans laquelle on va contrôler la qualité physico-chimique, organoleptique et microbiologique de cinq huiles d'olive issues de cinq variétés d'olive : *Chemlal*, *Hamra*, *Sigoise* et *Oléastre* cultivées dans de la Wilaya de Jijel et l'*Oléastre greffé* cultivée dans la Wilaya de Mila.

*Synthèse
bibliographique*

Chapitre I

I. Etude de l'olivier

I.1. Histoire de l'olivier :

L'olivier a une origine très ancienne, son apparition et sa culture remonteraient à la préhistoire ; mais la voie de son expansion ne peut être déterminée avec certitude (Loussert et Brousse, 1978).

Les premières traces sauvages de l'olivier ont été retrouvées en Asie mineure (Loumou et Giourga, 2003). En effet Les familles syriennes de l'ancien port d'Ougarit ont permis de trouver de grandes quantités d'amphores d'huiles destinées probablement aux échanges méditerranéens. La culture de l'olivier en Syrie, au Liban et en Palestine remonte à 6000 ans avant J.C. L'ancienne Palestine était célèbre pour ses vergers d'oliviers et exportait de l'huile d'olive vers l'Egypte (Talantikite, 1988).

L'extension de la culture des oliviers à l'âge de bronze améliora l'équilibre diététique des Grecs et facilita leurs éclairages. L'olivier était devenu un élément fondamental de la civilisation Grecque. C'est ainsi que l'olivier s'étend en Italie, en France plus précisément en Provence par l'intermédiaire des Phocéens, qui en 600 avant.J.C fondent Marseille (Moreaux, 1997).

En Algérie, une peinture rupestre du tassili Nadjer réalisée sans doute par des hommes du Néolithique (5000 à 2500 ans avant J.C) représente des hommes couronnés de rameaux d'olivier (Talantikite, 1988). Une nouvelles hypothèses sur l'origine de l'olivier montre que l'oléastre serait apparu dans l'est de l'Afrique, il y a environ 50000 ans, et se serait diffuse différemment vers l'ouest et vers l'est (Amouretti et Comet, 2002).

Ce n'est que plus tard, au 16^{ème} après J.C que les caravelles espagnoles introduisirent des plants d'oliviers aux Amériques. En 1560, on le retrouvait au Pérou, au Chili, en Argentine, au Mexique et aux États-Unis (Talantikite, 1988).

I.2. L'Oléiculture algérienne :

L'olivier représente pour l'Algérie l'espèce fruitière la plus importante par la superficie qu'elle occupe. Le verger national oléicole s'étend sur une surface de l'ordre de 191.500 ha représentant 45% du verger arboricole national soit 2.5 de la S.A.U du pays dont 160.000ha sont destinés à la production d'huile d'olive (Khennouf,2001).

Le territoire algérien est divisé en 3 zones oléicoles, elles-mêmes subdivisées en 20 aires oléicoles délimitées comme suit (Kmieciak et al., 1991) :

- Zone de la région Ouest : composée de 5 aires : Tlemcen, Aïn Temouchent, Sidi -Bel-Abbès, Mascara et Relizane.
- Zone de la région Centre : composée des 11 aires oléicoles suivantes : Aïn-Delfa, Blida, Boumerdes, Tizi-Ouzou, Bouira, Béjaïa, Sidi-Aïch, Akbou et Seddouk.

- Zone de la région Est : constituée de 4 aires : Jijel, Mila, Skikda et Guelma

I.3. Etude botanique :

I.3.1. Classification systématique : L'olivier caractéristique des régions méditerranéennes cultivé pour ses fruits que l'on consomme entier ou sous forme d'huile après pressurage (Clément, 1981). Selon Argenson et al. (1999), la classification systématique est la suivante :

Embranchement : Phanérogames : fleurs, Etamines et pistille et reproduction par graines.

Sous –Embranchement : Angiospermes : fleurs avec style ou stigmate, étamine développe florale.

Classe : Dicotylédones.

Série : Terebinthales.

Ordre : Ligustales.

Famille : Oleaceae.

Genre : *Olea*.

Espèce : *europaea*.

Le genre *Olea* se compose lui-même de 30 espèces différentes réparties sur les 5 continents. Certaines classifications décomposent l'espèce *Olea europaea* en deux sous-espèces (Argenson et al., 1999) :

- *Olea europaea* L-subsp. *europaea* ou olivier cultivé, constituée par un grand nombre de variétés améliorées, multipliées par bouturage ou par greffage.
- *Olea europaea* L-subsp. *oleaster* entité taxonomique couramment dénommée Oléastre.

I.3.2. Morphologie et description des principales parties de l'arbre :

I.3.2.1. Caractères généraux : L'olivier est un arbre à feuillage persistant, livré à lui-même, il présente une cime arrondie avec des rameaux étalés très nombreux, enchevêtrés les uns dans les autres, plus au moins épineux ou inermes. Dimensions et forme varient avec les conditions climatiques, l'exposition, la fertilité du sol et les variétés. La hauteur peut atteindre 12 à 15 m, et le tronc est plus souvent élancé (Argenson et al., 1999).

L'olivier se distingue des autres espèces fruitières par sa très grande longévité pouvant donner des arbres plusieurs fois centenaires. L'olivier est également réputé pour sa grande rusticité, lui permettant de se développer et de fructifier sous des conditions de climats sub-aride et sur des sols parfois très pauvres. Naturellement, dans de telles conditions, ses productions seront faibles et souvent aléatoire. Cultivé en sec, en conditions difficiles, sa mise à fruit sera très lente, il faudra attendre 10 à 15 ans pour voir apparaître les premières

fructifications, en conditions favorables, l'entrée en production aura lieu 4 à 5 ans après la plantation (Boudiaf, 1993).

1.3.2.2. Les principales parties de l'arbre :

a. Les Racines : Le système racinaire est composé de deux ou trois grosses racines qui se développent en profondeur de 50 à 70 cm sous le tronc (Argenson et al., 1999 ; Denden et al., 1998). Le développement du système racinaire de l'arbre est surtout fonction des caractéristiques physico-chimiques du sol. En fait, l'olivier adoptera son système racinaire à la profondeur du sol suivant sa structure et sa texture (Talantikite, 1988).

b. Le tronc : Sur les jeunes arbres, le tronc est droit circulaire au fur et à mesure du vieillissement, il se déforme en donnant naissance à des " cordes " (zones successives de dépression) donnant au tronc un aspect tourmenté, caractéristique de l'olivier. Suivant les zones de culture, le tronc peut se développer en hauteur. Il peut comprendre deux rejets et plus sur des oliviers âgés (Boudiaf, 1993).

c. Le rameau fructifère : C'est un rameau dont la croissance s'est poursuivie tout au long du printemps et de l'automne de l'année précédente. Il portera les fleurs, puis les fruits. Il mesure quelques dizaines de centimètre selon la vigueur d'arbre et la variété. Ce type de rameau se caractérise par un taux de floraison élevé; le nombre total de bourgeons varie de 50 à 60 %. Certaines variétés peuvent dépasser 80%, ce taux varie selon la localisation et les conditions climatiques de l'année (Talantikite, 1988).

d. Les feuilles : Les feuilles de l'olivier ne tombent jamais, (durée de vie trois ans) leur situation sur le rameau est dite " opposée " (est un caractère de la famille des Oleaceae) (Villemur, 1997).

Elles sont simples, entières avec un court pétiole. La face supérieure est luisante, coriace, de couleur verte foncée tandis que la face inférieure présente un aspect argenté dû à la présence de poils tecteurs. La forme et les dimension des feuilles sont très variable suivant les variétés peuvent varier de 3 à 8 cm de long et de 1 à 2,5 cm de large. La feuille est le siège des synthèses organiques vitales (Talantikite, 1988). elle contient des composés comme l'acide glycolique et les hétérosides qui possèdent une propriété hypoglycémiant (Metzidakis, 1997).

e. Les fleurs : Les fleurs et d'un blanc jaune verdâtre, sont réunies en grappes de 10 à 40 fleurs, établies à l'aisselle des feuilles de l'année précédente. Sur des arbres bien conduits et bien alimentés les pousses du printemps et de même de l'automne précédant la floraison, peuvent être fructifères (Argenson et al., 1999).

Les fleurs sont des organes les plus sensibles aux oléas climatique : froide, vent sec, pluies (Boudiaf, 1988).

f. Le fruit : Le fruit est une drupe à mésocarpe charnue, riche en lipides, sa forme est ovoïde ou ellipsoïde ses dimension sont très variables suivant les variétés (Boudiaf, 1988).

L'épicarpe est très attaché au mésocarpe (ou pulpe) a maturation. Il passe de la couleur verte tendre à la couleur violette ou rouge (olive tourmante) puis la coloration noirâtre (olive noire). L'endocarpe est constitué par un noyau fusiforme très dur, protégeant une seule graine à albumen cellulaire appelée "Amandon" ce noyau est de forme variable et caractéristique de la variété (Argenson et al., 1999) (Chimi, 2001).

I.4. La maturation et la croissance de fruit :

La croissance des olives passe par trois phases : Une première phase rapide, suivie d'une deuxième phase au cours de laquelle la croissance est lente, entre Août et septembre, et une troisième phase rapide en Automne, au cour de laquelle le fruit change de couleur .

Durant le stade de pigmentation, stade vert, semi-noire et noire, les constituants phénoliques augmente avec le degré de maturité jusqu'au stade semi-noire (semi-mur). Au delà, on assiste à une inversion de ce phénomène (Chimi, 2001).

La maturation du fruit intervient au moment où le fruit s'enrichit en huile. Cette période dépend de la variété et des conditions climatiques locales. C'est au cours de cette période que le fruit acquiert ses qualité diététiques et organoleptiques .C'est la période la plus favorable à la récolte, au-delà de cette période optimale, les fruits perdent du poids optimale, et les phénomènes d'oxydation altérant les qualités de l'huile (Tlantikite, 1988).

I.5.Composition chimique du fruit:

La composition chimique de l'olive est fonction de plusieurs paramètres dont la variété, le climat et les conditions culturales. Les vitamines A, B1, B2, PP et E sont synthétisés durant la période de maturation du fruit (Tlantikite, 1988).

Le tableau 1, illustre la composition du fruit en fonction des parties anatomique.

Tableau 01 : Composition du fruit Maillard, (1975).

Constituants %	Eau	Lipide	Protides	Glucides	Cendre
Pulpe : l'épicarpe+mésocarpe	24.2	56.4	6.8	9.9	2.66
Coque du noyau (endocarpe)	4.2	5.25	15.6	70.3	4.16
Amande	6.2	12.26	13.6	65.6	-

Les différents constituants de la pulpe sont les suivantes : L'eau, substances graisse, sucre simple, polysaccharides, les pectines, les protéines, les acides organiques, les tannins, l'oleuropéines, les substances colorantes et les substances minérales (Boudiaf,1988).

I.6. La multiplication d'olivier :

Pour conserver les caractéristiques de l'olivier et de l'huile, l'olivier multiplié par voie végétative, deux techniques de la reproduction sont en vigueur (Besnard et al, 2001 ; Medori, 2005):

- **Le bouturage :** on met en terre un fragment d'olivier qui prend racine, émet des rejets et donne ultérieurement un arbre complet. Le plus souvent, on se sert de rameaux ligneux. Le bouturage par souchet ou souquet se pratique pour les variétés franches de pied ; on prélève et transplante une protubérance d'un vieil olivier.
- **Le greffage :** on prélève un segment d'olivier cultivé (le greffon) qui est inséré et nourri par un autre plant (le porte greffe ou sujet). Le greffage des oliviers sauvages est une technique traditionnelle qui offre l'avantage d'une mise fruits relativement rapide.

I.7. Les exigences agro-écologiques :

I.7.1 Les températures : L'olivier résiste jusqu'à -8°C à -10°C en repos végétatif hivernal. Mais entre 0°C à 1°C , les dégâts peuvent être très importants sur la floraison. A $35-38^{\circ}\text{C}$ la croissance végétative s'arrête et à 40°C et plus, des brûlures endommagent l'appareil foliacé et peuvent faire chuter les fruits, surtout si l'irrigation est insuffisante (walali et al., 2003).

I.7.2. La pluviométrie et le vent: Avec 600mm de pluie bien répartie, l'olivier végète et produit normalement. Entre 450 et 600 mm, la productivité est possible à condition que les capacités de rétention en eau du sol soient suffisantes (sol profond argilo-limoneux. Avec une pluviométrie à 200 mm, l'oléiculture est économiquement non rentable (walali et al., 2003).

Les pluies d'hiver et de printemps assurent un pourcentage élevé de nouaison et une bonne tenue des fruits après la fécondation (walali et al., 2003).

Les vents chauds au cours de la floraison, les brouillards et les fortes hygrométries, les grêles et les gelées printanières sont autant de facteurs défavorables à la fructification (walali et al., 2003).

I.7.3. La lumière et le sol : L'insolation est considérée dans le choix de l'orientation des arbres et la densité de plantation. Le sol doit être profond, perméable, bien équilibré en éléments fins (50% d'argile + limons) et en éléments grossiers (50% sable moyens et grossiers) (walali et al., 2003).

I.8. Description et caractéristiques des quelques variétés d'olivier existant en Algérie :

L'olivier présente un nombre considérable de variétés, il a développé une plate-forme variétale caractéristique pour chaque aire de culture qui représente une source importante de variabilité génétique environ 350 variétés connus (Khennouf, 2001).

En général, les variétés algériennes sont des plus souple et s'adaptent mieux en donnant des productions convenables en quantité et en qualité (Khennouf, 2001). Nous citons ci-dessous quelques unes des variétés les plus connues en Algérie d'après (Mendil et Sebai, 2006) :

I.8.1. La variété *Chemlal* : Synonymes : Achamlal- Achamli-Achemlal. Variété cultivée uniquement en Algérie et surtout en Kabylie (occupe 40% de verger oléicole algérien). Cette variété donne un arbre robuste rustique donnant des fruits de faibles dimensions mais très riche en huile. L'arbre très fructifère est sensible à l'irrigation et il peut vivre des centaines d'années (500 ans). Au sein de cette variété on distingue différents cultivars plus ou moins différenciés entre eux, tous destinés à l'huile.

La photo 01 et le tableau 02 illustrent les caractères morphologiques de la variété *Chemlal* (Mendil et Sebai, 2002).

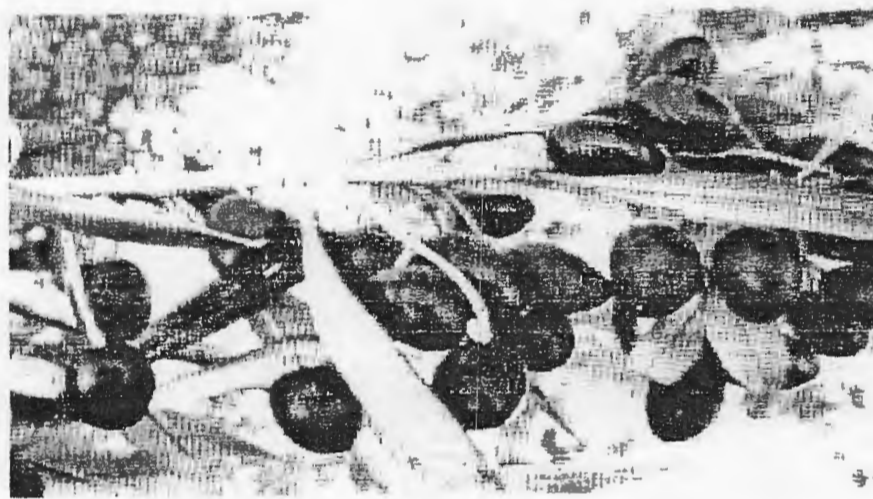





Photo 01 : Les caractères morphologiques de la variété *Chemlal*.

Tableau 02 : les caractères morphologiques de la variété *Chemlal* (Mendil et Schai, 2002).

Les caractères morphologiques		Les photos
Arbre		
Vigueur :	forte	
Port :	dressé	
Densité du feuillage :	moyenne	
Longueur des entre-nœuds :	moyens	
Feuille		
Forme :	elliptique lancéolée	
Longueur :	moyenne	
Largeur :	moyenne	
Courbure longitudinale du limbe :	plan	
Inflorescence		
Longueur :	moyenne	
Nombre de fleurs :	moyen	
Fruit		
Poids :	Faible	
Forme :	Ovoïde	
Symétrie :	légèrement asymétrique	
Position du diamètre transversal maximal :	centrale	
Sommet :	arrondi	
Base :	arrondi	
Mamelon :	absent	
Présence lenticelles :	nombreuses	
Dimension lenticelle :	petites	
Début de la véraison :	à partir du sommet	
Couleur en pleine maturation :	noire	
Endocarpe		
Poids :	moyen	
Forme :	elliptique	
Symétrie : A	légèrement asymétrique	
Symétrie : B	symétrique	
Position du diamètre max :	centrale	
Sommet :	arrondi	
Base :	arrondi	
Surface :	lisse	
Nombre de sillons fibrovasculaires :	moyen	

1.8.2. La variété *Hamra* : Synonymes : Rougette ou roussette. Variété originaire de Jijel, résistante au froid et à la sécheresse, elle est caractérisée par une floraison précoce et d'une intensité moyenne. C'est une variété à petits fruits (0,85 cm), globuleux avec un rendement en huile de 18 à 22%.

La photo 02 et le tableau 03 illustrent les caractères morphologiques de la variété *Hamra* (Mendil et Sebai, 2002).



Photo 02 : Les caractères morphologiques de la variété *Hamra*.

Tableau 03 : Les caractères morphologiques de la variété *Hamra* (Mendil et Sebai, 2002).

Les caractères morphologiques	Les photos
Arbre	
Vigueur :	forte
Port :	dressé
Densité du feuillage :	moyenne
Longueur des entre-nœuds :	moyens
Feuille	
Forme :	elliptique lancéolée
Longueur :	moyenne
Largeur :	moyenne
Courbure longitudinale du limbe :	plan
Inflorescence	
Longueur :	moyenne
Nombre de fleurs :	moyen
Fruit	
Poids :	Faible
Forme :	Ovoïde
Symétrie :	léger asymétrique
Position du diamètre transversal maximal :	centrale
Sommet :	arrondie
Base :	arrondie
Mamelon :	absent
Présence lenticelles :	nombreuses
Dimension lenticelle :	petites
Début de la véraison :	à partir du somme
Couleur en pleine maturation :	noire
Endocarpe	
Poids :	moyen
Forme :	elliptique
Symétrie : A	léger asymétrique
Symétrie : B	symétrique
Position du diamètre max :	centrale
Sommet :	arrondi
Base :	arrondie
Surface :	lisse
Nombre de sillons fibrovasculaires :	moyen

I.8.3. La variété *Sigoise* : Synonyme : olive de Tlemcen, olive du tell. Cette olive dite "olive du pays", est la plus répandue dans l'Ouest algérien (Mascara), elle procure la presque totalité de l'olive de conserve (80%). L'arbre prend un développement assez important et nécessite de large écartement. Il est vigoureux et résistant à la sécheresse, s'adapte bien à différentes conditions de milieu et répond facilement aux soins culturaux. Sa teneur en huile est de 18 à 22 %.

La photo 03 et le tableau 04 illustrent les caractères morphologiques de la variété *Sigoise* (Mendil et Sebai, 2002).

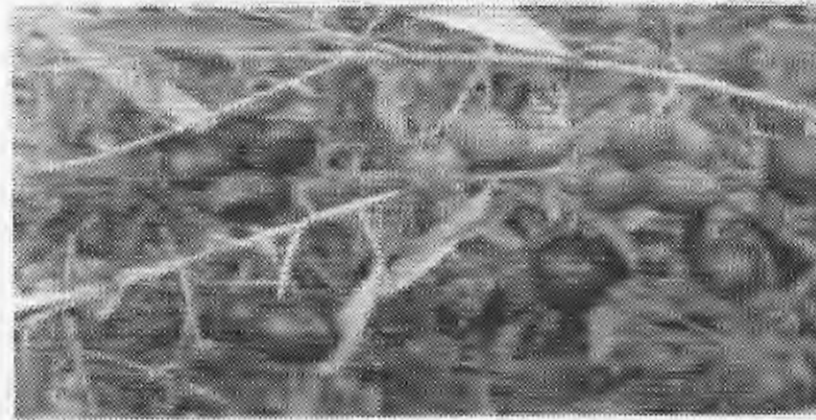
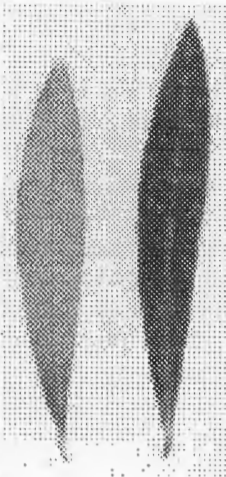
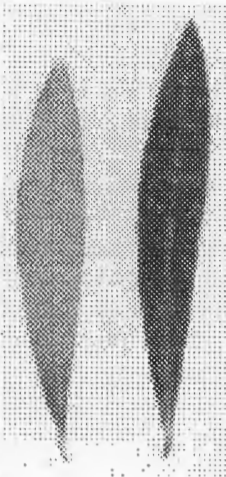
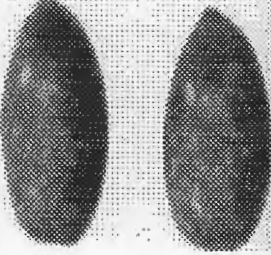




Photo 03 : Les caractères morphologiques de la variété *Sigoise*

Tableau 04 : Les caractères morphologiques de la variété *Sigoise* (Mendil et Sebai, 2002).

Les caractères morphologiques		Les photos
Arbre		
vigueur :	moyenne	
Port :	dressé	
Densité du feuillage :	moyenne	
Longueur des entre-nœuds :	moyen	
Feuille		
Forme :	elliptique lancéolée	
Longueur :	longue	
Largeur :	moyenne	
Courbure longitudinale du limbe :	plan	
Inflorescence		
Longueur :	moyenne	
Nombre de fleurs :	faible	
Fruit		
Poids :	faible	
Forme :	ovoïde	
Symétrie :	léger asymétrique	
Position du diamètre transversal maximal :	centrale	
Sommet :	pointu	
Base :	tronquée	
Mamelon :	absent	
Présence lenticelles :	nombreuses	
Dimension lenticelle :	petits	
Début de la véraison :	uniformément	
Couleur en pleine maturation :	noire	
Endocarpe		
Poids :	moyen	
Forme :	elliptique	
Symétrie : A	asymétrique	
Symétrie : B	symétrique	
Position du diamètre max :	centrale	
Sommet :	pointu	
Base :	arrondie	
Surface :	lisse	
Nombre de sillons fibrovasculaires :	moyen	

Chapitre II

II : L'Huile d'olive vierge

II.1. Définitions:

Codex, (2003) donne les différentes dénominations et la classification de l'huile d'olive.

II.1.1. L'huile d'olive : C'est de l'huile obtenue à partir du fruit de l'olivier (*Olea europaea*) à l'exclusion des huiles obtenues en utilisant des solvants ou des processus de réestérification et tout mélange contenant des huiles d'autres sortes

II.1.2. Huile d'olive vierge : C'est de l'huile obtenue à partir du fruit de l'olivier uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions, thermiques notamment, décantation, la centrifugation et la filtration, à l'exclusion des huiles obtenues par solvant ou par procédés de réestérification, et de tout mélange avec des huiles d'autre nature

II.2. Classement des huiles d'olive vierge :

On distingue quatre dénominations différentes qui se différencient notamment par leur acidité et par leur caractéristique organoleptique :

II.2.1. Huile d'olive vierge extra : C'est l'huile d'olive vierge de goût parfaitement irréprochable, dont l'acidité exprimée en acide oléique est au maximum de 1 gramme pour 100 grammes.

a. **Huile d'olive vierge fine :** C'est l'huile d'olive vierge remplissant les conditions de l'huile d'olive vierge extra, sauf en ce qui concerne l'acidité exprimée en acide oléique, qui doit être au maximum de 1,5 gramme pour 100 grammes.

b. **Huile d'olive vierge semi-finie :** (ou encore huile d'olive vierge courante) : C'est l'huile d'olive vierge de bon goût, dont l'acidité exprimée en acide oléique doit être, au maximum de 3 grammes pour 100 grammes avec un marge de tolérance de 10 % de l'acidité exprimée.

II.2.2. Huile d'olive vierge non propre à la consommation en l'état :

Dénommée huile d'olive lampant, c'est l'huile d'olive vierge de goût defectueux ou dont l'acidité exprimée en l'acide oléique est supérieure à 3,3 grammes pour 100 grammes.

II.3. Composition biochimique de l'huile d'olive :

A l'égard de toutes les huiles végétales, l'huile d'olive est composée d'une fraction saponifiable (les triglycérides) et d'une fraction insaponifiables (les composants mineurs) (Bouderba, 2004).

II.3.1. La composition saponifiable : La composition glycéridique est formée en moyenne de 17,1% d'acide gras saturés, 65,04 % de monoinsaturés et 13,4% de

polyinsaturés .Il s'agit d'une huile pure insaturée, avec des acides gras majoritairement à chaîne octadécanoïque (C18).

La composition en acide gras est remarquable par sa richesse en acide oléique et un moindre part en acide linoléique , donc les trois principaux triacylglycérols de l'huile d'olive sont OOO(oléique, oléique, oléique) , LOO(linoléique, oléique, oléique) et OOP(oléique,oléique,palmitique) (El murr, 2005).

La composition en acide gras de l'huile d'olive déterminée par la CPG et fixé par le COI, (2003) est représentée dans le tableau.

Tableau 05 : Composition biochimique de l'huile d'olive.

Acide gras	% (m/m) d'esters méthylique	Dénomination Chimique
Acide Myristique (C14 :0)	≤0.05	Tétradécanoïque
Acide Palmitique (C16 :0)	7.5-20	Hexadécanoïque
Acide Palmitoléique (C16 :1)	0.3-3.5	cis-9hexadécénoïque
Acide Heptadécanoïque (C17 :0)	≤0.3	Heptadécanoïque
Acide Heptadécénoïque (C17 :1)	≤0.3	Heptadécénoïque
Acide Stéarique (C18 :0)	0.5-5	Octadécanoïque
Acide Oléique (C18 :1)	55-83	9-octadécénoïque
Acide Linoléique (C18 :2)	3.5-21	9,12 octadécadiénoïque
Acide Linolénique (C18 :3)	≤0.9	6,9,12-octadécatriénoïque
Acide Arachidique (C20 :0)	≤0.6	Eicosanoïque
Acide Gadoléique (C20 :1)	≤0.4	11-eicosénoïque
Acide Béhénique (C22 :0)	≤0.2	Docosanoïque
Acide Lingnocérique (C24 :0)	≤0.2	Tétracosanoïque

La composition en acide gras de l'huile d'olive connaît d'important fluctuation selon la variété, le sol, le climat, la latitude, et le degré de maturité des olives (EL murr, 2005).

II.3.2. La fraction insaponifiable : La teneur en insaponifiable et les natures et teneur en ses composants ont également été très étudiées et discutées .Cela s'explique en raison de leur importance au plan de l'authenticité de l'huile vierge et des caractères sensoriels de cette dernière (Karleskind, 1992).

L'insaponifiable de l'huile d'olive comprend de nombreux composés mineurs à fonctions diverses : hydrocarbures, aldéhydes, cétones, esters, etc. Ces composés jouent un grand rôle dans l'arome de l'huile vierge et contribuent, au plan analytique, à l'établissement d'un diagnostic de pureté ou qualité (Karleskind, 1992).

Parmi cette fraction, on peut citer :

II.3.2.1. Les hydrocarbures : L'insaponifiable de l'huile d'olive comprend une fraction importante d'hydrocarbures, celle-ci est variable selon les variétés, les régions et le climat, le plus important est le squalène (0.15-0.8% de l'huile) (Talantikite, 1988).

II.3.2.2. Les stérols : Parmi les composés triterpéniques, le cycloarténol est prépondérant. Divers auteurs, signalent trois principaux stérols (le β -sitostérol, le compestérol et stigmastérol) dans l'huile d'olive (Talantikite, 1988).

II.3.2.3. Les tocophérols : Les tocophérols revêtent une grande importance dans la chimie des graisses, principalement pour le rôle qu'ils jouent au niveau des propriétés nutritionnelles de ces produits (Talantikite, 1988), sont du protecteur des huiles contre le rancissement. C'est la raison pour laquelle les huiles végétales sont beaucoup plus stable (Vasquez Roncero, 1982).

II.3.2.4. Les composés phénoliques : L'huile d'olive (vierge ou extra vierge) contient une quantité importante de composés phénoliques, dont les principaux sont l'hydroxytyrosol et l'oleuropéine (Visioli *et al.*, 2002).

Les polyphénols se localisent dans la pulpe d'olive, dans laquelle ils identifient : les polyphénols solubles dans l'eau passent en grande partie dans la margine, et très faiblement dans l'huile. Les polyphénols de la pulpe ainsi hydrolysés donnent lieu à des orthophénols que l'on retrouve dans les huiles et les margines (Talantikite, 1988).

II.3.2.5. Les pigments colorés : L'huile d'olive vierge contient deux types de pigments : les caroténoïdes et le chlorophylles (Fakourlis, 1987).

Le bêta carotène ou provitamine A, possède une action vitaminique et exercerait une action anti-oxydante. Sa teneur est variable selon les régions de culture de 0.3 à 3.7 mg/Kg (Viola et Audisio, 1987). Les chlorophylles ou phéophytines sont essentiellement responsables de la couleur caractéristique de huile d'olive (Karleskind *et al.*, 1992).

II.3.2.6. Les composés aromatiques : Ils sont représentés par de nombreux composés pour partie non identifiés, mais qui dans leur ensemble contribuent à créer les caractères organoleptiques singulier qui confèrent à l'huile d'olive une place de choix (Bouderba, 2004).

II.4. Technologie de fabrication de l'huile d'olive :

La méthode d'extraction idéale est celle qui donne le rendement en huile le plus élevé, sans altérer ni la qualité ni la composition naturelle de l'huile. Elle consiste à utiliser seulement des méthodes mécaniques en évitant l'utilisation des produits

chimiques et de réaction enzymatique qui pourrait changer sa composition naturelle (El murr, 2005).

II.4.1. La récolte : Dès le mois d'octobre, la récolte commençait dans les quartiers les plus chauds pour s'achever en mai- juin, dans la zone limite de culture de l'arbre (Trivelly, 1982).

Les techniques de récolte peuvent varier suivant le relief et les conditions culturelles (Talentikite, 1988) :

- La première technique consiste à cueillir les olives à la main sur l'arbre.
- La seconde technique est le gaulage qui consiste à faire tomber le fruit de l'arbre au sol pour ensuite le récolter sur des filets. Le gaulage s'effectue toujours de l'intérieur vers l'extérieur pour éviter d'abimer l'arbre.
- La troisième technique consiste à attendre que les olives tombent d'elles-mêmes au sol. Cette méthode n'est très employée de nos jours dans un souci de meilleure qualité de l'huile qui sera éventuellement produite.

Il existe aussi la récolte mécanique. Des machines décrochent les olives de l'arbre sans l'abimer et les fruits sont ensuite recueillis au sol. La machine fait donc vibrer l'arbre pour en faire tomber les olives solidement attachées (Verdié, 1990).

II.4.2. Triage : Quel que soit le système de récolte traditionnel ou moderne, il existe toujours un pourcentage, plus au moins grand d'impuretés (feuilles, brindilles, cailloux, terre). Il est donc nécessaire d'éliminer ces impuretés, que ce soit à l'aide de machine, tamis ou tout simplement à la main (Loussert et Brousse, 1977).

II.4.3. Stockage : Après la récolte des olives, elles sont ensuite stockées. La durée de stockage peut varier de quelques heures de quelques jours (Verdié, 1990). En fait, le stockage inadéquat porte atteinte à la qualité de l'huile d'olive, cette dernière subit fondamentalement deux types d'altérations ; l'hydrolyse des triglycérides de l'huile et un rancissement par oxydation (Chimi, 2001).

II.4.4. Procèdes technologique d'extraction de l'huile d'olive :

II.4.4.1. L'effeuillage : C'est est une opération nécessaire pour éviter une coloration trop verdâtre de l'huile, se traduisant par un excès d'amertume et par moindre aptitude à la conservation de l'huile. A défaut de disposer d'un système mécanique, cette opération peut être effectuée manuellement (Chimi, 2006).

II.4.4.2. Lavage : Il permet d'éliminer les diverses impuretés (feuilles, brindilles, terre, pierres et certaines éléments métallique) qui contribuent à l'augmentation de l'acidité des huiles, à la dépréciation des qualités organoleptiques et à la conservation réduite de l'huile d'olive étant donné que certaines traces

métallique dans les terres sont des catalyseurs de l'oxydation de l'huile (Talantikite, 1988 ; Chimi, 2006). Il empêche par conséquent l'altération de l'huile et l'usure de l'équipement (El murr, 2005).

II.4.4.3. Broyage : Les olives sont soumises sans chauffage ni cuisson à un broyage poussé afin d'éclater la drupe pulpeuse, de permettre le concassage du noyau et l'écrasement de l'amande, et de libérer les gouttelettes d'huile contenues dans les cellules (El murr, 2005 ; Talantikite, 1988).

Le broyage en industrie se fait à l'aide d'un broyeur métallique (à marteau, disques dentés ou cylindre strié) et aboutit à la formation d'une pâte. Pour faciliter l'extraction de l'huile, (Benyahi et Zein, 2003). Dans les unités traditionnelles, le processus d'extraction de l'huile consiste en un broyage des olives par des meules, une mise de la pâte produite sur des scourtins puis une extraction de l'huile (Chimi, 2001).

II.4.4.4. Malaxage : Il est réalisé dans des malaxeurs à doubles parois avec circulation d'eau qui permet de maintenir la pâte à une température convenable. Cette étape est essentielle car elle favorise non seulement la séparation des phases solide et liquide, mais aussi celle des émulsions (El mur, 2005) ; il assure à la pâte l'onctuosité nécessaire à une bonne répartition sous la presse et à un pressurage homogène et régulier. En fin de malaxage, la pâte doit être homogène, sans aucun morceau de pulpe (Argenson *et al.*, 1999).

II.4.4.5. 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^{ème} type, la percolation (Barnouin et Laurent, 2000).

a. Extraction par pression : la pression est le procédé d'extraction de l'huile le plus ancien. La pâte est répartie en couche sur des scourtins, des disques sont empilés les uns sur les autres pour être ensuite pressés. On obtient deux phases : une liquide, l'huile et l'eau de végétation (marginale), et une solide les grignons (pulpe et noyaux) qui restent entre les scourtins (Benyahi et Zein, 2003).

Il existe trois classes des unités par pression : unité traditionnelle, unité semi-moderne et unité super- presse. La durée totale de l'opération de pressage réalisée en une seule fois, varie entre 45 à 60 mn. Les scourtins doivent être lavés à raison d'une fois par semaine, pour éviter d'augmenter l'acidité de l'huile ou de lui conférer un défaut organoleptique (Chimi, 2006).

b. Extraction 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. Ce système nécessite l'addition d'une grande quantité d'eau (El murr, 2005).

-Le système à deux phases : Il permet l'extraction de l'huile d'olive en ajoutant de l'eau de végétation recyclée, riche en polyphénols (El murr, 2005).

c. La percolation : C'est un système d'extraction à froid et goutte à goutte, est basé sur la différence de tension interfaciales entre l'huile et les margines par rapport à des milliers de lamelles en acier inoxydable, pénètrent et ressortent de la pâte d'olive, tout en extrayant l'huile (El mur, 2005 ; Giovacchino, 1991).

II.4.4.6. Conditionnement et stockage des huiles d'olives :

Les huiles d'olive doivent faire l'objet de conditionnement dans des récipients conformes aux principes généraux d'hygiène alimentaire recommandés par la commission du Codex Alimentarius. Les récipients utilisés doivent être toute fois en bon état, étanches et inertes à l'égard de la lumière (Ouaouich et Chimi, 2007).

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 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)

Le local servant au stockage de l'huile doit être exempt d'odeurs étrangères et protégées contre la lumière solaire. Le conditionnement de l'huile doit être réalisé dans (Ouaouich et Chimi, 2007):

- Des citernes, containers, cuve permettant le transport en vrac.
- Des fûts métalliques en bon état, dont les parois intérieures devraient être recouvertes d'un vernis adéquate bidon et des boites métalliques recouvertes.

Chapitre III

III- La qualité de l'huile d'olive

III.1. Critères d'évaluation de la qualité de l'huile d'olive :

Le terme "qualité" englobe de nombreuses caractéristiques chimiques, physiques et organoleptiques qui peuvent être mesurées par des méthodes d'analyse tout à fait objectives (Chimi, 2006). La qualité de l'huile d'olive vierge est intimement liée à sa composition chimique et aux valeurs nutritionnelle, biologique et organoleptique de l'huile (Ouaouich et Chimi, 2007; Chimi, 2006).

Parmi les critères de qualité on trouve : l'acidité libre, l'indice de peroxyde, l'absorbance dans l'UV à 270 nm. L'autre série de critères de qualité concerne les caractères organoleptiques : odeur, saveur, couleur et aspect (Uzzan, 1992).

III.1.1. Critères physico-chimiques de l'huile d'olive :

III.1.1.1. Acidité libre : L'acidité, un des principaux critères de qualité de l'huile d'olive, est le résultat de l'hydrolyse de l'huile. Provoquée par l'action des enzymes libérées lors de la maturation du fruit, elle augmente considérablement sous l'action bactérienne et fongique (Michelakis, 1990).

D'après Pinatel *et al.* (2004) l'acidité est apparue comme un moyen simple et fiable d'évaluer la qualité objectivement.

III.1.1.2. Indice de peroxyde : En raison de l'importance de l'oxydation des huiles sur le plan sensoriel et nutritionnel, l'indice du peroxyde a été analysé (Deiana *et al.*, 2002). Sa détermination est un moyen utilisable pour prévoir la détérioration ultérieure des qualités organoleptique de l'huile ainsi que son comportement futur lors d'un stockage à température peu élevée. Néanmoins, toute augmentation de l'indice du peroxyde reflète une altération de l'huile (Perrin, 1992).

III.1.1.3. Détermination de l'extinction spécifique : La détermination de l'absorbance à 270 nm permet de déceler la présence des produits secondaires d'autoxydation (triène conjugués) dans les corps gras. Cette détermination découle de la norme A.F.N.O.R (NF-T60-233) (Perrin, 1992).

III.1.2. Evaluation organoleptiques de l'huile d'olive vierge :

La valeur intrinsèque des matières n'est que l'un des éléments de la qualité du produit. On s'aperçoit que l'analyse sensorielle doit compléter les déterminations analytiques rendues possible au fur et à mesure du développement de l'analyse chimique ou physique et qu'elle demeure un élément prépondérant (Ouaouich et Chimi, 2007).

L'évaluation organoleptique de l'huile d'olive vierge est fonction des attributs positifs et négatifs. Le classement des huiles d'olive vierges en fonction de ces

attributs est déterminé par un jury de dégustateurs sélectionnés et entraînés (Ouaouich et Chimi, 2007).

a. Les attributs positifs : On cite :

- **Goût 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.
- **Goût Amer** : Goût caractéristique de l'huile obtenue d'olive vertes ou au stade de la véraison.
- **Goût Piquant** : Sensation tactile de picotement, caractéristique des huiles produites au début de la campagne à partir des olives (Ouaouich et Chimi, 2007).

b. Les attributs négatifs : On cite :

- **Flaveur Chômée** : Flaveur caractéristique de l'huile extraite d'olives entassées dans un état avancé de fermentation anaérobie.
- **Flaveur 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.
- **Flaveur Lies** : Flaveur caractéristique de l'huile restée en contact avec les «boues» de décantation dans les lipides et les caves.
- **Flaveur Vineux- vinaigre** : 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).

c. Autres attributs négatifs : D'autres attributs négatifs peuvent exister telle que le cuit ou brûlé, margines, saumure, terre (Ouaouich et Chimi, 2007).

III.2. Altération de l'huile d'olive :

Sur le plan nutritionnel, une altération poussée des huiles d'olive se traduit par des pertes qualitatives, particulièrement en acide gras essentiel (acide linoléique), en provitamine E (alpha-tocophérol) et en carotène, et des modifications de la valeur organoleptique de l'huile (Chimi, 2001).

Aussi, les huiles d'olive doivent être exemptes de contaminants toxiques, essentiellement les produits d'oxydation, les mycotoxines, les résidus de pesticides et les résidus métalliques (Chimi, 2001).

III.2.1. Altération biologique : L'action nuisible des insectes ravageurs peut intervenir de différentes façons, à savoir, destruction ou détérioration des plants au plan quantitatif et qualitatif. Les principaux dommages causés aux variétés à huile sont les suivants (Michelakis, 1990 ; Loussert et brousse, 1978):

- Perte de récolte par la chute des fruits ;

- Diminution du rendement en huile ;
- Détérioration de la qualité de l'huile par augmentation de son acidité (phénomène d'oxydo-réduction accrus au sein de la pulpe à moitié dévorée).

Les champignons tel que *G.leosnorus olivarum* induisent les mêmes effets (Michelakis, 1990).

III.2.2. Altération chimique : Les huiles et graisses ne sont pas insensibles aux influences extérieures (lumière, température, oxygène, eau et enzymes). Les structures insaturées et les liaisons ester des glycérides sont les plus sensible. On distingue, selon le mode et la position, l'oxydation et l'hydrolyse (El murr, 2005).

III.2.2.1. Acidification : C'est l'hydrolyse d'une ou des trois liaisons esters des triglycérides, elle se caractérise par la formation d'une teneur élevée en acides gras préjudiciable à la qualité de l'huile (Chimi, 2001). Elle est due à l'action des lipases, de l'humidité et de la chaleur (Loussert et Brousse, 1978).

III.2.2.2. Oxydation ou rancissement : Le rancissement par oxydation résulte de l'action de l'oxygène atmosphérique sur les glycérides, ou acides gras (Loussert et Brousse., 1978 ; Argenson., 1999). Il synthétise des produits de décomposition à odeur désagréable typique de « rance » (Argenson et al., 1999).

Les huiles d'olives vierges subissent une oxydation pendant leur stockage, résultant de l'auto-oxydation et de la photo-oxydation.

- a. Auto-oxydation :** L'auto-oxydation dépend de plusieurs facteurs qui sont, entre autres, le degré d'insaturation de l'huile, les acides gras libres, la présence de traces métalliques et d'eau, l'emballage utilisé, la température ambiante, l'oxygène de l'atmosphère et l'exposition à la lumière du jour pour les emballages transparent (Fuhrer et al., 2005).

Les produits primaires de l'autoxydation sont des hydroperoxydes qui se transforment ultérieurement en aldéhydes, cétones et acides. Ces produits de scission sont effectivement des indicateurs d'altération (Fuhrer et al., 2005).

- b. Photo-oxydation :** La photo-oxydation est affectée par la qualité totale de pigments chlorophylliens et d'antioxydant naturels (bêta-carotène, tocophérol, phénols) contenus dans l'huile d'olive (BenTakaya et Hssouma., 2005).

L'oxydation a des conséquences sur la qualité alimentaires :

- ✓ **Qualités nutritionnelles :** Perte en acides gras libres et insaturés. Il y a également des pertes en vitamines et en protéines (Cossut et al., 2002).

- ✓ **Qualités hygiéniques :** Pas de problème bactériologique, mais en terme de qualité chimique, il a formation de composés secondaires (Cossut et al., 2002) dont certains ont été prouvés nuisible à la santé (aldéhydes, cétones, acides, radicaux libres, hydroperoxydes)(Chimi,2001).
- ✓ **Qualités organoleptiques :** Apparition de saveurs rances dues aux acides et aux cétones, ainsi qu'aux aldéhydes (Cossut et al., 2002).

III.3. Les facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive :

La qualité de l'huile d'olive est influencée par plusieurs facteurs climatiques, géographiques, pédologiques et génétique ; ainsi que par le mode d'extraction, les pratiques culturales et les conditions de stockage (El murr, 2005).

Cette qualité dépend en premier lieu des olives dont elle provient et par la suite des différentes étapes qui s'étendent de la production à la cueillette des olives et de la fabrication à la conservation de l'huile (El murr, 2005).

III.3.1. Facteurs climatiques : Le climat a une influence importante sur la maturité, donc sur la composition chimique de l'huile d'olive. Les fortes gelées peuvent affecter sensiblement les indices analytiques de qualité notamment l'indice de peroxyde et l'absorbance dans l'ultra violet (El murr, 2005).

Des automnes humides et chauds peuvent favoriser le développement des ravageurs qui nuisent à la qualité des olives. L'huile obtenue dans ce cas a une acidité élevée. Des travaux de recherche réalisés par Apricio ont prouvé que les structures cycliques de l'huile d'olive sont affectées par le climat (Gutierrez et al, 1991).

La lumière et la température affectent la concentration en acide gras de l'huile d'olive. La composition en acides gras insaturés et principalement en acide linoléique augmente avec la diminution de la température (El murr, 2005).

III.3.2. Facteurs géographiques : Les olives cultivées dans différentes zones géographiques présentent des caractéristiques différentes. La qualité de l'huile d'olive est affectée par l'altitude Cette dernière affecte la composition de l'huile d'olive en acides gras, principalement l'acide oléique. Les cultivées à haute altitude donnent des huiles riches en acide gras monoinsaturés, bien que les olives cultivées à faible altitude donnent des huiles riches en acides gras saturés donc plus stable. De même elle présente un effet sur l'acidité, l'indice d'iode et la teneur en polyphénols (El murr, 2005).

III.3.3. Facteurs pédologiques : L'influence du sol sur la qualité de l'huile d'olive est un phénomène assez complexe. Plusieurs facteurs tels que la nature du sol, le pH et la composition chimique se mettent en jeu et peuvent influencer la qualité d'une huile (El murr, 2005).

En général, les terres grasses produisent comparativement des huiles moins aromatiques que les terres maigres avec des arbres moins productifs. De plus, les huiles provenant des sols calcaires ont une acidité plus basse que celles des sols argileux (El murr, 2005).

III.3.4. Facteurs variétaux : L'incidence des différentes variétés cultivées au sein d'un même « habitat » sur les constituants chimiques naturels responsable des caractéristiques organoleptiques nutritionnelles de l'huile se trouve être important uniquement sur le plan quantitatif. Lors d'un choix de variété à utiliser, l'agriculteur détermine dans une certaine mesure la qualité future de sa production. Ce sont les caractères génétiques qui influent la qualité de l'huile (Cavusoglu et Otkar, 1994).

Des fruits appartenant à des variétés différentes ont donné des huiles dont la composition, au point de vue chimique, était qualitativement identique mais quantitativement différenciée (Cavusoglu et Otkar, 1994).

III.3.5. Influence de l'état de la matière première : La qualité de l'huile d'olive, c'est d'abord celle de la matière première. Il importe par conséquent de préserver cette qualité jusqu'au moulin. Si elles n'ont pas commencé leur véraison, les olives donnent une huile trop piquant et trop amère (Argenson et al., 1999).

Le degré de maturité des olives au moment de la trituration, affecte aussi bien la qualité que le rendement d'extraction des huiles qui en sont produites, comme suit (Ouaouich et Chimi, 2007):

- Au stade de maturité précoce (stade vert), les olives sont peu riches en huile et donnent un produit fini très susceptible à l'oxydation de par sa teneur exceptionnellement élevée en pigments chlorophylliens, favorisant l'oxydation en présence de lumière.
- L'huile issue d'olives vertes est également moins riche en composés phénoliques doués de propriétés antioxydants tels que l'hydroxytyrosol et l'acide caféique.
- A maturité complète (stade noir), il y'a une influence négative sur le taux des composés mineurs responsable des attributs sensoriels de l'oxydation (polyphénols).

En effet, les olives abîmées ou blessées peuvent subir une oxydation avancée en présence de l'air comme elles peuvent être infectées par les micro-organismes, ce qui réduit la qualité de l'huile produite. En plus, les huiles produites à partir d'olives fermentées sont caractérisées par le défaut « chômé » alors que les huiles en provenance d'olives qui ont chômé pendant plusieurs jours à une humidité élevée, se caractérisent par le défaut " moisi-humide " (Chimi, 2001).

III.3.6. Influence de la technologie d'extraction : Les procédés d'extraction connus peuvent altérer la qualité de l'huile d'olive en affectant sa stabilité durant la conservation. Deux systèmes d'extraction sont utilisés : le système traditionnel ou procédés discontinu et les systèmes modernes ou continus (El murr, 2005).

Les huiles d'olives extraites traditionnellement présentent des stabilités faibles correspondant respectivement à un taux relativement élevé de polyphénols dégradés; alors que l'extraction de l'huile d'olive dans les unités équipées de centrifugation à deux phases (huile et grignon) n'altère pas la qualité de l'huile produite. L'huile ainsi extraite se trouve riche en substances naturelles de conservation, ceci se traduit par une bonne conservation de l'huile d'olive produite et par conséquent une meilleure qualité (Chimi, 2005).

Les opérations de broyage et de pressage de la pâte des olives, conduites en pleine air, peuvent entraîner l'altération des huiles de cette pâte qui est exposée à l'air libre durant environ une heure, parfois plus (Chimi, 2006).

La qualité de l'huile peut être également influencée, lors de la séparation, par le temps de séjour dans les bacs de décantation et la qualité de l'eau ajoutée. Ainsi, les huiles restantes assez longtemps en contact avec les margines s'appauvrissent en polyphénols et leur résistance à l'oxydation diminue, par conséquent leur valeur nutritive s'affaiblit (Chimi, 2001).

III.3.7. Stockage et conservation de l'huile : Le stockage constitue dans la majorité des cas la principale cause de la détérioration de la qualité de l'huile extraite (Ouaouich et Chimi., 2007).

Au cours de stockage, l'huile subit des altérations oxydatives (formation des peroxydes) et hydrolytiques (formation des acides libres), ce qui modifie sa qualité organoleptique et nutritionnelle (Kochlar, 2000).

L'emballage en plastique favorise l'oxydation primaire, en raison probablement de sa perméabilité à l'oxygène de l'air (Ben Takaya et Hssouma, 2005). De même l'emballage en fer peuvent contaminer les huiles en agissant comme catalyseur de l'oxydation, contribuant ainsi à l'accélération du rancissement (Loussert et Brousse, 1978). Par contre, Le verre est le plus inerte chimiquement (Ben Takaya et Hssouma, 2005).

*Etude
expérimentale*

Matériel
et
Méthodes

II. Matériel et Méthodes

II.1. Matériel

II.1.1.1. Huile d'olive :

Les variétés de l'huile d'olive retenue pour l'expérimentation sont: Chemlal, Hamra, Sigoise, Oléastre et Oléastre greffé :

- **Huile de variété Chemlal** : provient de la région de Jijel, fabriquée traditionnellement
- **Huile de variété Hamra** : provient de la région de Jijel, fabriquée par le système de centrifugation à trois phases.
- **Huile de variété Sigoise** : provient de la région de Jijel, fabriquée par le système de centrifugation à trois phases.
- **Huile d'Oléastre** : provient de la région de Jijel, fabriquée par système de centrifugation à trois phases
- **Huile d'Oléastre greffé** : provient de la région de Mila, fabriquée par système de centrifugation à trois phases.

II.1.2. Produit chimiques et réactifs :

Au cours de notre étude, on a utilisé :

- Solution d'isobutanol- éthanolique ;
- Solution de potasse 0,5N dans l'alcool à 95° ;
- Solution aqueuse d'acide chlorhydrique 0,5 N et 1N ;
- Solution alcoolique de phénol phtaléine à 1% ;
- Solution d'acide acétique à 0,5N ;
- Solution d'acide acétique /chloroforme ;
- Solution d'iodure de potassium à 0,002N et 0,01N ;
- solution d'iodure de potassium à 30% ;
- Solution d'amidon de pomme de terre ;
- Solution de thiosulfate de sodium 0.1N ;
- Amidon soluble pour la préparation d'empois d'amidon ;
- Solution saturée de chlorure de sodium ;
- Solution de carbonate de sodium Na_2CO_3 1M ;
- Réactif de Folin-Ciocalteu ;
- L'iode pour la préparation du réactif de Hüble ;
- Chlorure mercurique en poudre ;
- Solution d'alcool éthylique pur à 96° ;
- Solution de tétrachlure de carbone ;
- Le glycérol ;
- Solution de sulfate de cuivre de saturée ;
- La soude à 5% ;

- Solution d'hexane ;
- Solution d'éther éthylique ;
- Solution aqueuse de NaOH 1N ;
- Solution d'heptane ;
- Solution de méthanol ;
- Solution de chloroforme ;
- Alcool éthylique pur à 96° ;
- Solution de l'éther de pétrole ;
- Acide gallique ;
- Solution d'éther de pétrole.

II.1.3. Milieu de culture :

Pour la partie microbiologique, on a utilisé les milieux de culture suivants :

- Gélose PCA : Pour le dénombrement de la FTAM ;
- Gélose VRBL : Pour le dénombrement des entérobactéries ;
- Gélose OGA: Pour le dénombrement des levures et moisissures ;
- Gélose MRS: Pour le dénombrement de la flore lactique.

II.1.4. Appareillage :

Les appareils utilisés sont les suivants :

- Vortex électrique ;
- Agitateur électrique muni d'un barreau magnétique ;
- Balance analytique à 0,0001g ;
- Une étuve électrique de séchage maintenue à $103 \pm 2^\circ\text{C}$;
- Four à moufle ;
- Centrifugeuse électrique ;
- Spectrophotomètre ;
- Réfractomètre ;
- Thermomètre ;
- Un appareil de chromatographie gazeuse couplée au spectromètre de masse GC-MS ;
- pH mètre ;
- bain marie ;
- réfrigérateur.

II.2. Méthodes :

II.2.1. Echantillonnage :

Les échantillons d'huile d'olive ont été procurés auprès des personnes ayant des vergers d'olivier à variété bien connue. Les échantillons ont été emballés dans des flacons en plastique de capacité de 250 ml.

II.2.1. Contrôle de la qualité d'une huile d'olive vierge :

Les constituants lipidiques des corps n'étant pas faciles à fractionner, ils sont souvent analysés par des méthodes globales qui constituent autant d'indices (Figarella et al., 2001).

II.2.1. 1. Contrôle des paramètres chimiques de l'huile d'olive :

a. Indice d'acide et l'acidité : L'indice d'acide (Ia) est la masse en mg d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour neutraliser les acides gras libres contenus dans un gramme de substance lipidique (Figarella et al., 2001).

L'indice d'acide est déterminé selon le mode opératoire suivant (Lecoq, 1965) : Dans un Erlen Meyer de 250 ml, on introduit une prise d'essai (p) de 1g d'huile, puis on fait dissoudre dans un mélange de 20 ml de solvant isobutanol-éthanol et 20 ml de potasse alcoolique introduits successivement à l'aide d'une pipette graduée. On ajoute ensuite 5 gouttes de la solution de phénol phtaléine.

La titration se fait sous agitation en versant goutte à goutte la solution 0,5 N d'acide chlorhydrique jusqu'à décoloration. On effectue 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 comme suit :

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

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 (Kerleskind et al., 1992) :

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

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

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

Avec :

M : Masse molaire de l'acide oléique = 282g/mol.

b. Indice de peroxyde : L'indice de peroxyde représente la quantité des substances de l'échantillon (exprimé en milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme) qui oxydent l'iodure de potassium dans les conditions de travail décrit (Fuhrer et al., 2005).

Il a été déterminé selon la méthode officielle (Lecoq, 1965) : Cette méthode consiste d'abord à préparer un mélange acide acétique /chloroforme dans la proportion 3V/2V, Une solution de l'iodure de potassium (KI) est obtenue en dissolvant 13.33g de KI dans 10 ml d'eau distillée dans un flacon brun.

Une solution d'amidon de patate a été obtenue en dissolvant 1g d'amidon dans 200 ml d'H₂O distillée. La solution a été portée à l'ébullition pendant quelques secondes, puis mise au réfrigérateur.

On dissout 5g d'huile dans 30 ml du mélange acide acétique /chloroforme. On ajoute 0.5ml de la solution de l'iodure de potassium, puis on agite pendant 1 minute exactement. L'échantillon est laissé à l'obscurité pendant 1 minute. La réaction est arrêtée par l'addition de 30ml d'eau distillée.

L'échantillon est titré par la solution de thiosulfate de sodium 0.1N en présence de 5 gouttes d'amidon de pomme de terre.

Les résultats s'expriment comme suit :

$$I_p (\mu\text{g d'O}_2/\text{g}) = (V_{\text{blanc}} - V_{\text{essai}}) 80/5P$$

Avec :

P : prise d'essai (g) ;

V_{blanc} : le volume de thiosulfate de sodium 0.1% utilisé avec le blanc ;

V_{essai} : le volume de thiosulfate de sodium 0.1% nécessaire pour le dosage proprement dit.

c. Indice de saponification : L'indice de saponification I_s est la masse en mg d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser les acides gras libres et pour saponifier les acides gras estérifiés contenus dans un gramme de substance lipidique (Frénot et Vierling, 2001).

L'indice de saponification est déterminé selon le mode opératoire suivant (Lecoq, 1965) : Dans un Erlen Meyer, on introduit 1g d'huile et 25 ml de potasse alcoolique, on agite pour dissoudre puis on porte le mélange à ébullition au bain marie bouillant pendant 5 minutes en agitant de temps à autre.

On ajoute ensuite 5 gouttes de phénol phtaléine et on titre l'excès de potasse avec l'acide chlorhydrique 0.5 N jusqu'à décoloration.

On effectue parallèlement une réaction à blanc dans les mêmes conditions précédemment décrites mais sans matière grasse pour titrer la solution de potasse mise en jeu.

L'indice de saponification est exprimé par la formule suivante:

$$I_s = (V_{\text{HCl}} \text{ témoin} - V_{\text{HCl}} \text{ essai}) N_{\text{HCl}} \cdot \text{PM}_{\text{KOH}} / P$$

Avec :

PM_{KOH} : Poids moléculaire de KOH (56.1g/mole) ;

N_{HCl} = Normalité de l'HCl (0.5N) ;

P : prise d'essai (g).

d. Détermination de l'indice d'ester (Ie) : L'indice d'ester (Ie) est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire pour saponifier les esters contenus dans 1g de matière grasse. Il est calculé après dosage de l'indice d'acide Ia et de l'indice de saponification IS, tel que par préconiser par la norme 2.03 de l'U.I.C.P.A.

La relation étant :

$$I_e = I_s - I_a$$

e. Indice d'iode : L'indice d'iode est la masse d'halogène exprimé en gramme d'iode fixé sur les doubles liaisons de 100 g de lipides (Frénot et Vierling ,2001).

La détermination de cet indice nécessite la préparation du réactif de Hüble 24 heures à l'avance et le conserver à l'abri de la lumière. Sa préparation consiste à dissoudre d'une part 25g d'iode dans 500 ml d'alcool éthylique 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 est déterminé selon le mode opératoire suivant (Lecoq, 1965) : On pèse 0.3 g d'huile dans un Erlen Meyer et on le dissout dans 10 ml de tétrachlorure de carbone, puis on ajoute 25 ml de réactif de Hüble, on fait boucher et agiter l'Erlen. Cette préparation est abandonnée à l'obscurité pendant 12 à 24 heures.

On effectue simultanément une réaction à blanc sans matière grasse.

Après la durée citée précédemment, on ajoute 20 ml de la solution d'iodure de potassium à 30% et 300ml 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 :

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

Avec :

P : prise d'essai (g) ;

V_{blanc} : le volume de thiosulfate de sodium 0.1% utilisé avec le blanc ;

V_{essai} : le volume de thiosulfate de sodium 0.1% nécessaire pour le dosage proprement dit.

f. Recherche du glycérol : Le glycérol est mis en évidence selon la technique suivante : On introduit dans un tube à essai une goutte d'huile d'olive étudiée, on ajoute ensuite à l'aide d'une pipette graduée 3ml de la soude dans l'alcool puis 0.5 ml de la solution de sulfate de cuivre saturé (Lecoq, 1965).

Une réaction à blanc est préparée dans les mêmes conditions en mettant à la place d'huile du glycérol.

Les résultats obtenus sont comparés par rapport au blanc

g. Dosage des composés phénolique : Ce dosage nécessite une extraction des polyphénols selon la technique suivante :

-Extraction des polyphénols de l'huile : On réalise d'abord une agitation électrique de l'échantillon étudié pendant 20 à 30 minutes avec un agitateur électrique ; puis, à une solution de 5 g d'huile + 10 ml d'hexane bien mélangée au vortex, 10 ml de mélange méthanol-eau (6v/4v) sont ajoutée et l'ensemble est mélangé à son tour au vortex. Le volume total subit une séparation par centrifugation. La phase inférieure est recueillie, tandis qu'un second mélange méthanol-eau est ajouté à la phase supérieur, tout en répétant le processus de centrifugation. Cette fois-ci, le solvant inférieur est additionné au volume déjà obtenu (la phase inférieure) (Ryan *et al.*, 1999).

- Dosage colorimétrique des polyphénols : La réaction est basée sur la réduction de l'acide phosphomolybdique du réactif Folin -Ciocalteu par les polyphénols en milieu alcalin. Elle se traduit par le développement d'une coloration bleu foncée (Catalano *et al.*, 1999)..

Le dosage est réalisé selon la méthode de Folin-Denis en utilisant de Folin-Ciocalteu (Ryan *et al.*, 1999) :

Dans une fiole de 25 ml, un volume de 0.5ml du réactif Folin -Ciocalteu est ajouté à 0.2 ml de l'extrait concentré en polyphénols. Après 3minutes, un volume de 4 ml de Na_2CO_3 (1M) a été versé sur la solution et de l'eau distillée est ajoutée jusqu'au trait de la jauge. Un blanc est préparé dans les mêmes conditions.

Les fioles sont maintenues à l'obscurité pendant 90 minutes 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 étalon dressée à partir des concentrations connues d'acide gallique : 10µg/ml, 20µg/ml, 30µg/ml, 40µg/ml, 50µg/ml, 60µg/ml, 80µg/ml, 90µg/ml, 100µg/ml (Annexe 01).

h. Dosage des caroténoïdes : Le but est le dosage de la teneur des caroténoïdes présente dans l'huile d'olive avec la méthode de Déymié *et al.*, (1981).

On pèse 1g d'huile d'olive dans un Erlen Mayer de 10ml, et on ramène jusqu'au trait de jauge avec de l'hexane.

La lecture de la densité optique à 450nm permet de déterminer la concentration des caroténoïdes en se référant à une courbe étalon dressées à partir des concentrations connues de β-carotène : 0.25 µg/ml, 0.5 µg/ml, 0.75 µg/ml, 1 µg/ml(Annexe02).

II.2.1. 2. Contrôle des paramètres physiques de l'huile d'olive:

a. pH : La mesure du pH consiste à plonger l'électrode du pH mètre dans l'échantillon et lire la valeur enregistrée sur l'écran.

b. Teneur en eau et en matières volatiles (Lecoq, 1965): 10 g d'échantillon sont pesés dans un creuset déjà séché et pesé, le creuset contenant l'échantillon à tester est laissé pour une heure dans l'étuve fixée à 103°C. Ensuite cette portion est laissée refroidir puis pesée.

Les opérations de chauffage, de refroidissement et de la pesé sont répétées plusieurs fois et ceci en utilisant des périodes successives de 15 minutes jusqu'à ce que la perte en masse entre deux pesés successives est nulle.

La teneur en eau et matière volatiles est ainsi exprimées en %en masse égale à :

$$W = (m_1 - m_2)100 / (m_1 - m_0).$$

Avec:

m_0 : masse en gramme du creuset vide (g) ;

m_1 : masse en gramme du creuset et de l'échantillon avant chauffage (g) ;

m_2 : masse en gramme du creuset et du résidu après chauffage (g).

c. Mesure de la teneur en impuretés insolubles (Lecoq, 1965): Un échantillon de 10 g est pesé (m_0) dans un bécher, puis il est traité par un excès d'hexane et filtré au moyen d'un papier filtre.

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 (m_2). Il est porté au séchage à $103 \pm 2^\circ\text{C}$ puis pesé (m_1).

La teneur en impuretés insolubles est exprimée comme suit :

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

Avec :

- m_0 : masse en gramme de la prise d'essai ;
- m_1 : masse en gramme du creuset filtrant une fois séché à l'étuve ;
- m_2 : masse en gramme du creuset filtrant et du résidu sec.

d. Densité relative: La densité relative d'une huile ou d'une matière grasse est le quotient de la masse dans l'atmosphère d'un certain volume de cette huile par la masse du même volume d'eau à 20°C (Lecoq, 1965).

Une fiole de 20 ml est nettoyée, séchée puis pesée (m_0), ensuite, elle est remplie par l'eau distillée jusqu'au trait de jauge et placée dans bain à 20°C pendant 20 minutes. Après cette période, la fiole est retirée, bien essuyée puis pesée, la masse (m_1) est notée. On refait le même essai avec l'huile d'olive. La masse pesée est notée (m_2) (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 .

e. Détermination du point de fusion et de solidification : Les corps gras sont des mélanges de triglycérides hétérogènes, de sorte qu'ils n'ont pas un point de fusion net, mais une zone de fusion, dont la nature est liée à la nature des acides gras constitutifs (Frénot et Vierling, 2001).

La technique utilisée pour la détermination du point de fusion et de solidification est celle décrite par Tremolieres *et al.*, (1984). Pour ce faire, un échantillon d'huile étudiée est introduit dans un tube à essai. L'échantillon est ensuite laissé pendant quelque temps au réfrigérateur en vérifiant l'état de solidification de temps à autre. Dès qu'on observe la prise en masse de l'échantillon, on le retire et on détermine la température de solidification à l'aide d'un thermomètre. Ensuite, le même tube est porté au bain marie tiède, pour la détermination de la température de fusion.

f. 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 ((Lecoq, 1965).

A ce moment, on enlève le creuset et on mesure par un thermomètre la température de l'huile qui sera approximativement le point de fumée (Lecoq, 1965).

g. Indice de réfraction : L'indice de réfraction est le rapport entre la vitesse de la lumière dans le vide et sa vitesse dans la substance (Boudour, 1998).

En pratique, la vitesse de la lumière dans l'air est utilisée à la place de celle dans le vide et la longueur d'onde choisie est celle de la moyenne des raies D du sodium 589,6nm (Boudour, 1998).

On met le réfractomètre en marche puis on règle la distance entre les oculaires pour avoir une vision nette du réticule et de l'échelle de lecture des indices de réfraction. On dispose ensuite l'huile en quantité suffisante à l'aide d'une pipette pasteur sur la face horizontale du prisme réfractométrique en faisant bien attention de ne pas rayer la face du prisme lors de ce dépôt (Baaziz et al.,2005).

Tout d'abord, on effectue différentes opérations en regardant dans l'oculaire de champs. En agissant sur le bouton moleté de droite, et on amène dans le champ de vision la limite de séparation de deux zones claires et obscures. Cette ligne de séparation est alors plus ou moins nette. En tournant ensuite le bouton moleté de gauche, puis on cherche à obtenir un maximum de contraste entre les deux plages de séparation aussi nette que possible (Baaziz et al.,2005).

Une fois ces opérations effectuées, il suffit de regarder dans l'oculaire d'échelle et de lire la valeur de l'indice de réfraction (Baaziz et al.,2005).

h. Coefficient d'extinction K_{232} et K_{270} : Le Coefficient d'extinction est déterminé selon le mode opératoire suivant (COI, 2001) : On pèse exactement 0.25 gramme de l'échantillon dans une fiole de 25 millilitres puis on complète avec l'éther de pétrole et on homogénéise.

On remplit une cuve de Quartz avec la solution obtenue et on mesure les extinctions, en utilisant comme référence le solvant employé, aux longueurs d'onde comprise entre 232 et 270 nm.

Le coefficient d'extinction est calculé comme suit :

$$K_{\bar{e}} = E_{\bar{e}} / c.s$$

Avec :

$K_{\bar{e}}$: extinction spécifique à la longueur d'onde \bar{e} ;

$E_{\bar{e}}$: extinction mesurée à la longueur d'onde \bar{e} ;

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

S : épaisseur de la cuvette en centimètre.

II.2.1. 3. Détermination de la composition en acides gras par GC-MS :

La préparation des esters méthyliques se fait selon le mode opératoire suivant (Ollivier *et al.*, 2006 ; C.F n°796/2002) : Dans un tube à bouchon vissant, on pèse environ 20mg d'huile, on ajoute 0.5ml d'heptane et on agite, on ajoute ensuite 0.2 ml de la solution méthanolique 2N d'hydroxyde de sodium, le tube est bouché à l'aide d'un joint et porté au bain thermostat à 60°C pendant 30 secondes à 1 minute puis on agite pendant 10secondes, on ajoute ensuite 0.2 ml d' HCl à 2 mole /l., après agitation, on transvase dans un tube en verre, on laisse décanter puis on prélève 100 µl de la phase supérieur dans un tube en verre et on fait évaporer en milieu ventilé.

On fait reprendre cette quantité par 50 µl d'heptane. On laisse se séparer jusqu'à ce que la phase supérieure devienne claire. Enfin les esters méthyliques sont injectés dans un chromatographe phase gazeuse de marque SHIMADZU QP2010 dans les conditions suivantes :

- Colonne capillaire de type SE30 apolaire avec un diamètre de 0.25µm et 25 m de longueur.
- Température: 180°C (ou gradient de 170 à 200°C)
- DéTECTEUR : FID
- Solvant : heptane ou hexane
- La phase stationnaire : SE 30 : Diméthyl polysiloxane
- La phase mobile : Hélium

II.2.1. 4. Contrôle microbiologique de l'huile d'olive vierge :

a. Préparation des dilutions décimales : A l'aide d'une pipette stérile, on prélève 1ml de l'huile étudiée. Le volume prélevé est introduit aseptiquement dans un tube contenant 9ml d'eau physiologie stérile, ainsi, on obtient une dilution de 10^{-1} , on fait l'agitation à l'aide d'un vortex électrique pour rendre la dilution homogène. Puis, à l'aide d'une autre pipette stérile, on refait la même opération pour avoir la dilution 10^{-2} . De la même manière, on pousse les dilutions jusqu'à 10^{-4} . L'ensemble des flores ont été recherchées et dénombrées par les techniques de microbiologie classique (Guiraud, 1998) :

b. Flores dénombrées et recherchées :

- **Dénombrement de la FTAM (Guiraud, 1998):** Après avoir couler et solidifier la gélose PCA, 1ml de la dilution 10^{-4} est étalé en surface. Après une incubation de 24 heures à 37°C, on dénombre les colonies lenticulaires.

- **Dénombrement des entérobactéries (Guiraud, 1998):** Le dénombrement des entérobactéries est réalisé sur la gélose biliée au violet de cristal et au rouge neutre (VRBG) en partant de la dilution 10^{-3} .

L'ensemencement se fait en profondeur en faisant déposer dans une boîte de Pétri 1ml de la dilution, puis on fait couler la gélose VRBL chauffée et refroidie à 45°C. L'incubation se fait à 37°C pendant 24- 48 heures.

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

-Dénombrement des levures et moisissures (Guiraud, 1998): Le dénombrement s'effectue sur le milieu solide, gélose OGA, coulée et solidifiée. 1ml de la dilution 10^{-3} est étalé en surface du milieu. Les boîtes sont incubées à température ambiante pendant 3 à 5 jours. On dénombre toutes les colonies blanches, grandes ou petites pour les levures et noires pour les moisissures

- Dénombrement de la flore psychrophile (Guiraud, 1998): Le dénombrement s'effectue en surface sur milieu solide en utilisant comme milieu de culture la gélose PCA. 1ml de la dilution 10^{-3} est étalé en surface. L'incubation se fait à une température de 4°C pendant 10 jours. On dénombre toutes les colonies.

-Dénombrement de la flore lipolytique :

Pour ce faire, un apport de 5% d'huile analysée stérilisée est ajouté au milieu gélosé de base, PCA. L'ensemencement est fait par étalement d'1 ml de la solution mère en surface, suivie d'une incubation à 37°C pendant 3 à 5 jours.

La révélation se fait en inondant les boîtes par une solution saturée de sulfate de cuivre, on rejette le réactif après 15 minutes de contact. La surface de la gélose est rincée soigneusement par l'eau.

La lipolyse fait apparaître, autour des colonies, des zones bleu vert dues à la formation des sels de cuivre insolubles des acides gras libérés.

-Dénombrement de la flore lactique (Larpen, 1997) : Le dénombrement a été effectué sur le milieu gélosé de Man-Rogosa-Sharp (MRS).

L'ensemencement s'effectue par étalement d'1ml de dilution 10^{-3} en surface de la gélose MRS déjà coulée et séchée, l'incubation se fait à 37°C pendant 24-48 heures. On dénombre toutes les colonies petites et de couleur blanchâtre et brillantes

II.2.1. 5.Le contrôle organoleptique de l'huile d'olive :

L'analyse sensorielle repose sur la dégustation des produits et sur l'analyse des réponses sensorielles données par les dégustateurs (Raouix, 1998). Elle comprend trois étapes principales à savoir l'analyse visuelle, olfactive et gustative.

Etant donné l'impossibilité de faire le test organoleptique dans un local équipé. On réalise des séances de dégustation avec 5 personnes, on donne pour chaque personne une quantité suffisante des huiles étudiées.

Chaque personne prononce sur le goût, l'odeur et la couleur, doit remplir la fiche de dégustation (ci-dessous) et doit établir à la fin de chaque jugement une note organoleptique qui allait de 0 à 5 dont :

- 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.

Tableau 06 : fiche de dégustation de l'huile d'olive selon C.O.I, (2003)

Nom :		
Prénom :		
Date :	lieu :	signature :
Dégustation :		
Visuel : couleur- intensité- qualité :		
Chemlal :		
Hamra :		
Sigoise :		
Oléastre :		
Oléastre greffé :		
Olfactif : intensité- qualité – type -caractère :		
Chemlal :		
Hamra :		
Sigoise :		
Oléastre :		
Oléastre greffé :		
En bouche : ardenance -amertume-consistance(fluidité, octuosité)- intensité et qualité des arômes- persistance aromatique :		
Chemlal :		
Hamra :		
Sigoise :		
Oléastre :		
Oléastre greffé :		
Harmonie générale - jugement d'ensemble :		
Chemlal :		
Hamra :		
Sigoise :		
Oléastre :		
Oléastre greffé :		
Note de 0 à 5 :		
Chemlal :		
Hamra :		
Sigoise :		
Oléastre :		
Oléastre greffé :		

Résultats
et
Discussion

III. Résultats et Discussion

III.1 Contrôle de la qualité des huiles d'olive vierge :

III. 1.1. Contrôle des paramètres chimiques :

III.1.1.1. Acidité oléique, indice d'acide et pH :

La mesure de l'acidité d'un corps gras est un moyen qui nous renseigne sur l'état d'altération de l'huile par hydrolyse, ainsi que sur la fraîcheur et l'état sanitaire de la matière première (Michelakis, 1990).

Les valeurs d'acidité, de l'indice d'acide ainsi que du pH sont résumés dans le tableau 7. D'après les résultats obtenus, seule l'acidité de l'huile d'olive de la variété *oléastre greffé* répond à la norme fixée par le C.O.I (2003) (conseil oléicole international) qui recommande une acidité inférieure à 3.3%, donc cette huile appartient à la catégorie vierge courante.

Le reste des huiles des autres variétés présentent une teneur élevée d'acidité dont la valeur maximale est obtenue avec l'huile de variété *Oléastre*, estimé à 9.56%. Cependant, ce paramètre chimique varie 4.03% à 8.25% pour l'huile des variétés *Chemlal*, *Hamra* et *Sigoise*.

Tableau 07 : Valeur du pH, acidité et indice d'acide des cinq variétés d'huile d'olive.

Echantillon	pH	Acidité (%)	Norme (%)	Ia (mg /g)	Norme (mg/g)
<i>Chemlal</i>	5.02	8.25	Max 3.3	16.5	Max 6.6
<i>Hamra</i>	5.77	4.03		8.06	
<i>Sigoise</i>	5.24	5.28		10.56	
<i>Oléastre</i>	4.90	9.56		19.12	
<i>Oléastre greffé</i>	6.05	3.18		6.37	

Toutefois, les résultats de l'acidité et l'indice d'acide obtenus coïncident à ceux du pH. En effet, le pH des échantillons obtenus varie de pH4.90 à pH6.05, dont la valeur maximale pH6.05 est observée avec l'huile d'olive de la variété *oléastre greffé* qui a la valeur d'acidité la plus faible. La variété *oléastre* a la valeur du pH la plus acide, pH 4.90, valeur correspondante à l'acidité la plus élevée.

Les causes principales de l'augmentation d'acidité pourraient être liées aux procédés de récoltes, c'est le cas de la récolte par gaulage qui provoque des blessures au niveau des fruits. Ce qui peut être encore expliqué par l'état défectueux des fruits, dues aux mélanges de fruits récoltés à la main et les fruits tombés spontanément sur le sol (El antari et al., 2002).

Egalement, un stockage plus long augmente l'acidité libre de l'huile par le phénomène de fermentation des olives, par conséquent le niveau de qualité du produit final baisse (Rahmani et Saari Csallany, 2000). Cette argumentation est la plus logique étant donné que cette pratique est couramment appliquée au sein de notre région dont le stockage à température ambiante et à longue durée agissent en défaveur de la qualité du produit.

Uzzan, (1971) a signalé que l'acidité de l'huile d'olive est causée par les phénomènes suivants :

- L'hydrolyse spontanée est due principalement à la forte teneur en eau du mésocarpe qui, joint aux phénomènes respiratoires et à la présence de micro-organismes, produit une élévation de température s'assimilant à un véritable phénomène de fermentation.
- La lipolyse enzymatique est la conséquence de l'action des enzymes propres du fruit contenus dans sa pulpe et dans sa matière.
- La lipolyse microbienne est une conséquence de la microflore qui accompagne l'olive, Gomez Herrera et al. (1958) ont démontré dans leurs travaux, la présence de micro-organismes avec une activité lipolytique plus ou moins intense. Ils ont isolé 130 souches de bactéries, levures et moisissures : 70 pour cent avaient un pouvoir lipolytique très sensible.

Ces résultats montrent que la meilleure huile du point de vue, paramètre acidité est celle issue de la variété *Oléastre greffé*.

III.1.1.2. Indice de peroxyde :

L'indice de peroxyde constitue l'un des critères de qualité de l'huile d'olive, c'est un moyen utilisé pour prévoir une détérioration ultérieure des qualités organoleptiques de l'huile (Knockaert, 1989). Les valeurs de l'indice de peroxyde des 5 échantillons sont résumées dans le tableau 8.

Les 5 échantillons d'huile d'olive issues de différentes variétés d'olivier, montrent des indices de peroxydes bas qui répandent à norme de C.O.I, ce dernier recommande une teneur en peroxyde inférieur à 20 meq/ d'O₂ /Kg pour les huiles d'olive vierge.

Cependant, il apparaît que la valeur maximale comparée à celle des autres huiles d'olive, 3.86 meq d'O₂/Kg est trouvée avec l'huile de variété *Oléastre greffé*, en

revanche, la valeur la plus faible est celle de l'huile de variété *Chemlal* (0.96 meq d'O₂/Kg d'huile).

Tableau 08 : Valeurs de l'indice de peroxyde des cinq variétés d'huile d'olive.

Echantillon	Ip (meq d'O ₂ /Kg d'H)	Norme (meq d'O ₂ /Kg d'H)
<i>Chemlal</i>	0.96	Max ≤ 20
<i>Hamra</i>	2.56	
<i>Sigoise</i>	3.2	
<i>Oléastre</i>	2.24	
<i>Oléastre greffé</i>	3.86	

Les résultats obtenus montrent qu'il y a formation d'une faible quantité de peroxyde, selon Vekiri et Koutsafakisb, (2002) l'oxydation diffère selon les échantillons et dépend principalement des concentrations initiales de polyphénols totaux.

A l'air libre, les huiles et les graisses subissent une auto-oxydation avec production de peroxydes qui provoquent le rancissement. Ce processus est contrôlé par différents facteurs comme la lumière, certains catalyseurs (métaux lourds, pigments naturels...), l'activité de l'eau, la température de l'eau, le degré d'insaturation des acides gras, la présence ou l'absence d'oxygène ou d'antioxydant (substance d'origine naturelle ou artificielle) (Di Giovacchino et al., 2002).

En effet, les anti-oxydants phénoliques cèdent des atomes hydrogène aux radicaux libres lors de l'oxydation lipidique (Ranalli et al., 2003), ainsi d'autres anti-oxydants comme les chlorophylles en synergie avec le phénol, retardent la formation des peroxydes et par la suite limitent le rancissement des huiles (Richard, 1992 ; Kiritsikis et Dugan 1984).

Toutefois, lors de l'extraction de l'huile d'olive par la méthode traditionnelle, les opérations de broyage et de pressage de la pâte des olives conduite en pleine air peuvent entraîner une oxydation de l'huile d'olive de cette pâte qui exposé à l'air libre durant l'heure parfois plus, cependant, ce système de presse donne une huile riche en polyphénols permettant de la conserver convenablement (Chimi, 2001).

D'après les résultats trouvés, la teneur en peroxydes dans les différentes huiles de différentes variétés est strictement inférieure à la norme, cela laisse constater qu'il y a eu un bon respect des bonnes pratiques d'extraction de ce jus lipidique.

II.1.1.3. Indice de saponification :

Les huiles sont des esters du glycérol avec des acides gras. La réaction de saponification avec le KOH exige trois molécules KOH par molécule de triglycéride (Baaziz et al., 2005). Les résultats de l'analyse de l'indice de saponification sont résumés dans le tableau 09.

Ces résultats laisse constater que seule l'huile de variété *Hamra* a un indice de saponification (185.13 mg KOH/g) se trouvant dans la fourchette de la norme (184- 196 meq d'O₂/Kg). Cependant, l'huile de variété *Chemlal* à un indice de saponification qui excède la limite supérieure de la norme, avec + 3.5 meq d'O₂/Kg d'huile, en revanche, pour l'huile des trois variétés restante, ce paramètre chimique est strictement inférieure à la norme.

Tableau 09 : Indice de saponification des cinq variétés d'huile d'olive.

Echantillon	Is(mg /g)	Norme (mg/g)
<i>Chemlal</i>	199.5	184-196
<i>Hamra</i>	185.13	
<i>Sigoise</i>	168.3	
<i>Oléastre</i>	144.45	
<i>Oléastre greffé</i>	159.6	

La connaissance de cet indice donne une indication sur la nature du corps gras (Frénot et Vierling 2001). En effet l'indice de saponification est le reflet de l'inverse du poids moléculaire moyen des corps gras, autrement dit, il indique l'inverse de la longueur des chaînes des acides gras. Ainsi, Baaziz et al. (2005) ont rapporté que si la masse moléculaire de l'acide gras est plus grande de ce fait, l'indice de saponification s'avère être plus faible.

III.1.14.L'indice d'ester:

Les résultats de l'analyse de l'indice d'ester sont résumés dans le tableau 10. D'après les résultats qu'on a obtenus, on constate qu'une seule huile répond à la norme en matière d'indice d'ester, c'est l'huile de la variété *Chemlal* présentant un indice de 183 mg/g. Cependant, l'indice d'ester de l'huile de la variété *Hamra* peut être considéré également dans la norme étant donné qu'il est à - 0.33 mg/g par rapport à la limite inférieure de la norme.

Il est remarquable, que cet indice est strictement inférieur à la norme pour le reste des huiles d'olive de variété confondue.

Tableau 10 : Valeurs de l'indice d'ester des cinq variétés d'huile d'olive.

Echantillon	Ie (mg/g)	Norme (mg/g)
<i>Chemlal</i>	183	177.4 - 189.4
<i>Hamra</i>	177.07	
<i>Sigoise</i>	157.74	
<i>Oléastre</i>	126.33	
<i>Oléastre greffé</i>	153.23	

Les différences existantes entre l'indice de ces huiles, peuvent être attribué à plusieurs facteurs dont la variété, la date de récolte, les conditions de transport, de stockage et la technique mise en œuvre pour l'extraction. Ainsi, Talantikite (1988), a rapporté que l'indice d'ester comme l'indice d'acide et l'indice de peroxyde est lié à l'état de conservation et aux techniques de récolte et d'extraction utilisées.

III.1.1.5. Indice d'iode :

Les résultats de la détermination de l'indice d'iode sont résumés dans le tableau 11. Les résultats d'indice d'iode obtenus pour les cinq variétés d'huile d'olive sont conformes à la norme du C.O.I (2003) (conseil oléicole international) et présentent une légère différence entre eux.

L'huile d'olive de la variétés *Oléastre* présente la valeur la plus élevée, évaluée à 89.88 g d'iode/100g, suivie de la variété *Hamra* (86.71 g d'iode/100g), ensuite la variété *Chemlal* (84.6 g d'iode/100g), et enfin les variétés *Oléastre greffé* et *Sigoise* avec des valeurs respectives de 76.14 et 76.1 g d'iode/100g du produit fini.

Tableau 11 : Valeurs de l'indice d'iode des cinq variétés d'huile d'olive.

Echantillon	Ii (g d'iode /100g)	Norme (g d'iode/100g)
<i>Chemlal</i>	84.6	75-94
<i>Hamra</i>	86.71	
<i>Sigoise</i>	76.1	
<i>Oléastre</i>	89.88	
<i>Oléastre greffé</i>	76.14	

L'indice d'iode donne une indication sur l'insaturation de l'huile, plus l'indice d'iode d'un corps gras est élevé, plus sa teneur en acides gras insaturés est grande (Alais et Linden, 1997). Nos résultats montrent une corrélation entre les valeurs de l'indice d'iode et la teneur en acides gras insaturés : l'huile de la variété *Oléastre* qui a l'indice d'iode le plus haut, renferme théoriquement le pourcentage en acide gras insaturés le plus élevé, de même l'huile de la variété *Oléastre* a l'indice d'iode le plus bas, et de ce fait, renferme le pourcentage en acide gras le plus bas

Tableau 12: Comparaison entre l'Ii et la composition en AGI obtenue par GC-MS

Echantillon	Ii (g d'iode /100g)	AGI (%)
<i>Chemlal</i>	84.6	76.20
<i>Hamra</i>	86.71	76.87
<i>Sigoise</i>	76.1	74.31
<i>Oléastre</i>	89.88	78.17
<i>Oléastre greffé</i>	76.14	68.74

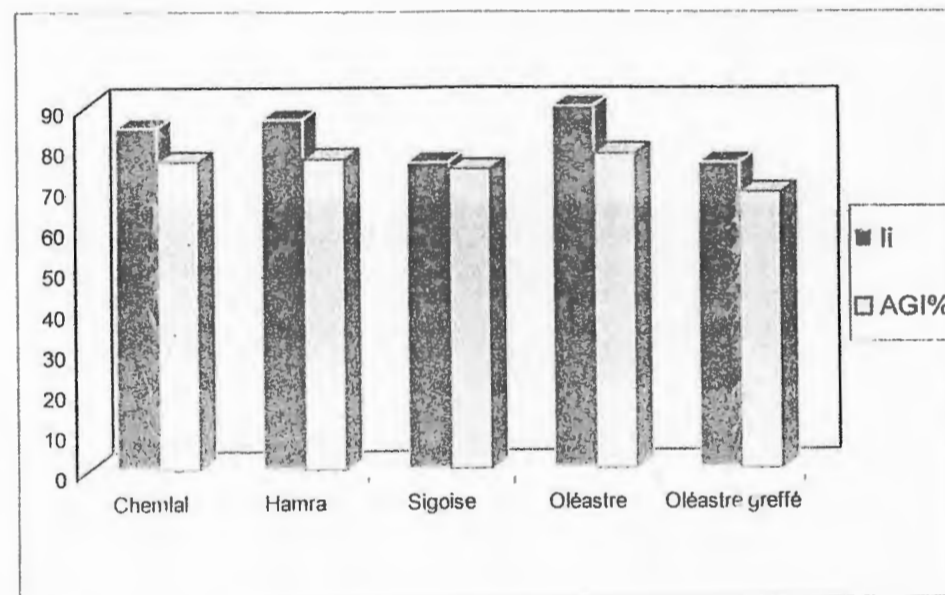


Figure 01 : Comparaison entre l'Ii et la composition en AGI obtenue par GC-MS

III.1.1.6. 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 vert qui est le résultat de la combinaison des ions de cuivre avec les acides gras libre. 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).

La photo ci-dessous illustre l'intensité de la couleur témoignant une présence du glycérol.



1 : Variété Chemlal 2 : Variété Hamra 3 : Variété Oléastre greffé 4 : Variété Oléastre
5 : Variété Sigoise

Photo 4 : Mise en évidence de la présence du glycérol

La couleur est plus apparente au niveau des l'huiles de la variété *Chemlal* et *Oléastre* énumérée 1 et 4 respectivement, moins appréciée au niveau des l'huiles de la variété *Hamra* et *Sigoise* énumérée 2 et 5 respectivement et très faible au niveau de l'huile de la variété *Oléastre greffé* énumérée 3.

Ce test peut nous renseigner sur l'acidité des huiles étudiés, ainsi, une huile qui a donné un résultat positif pour la recherche du glycérol s'avère contenir des acides gras libres ce qui augmente son acidité, 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 l'huile de la variété *Oléastre* qui a la l'acidité la plus élevée semble contenir le taux le plus élevé en glycérol

III.1.1.7. Teneur en polyphénols :

Les composés phénoliques jouent un rôle important comme antioxydant, ils contribuent à la bonne stabilité de l'huile d'olive (Sifi et al., 2001). Le dosage des polyphénols a donné les résultats du tableau 12.

Les résultats obtenus montrent que les huiles étudiées présentent des teneurs variables en polyphénols totaux. L'huile d'olive de la variété *Chemlal* présente la teneur la plus élevée en composés phénoliques, évaluée à 220 µg/ml. Cela dit, le reste des huiles renferment également des teneurs appréciables en ces antioxydants.

Ainsi les huiles de variétés *Oléastre* et *Sigoise* présentent des teneurs respectives de 200 µg/ml et 168 µg/ml. Cependant la plus faible teneur en ces composés est enregistrée avec l'huile de variété *Hamra* (135µg/ml).

Tableau 13 : Résultats du dosage colorimétrique des polyphénols

Variété	Absorbance à 765 nm	Concentration en PP (µg /ml)
<i>Chemlal</i>	0.289	220
<i>Hamra</i>	0.183	135
<i>Sigoise</i>	0.222	168
<i>Oléastre</i>	0.264	200
<i>Oléastre greffé</i>	0.198	149

Montedoro, (1984) a indiqué que la variété est un facteur qui influe la teneur en polyphénols, de même Di Giovacchino et al., (1994) ont rapporté que la teneur en polyphénols varie non seulement en fonction de la variété mais aussi en fonction d'autres facteurs tel que le degré de maturation, l'infestation possible, le climat et la procédure d'obtention de l'huile.

En effet, chez les olives de qualité médiocre et très mures une partie non négligeable des substances phénoliques, est représentée par les antocyanes, qui tout en n'étant solubles dans l'huile contribue à accroître uniquement le teneur en polyphénols totaux dans les margines (Boskou, 1996).

En outre, le prolongement d'opération de malaxage et l'addition de l'eau chaude sont à l'origine de réduction de la teneur en polyphénols totaux des huiles en raison de la grande solubilité de polyphénols dans l'eau (Di Giovacchino, 1996).

Par ailleurs, Di Giovacchino et al.(1980) ont signalé que l'huile produite par la centrifugation présente généralement une plus faible teneur en polyphénols que les huiles extraites par d'autres systèmes, ce qui explique la teneur élevée des polyphénols de la variété *Chemlal*, extraite par pression.

L'oxydation enzymatique des composés phénoliques au cours de la transformation de l'huile, catalysée par les enzymes endogènes,

polyphénoloxydase et le peroxydase dans les pâtes pendant le mélange réduit également la concentration phénolique dans l'huile d'olive vierge (Kiritsakis, 1988).

La comparaison des valeurs obtenues de l'indice de peroxyde et de la teneur en polyphénols (Figure 02), montre qu'il y a une certaine corrélation entre les deux résultats : l'huile de la variété *Chemlal* qui a l'indice de peroxyde le plus bas renferme la quantité la plus élevée en polyphénols alors que les huiles des variétés *Oléastre* et *Sigoise* ont des indices de peroxyde élevés, renferment des teneurs faibles en polyphénols.

Tableau 14 : Comparaison entre la teneur en polyphénols, Ip et Ia.

Variété	Concentration en PP ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	Acidité (%)	Ip (meq d'O ₂ /Kg d'H)
<i>Chemlal</i>	220	8.25	0.96
<i>Hamra</i>	135	4.03	2.56
<i>Sigoise</i>	168	5.28	3.2
<i>Oléastre</i>	200	9.56	2.24
<i>Oléastre greffé</i>	149	3.18	3.86

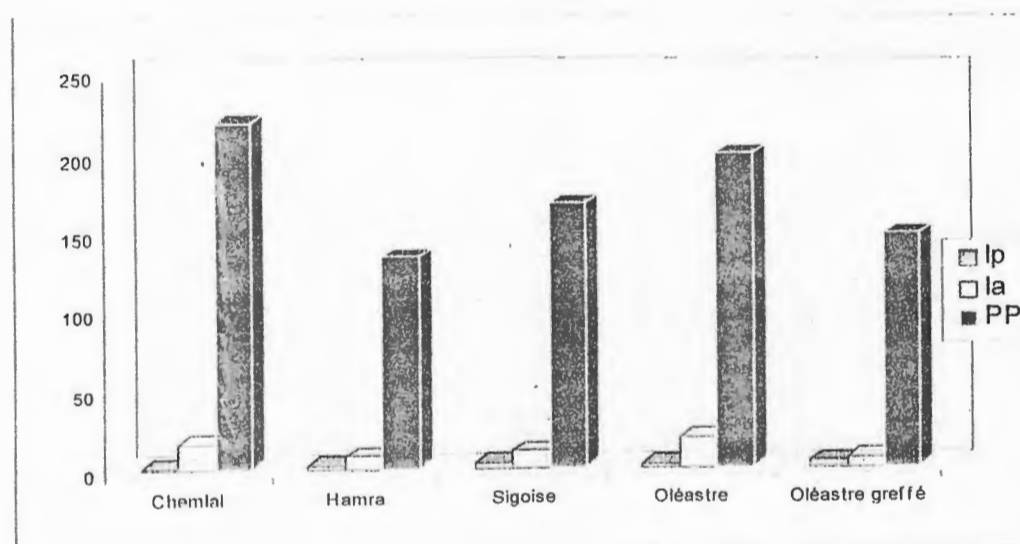


Figure 02 : Comparaison entre la teneur en polyphénols, Ip et Ia.

Nos résultats sont en accord avec ceux obtenus par Di Giovacchino, (2002) qui ont montré que les huiles de la variété *Coratina* avec une quantité des polyphénols égal à 254mg/l présente un petit degré d'augmentation d'indice de peroxyde par rapport aux huiles de la variété *Leccino* qui a une teneur en polyphénols égale à 97mg/l.

La teneur en polyphénols de nos huiles agissent en faveur de la bonne conservation de ces dernières, en les protégeant de l'oxydation car Richard, (1992), a rapporté que les polyphénols présentés dans l'huile, retardent la formation des peroxydes en consommant préférentiellement l'oxygène.

Une remarque peut être notée, l'échantillon de l'huile de la variété *Chemlal* contenant le taux le plus élevé en polyphénols a également un taux élevé en acidité. Ce résultat est confirmé par le fait que ces composés phénoliques renferment une grande diversité d'acides (Bcherrawi, 2002).

III.1.1.8. Dosage des caroténoïdes :

Les résultats du dosage des caroténoïdes des 5 échantillons sont présentés dans le tableau 15.

Les teneurs en caroténoïdes enregistrées, montrent que les huiles des variétés *Chemlal*, *Hamra* et *Oléastre* renferment des taux presque semblables en ces composés et qui sont les plus élevés par rapport aux huiles des variétés *Oléastre greffé* et *Sigoise*. Ainsi, la teneur en caroténoïdes la plus élevée est obtenue avec l'huile de variété *Chemlal* (2.57 µg/ml), la plus faible teneur est enregistrée avec l'huile de la variété *Sigoise* (0.83 µg/ml).

Tableau 15: Résultats du dosage des caroténoïdes à 450nm.

Variété	Absorbance à 450 nm	Concentration (µg/ml)
<i>Chemlal</i>	0.504	2.57
<i>Hamra</i>	0.480	2.47
<i>Sigoise</i>	0.164	0.83
<i>Oléastre</i>	0.480	2.47
<i>Oléastre greffé</i>	0.188	1.00

La teneur en caroténoïdes dépend de la variété et sa concentration qui se trouve diminuer avec la maturation. Les carotènes jouent un rôle dans la stabilité de l'huile pendant le stockage et ceci retarde la photo-oxydation par la désactivation de l'oxygène singulet produit par les chlorophylles et les phéophytines. Lors de l'oxydation lipidique, ces composés s'oxyde préférentiellement pour protéger l'huile, et donc les concentration en caroténoïdes diminuent pendant le stockage de l'huile (Su et al., 2002).

La richesse de l'huile de la variété *Chemlal* en ces pigments par rapport aux autres variétés peut être expliquée par le patrimoine génétique de cette variété, ou par la récolte de ces fruits avancés ou par un bon stockage de l'huile. Alors que

pour les autres variétés qu'elles auraient pu être récoltées dans des conditions moins bonnes.

III.1.2 Contrôle des paramètres physiques des huiles d'olive :

III.1.2.1. Teneur en eau et en matières insolubles :

Les résultats de la mesure de l'humidité sont présentés dans le tableau suivant. L'huile peut renfermer de l'eau ayant son origine, le procédé d'obtention ainsi que les tissus végétaux.

On remarque que les 5 échantillons montrent une variation de la teneur en eau. Les huiles des variétés *Chemlal* et *Oléastre greffé* ont une teneur en eau de 0.2% et 0.1% respectivement, ce qui leur rend conformes à la norme du C.O.I (2003). Au contraire les huiles de la variété *Hamra*, *Sigoise* et *oléastre* ont une teneur en eau élevée.

Cependant l'analyse de ces résultats montre que l'huile de variété *Sigoise* est la plus sujette aux altérations par des réactions d'hydrolyses, vu la teneur élevée en eau, 0.92%, donc un écart de + 0.72% comparée à la norme.

Tableau 16: Teneur de l'humidité des cinq variétés d'huile d'olive.

Variété	Humidité (%)	Norme (%)
<i>Chemlal</i>	0.2	Max ≤ 0.2
<i>Hamra</i>	0.4	
<i>Sigoise</i>	0.92	
<i>Oléastre</i>	0.6	
<i>Oléastre greffé</i>	0.1	

Cette augmentation en humidité peut être expliquée par le processus d'extraction et plus exactement, la quantité d'eau ajoutée au cours du malaxage et qui n'est pas été complètement éliminée, ceci peut être également lié à la fréquence d'irrigation.

Par ailleurs, l'augmentation de la teneur en matière volatile peut s'expliquer par l'oxydation des lipides qui entraînent la formation de composés volatiles (Alais et Linden, 1997).

De même Olias et al. (1993) ont montré que plusieurs composés volatils sont produits à partir de la décomposition enzymatique des acides linoléique et linoléique.

Par ailleurs, l'augmentation de la teneur en matière volatile peut s'expliquer par l'oxydation des lipides qui entraînent la formation de composés volatiles (Alais et Linden, 1997).

De même Olias et al. (1993) ont montré que plusieurs composés volatils sont produits à partir de la décomposition enzymatique des acides linoléique et linoléique.

III.1.2.2. La teneur en impureté:

Les résultats de la mesure des impuretés sont présentés dans le tableau suivant. Ces résultats montrent que les échantillons étudiés présentent des teneurs élevées en impuretés dont la teneur maximale est trouvée avec l'huile de la variété *Oléastre*, évaluée à 1%. Cependant, la valeur minimale est obtenue avec l'huile d'olive de variété *Chemlal*, cette dernière est proche de la norme, 0.2%.

Ces résultats nous indiquent que le risque d'une altération futur sera plus prononcé pour l'huile de variété *Oléastre*, ou cette teneur en eau jouera en faveur des réactions d'oxydations.

Tableau 17 : Teneur en impuretés des cinq variétés d'huile d'olive.

Variété	Impuretés (%)	Norme (%)
<i>Chemlal</i>	0.2	Max ≤ 0.1
<i>Hamra</i>	0.7	
<i>Sigoise</i>	0.7	
<i>Oléastre</i>	1.0	
<i>Oléastre greffé</i>	0.8	

D'après Argenson et al. (1999) parmi les soins à apporter en cours de stockage, la séparation de l'huile des impuretés qu'elle contient est la plus importante. Ces impuretés sont la principale cause des altérations de l'huile. En raison de leur richesse en sucre, en substances protéiques et lipolytiques, elles peuvent provoquer des fermentations et communiquer à l'huile des odeurs caractéristique de putréfaction.

III.1.2.3. La densité :

Les résultats de la densité sont résumés dans le tableau suivant. On remarque d'après ces résultats qu'aucun échantillon n'est conforme aux normes du C.O.I. en matière de densité.

Deux classes distinctes de densité apparaissent d'après nos résultats, l'une regroupe les huiles de variétés *Sigoise*, *Oléastre* et *Oléastre greffé*, ou la densité dépasse la valeur maximale de la norme (0.916), l'autre classe regroupe les huiles

Tableau 18 : La densité des cinq variétés d'huile d'olive.

Variété	Densité (g /cm ³) à 20°C	Norme
<i>Chemlal</i>	0.760	0.910 - 0916
<i>Hamra</i>	0.860	
<i>Sigoise</i>	0.930	
<i>Oléastre</i>	0.950	
<i>Oléastre greffé</i>	0.940	

Cette définition est en accord avec nos résultats à savoir l'échantillon qui a la densité la plus faible, a la valeur en l'indice de saponification le plus haut (variété *Chemlal*) ainsi l'échantillon qui a la densité la plus haute, a la valeur en indice de saponification le plus bas.

Tableau 19 : Comparaison de la densité et l'Is

Variété	Densité (g /cm ³) à 20°C	Is(mg /g)
<i>Chemlal</i>	0.760	199.5
<i>Hamra</i>	0.860	185.13
<i>Sigoise</i>	0.930	168.3
<i>Oléastre</i>	0.950	144.45
<i>Oléastre greffé</i>	0.940	159.6

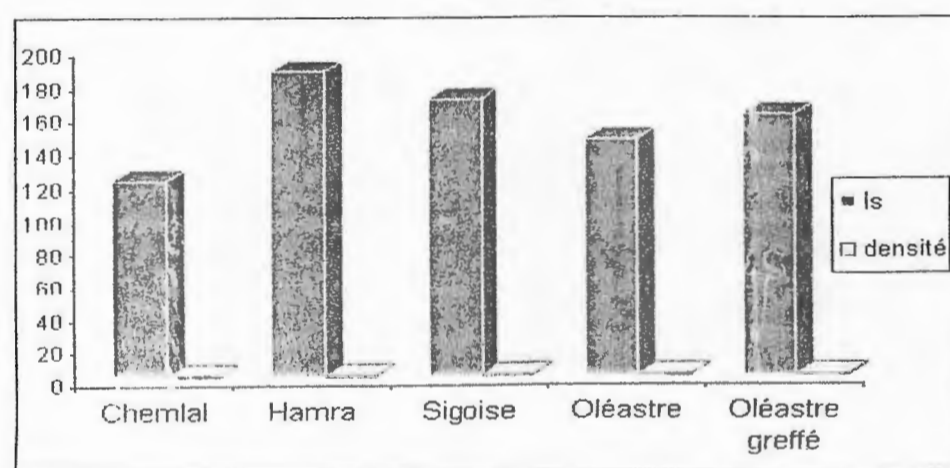


Figure 03 : Comparaison de la densité et l'Is

III.1.2.4. Le point de solidification, le point de fusion et le point de fumée :

Les propriétés thermiques d'une matière grasse dépendent de la longueur de chaîne et de 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).

Les résultats de point de solidification et le point de fusion sont résumés dans le tableau 17. D'après ces résultats, l'huile de la variété *Oléastre greffé* a le point de fusion le plus élevé estimé à 10.3°C, et par conséquent le point de solidification le plus grand (3.8°C) qui semble supérieure à la norme du **C.O.I.**

Cependant, l'huile de la variété *Oléastre* a le point de fusion le plus faible (7.8°C) et par conséquent le point de solidification le plus bas (2.1°C) qui semble répondre à la norme du **C.O.I.**

Par ailleurs, les autres échantillons présentent des résultats intermédiaires, dont les points de solidification sont supérieurs à la norme avec des points de fusion qui répondent à la norme.

Tableau120 : Détermination de point de solidification et point de fusion

Variété	Point de solidification (°C)	Norme	Point de fusion (°C)	Norme	Point de fumée (°C)	Norme
<i>Chemlal</i>	2.5	2-4	8.3	5-7	169	180-210
<i>Hamra</i>	2.4		8		176	
<i>Sigoise</i>	2.8		8.6		174.5	
<i>Oléastre</i>	2.1		7.8		167	
<i>Oléastre greffé</i>	3.8		10.3		185	

Cossut *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, ainsi cette donnée bibliographique justifie nos résultats: l'huile de la variété *Oléastre* a le point de fusion le plus faible, renferme le pourcentage en acides gras insaturés le plus élevé, alors que l'huile de la variété *Oléastre greffé* a le point de fusion le plus élevé, renferme le taux de l'acides gras insaturés le plus faible.

Tableau 21 : Comparaison entre la teneur d'AGS et AGI et le point de fusion.

Variété	AGI%	AGS %	Point de fusion (°C)
Chemlal	76.20	23.80	8.3
Hamra	76.87	23.13	8
Sigoise	74.31	25.69	8.6
Oléastre	78.14	21.86	7.8
Oléastre greffé	68.75	31.25	10.3

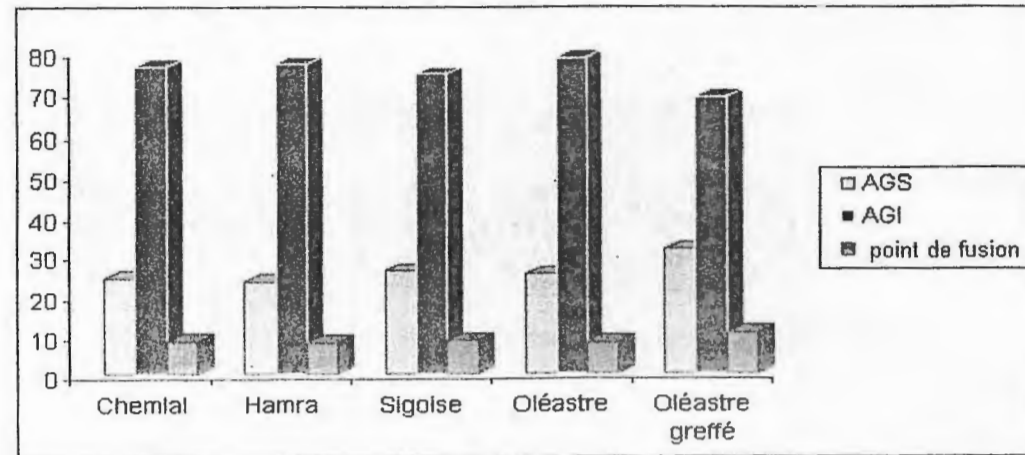


Figure 04 : Comparaison entre la teneur d'AGS et AGI et le point de fusion.

D'après les résultats du même tableau, les échantillons présentent un point de fumée qui varié entre 168°C et 185°C. L'huile de la variété *Oléastre* présente le point de fumée le plus bas (167°C) alors que l'huile de la variété *Oléastre greffé* montre le point de fumée le plus élevé (185°C) qui semble dans les normes. Toutefois les points de fumée des 4 huiles, *Chemlal*, *Hamra*, *Sigoise* et *Oléastre* sont inférieurs à la fourchette fixée par la norme.

En effet, la valeur du point de fumée d'une huile dépend de la teneur en acides gras libres et d'autres composés volatils (Graille, 2003 ; Fgan et al., 1981). Les résultats indiquent que nos huiles à l'exception de l'huile de la variété *Oléastre* contiennent des quantités élevées en acides gras libres.

III.1.2.5. L'indice de réfraction :

L'indice de réfraction permet de déterminer le degré d'insaturation des acides gras des huiles. Un indice de réfraction élevé permet de conclure à la présence de doubles liaisons. Le tableau ci-dessous montre les résultats de l'indice de réfraction des 5 variétés.

On remarque que les valeurs de l'indice de réfraction sont sensiblement identiques pour les huiles des cinq variétés. Ces résultats montrent que ce paramètre est inférieur à la valeur minimale exigée par la norme.

Tableau 22: Résultats de l'indice de réfraction de l'huile des cinq variétés.

Variété	L'indice de réfraction	Norme
<i>Chemlal</i>	1.46655	1.4677-1.4765
<i>Hamra</i>	1.46646	
<i>Sigoise</i>	1.46745	
<i>Oléastre</i>	1.46635	
<i>Oléastre greffé</i>	1.46735	

III.1.2.6. Extinction spécifique à l'UV :

L'extinction spécifique par spectrophotométrie dans l'UV à 232 nm et à 270 nm renseignent sur l'autooxydation et le degré de stabilité de l'huile au cours du stockage (Tsaknis et al., 2002).

Les résultats de l'indice d'extinction à l'UV sont représentés dans le tableau 19. D'après les résultats obtenus, les coefficients d'extinction à 232 nm des huiles étudiées sont conformes aux normes, avec des valeurs comprises entre 0.89 et 2.08.

Ce coefficient d'extinction à 232 nm, considère comme un indicateur de l'état de fraîcheur de la matière de l'huile, nous renseigne sur la formation des produits primaires de l'oxydation représentés par les hydroperoxydes et les systèmes diène conjugués (Mordret et al., 1997). Donc nos huiles contiennent une faible proportion de peroxydes dont l'huile de variété *Oléastre* marque probablement la teneur la plus faible en ces composés.

Tableau 23: Résultats de l'extinction dans l'UV à 232 nm et à 270 nm.

Variété	Extinction spécifique à 232 nm	Norme	Extinction spécifique à 270nm	Norme
<i>Chemlal</i>	1.76	3.5	0.26	0.25
<i>Hamra</i>	2.08		0.33	
<i>Sigoise</i>	1.27		0.27	
<i>Oléastre</i>	1.47		0.38	
<i>Oléastre greffé</i>	0.89		0.26	

Cependant les résultats de coefficient d'extinction à 270 nm sont légèrement supérieurs à la norme. En effet, ce coefficient nous renseigne sur la présence de produits secondaires d'oxydation (Mordret et al.,1997).

Il apparaît d'après ces résultats, que les huiles de variétés *Chemlal*, *Sigoise* et *Oléastre greffé* ont les faibles coefficients d'extinction à 270nm, donc renferme les faibles teneurs en hydroperoxydes.

III.1.3.Composition en acides gras :

La composition en acides gras des cinq variétés d'huile a été déterminée par chromatographie en phase gazeuse de leurs esters méthyliques. La composition en acides gras de nos huiles sont illustrées par les figures 5, 6, 7, 8 et 9.

Il est à signalé que le temps d'élution de chaque chromatogramme est 24minutes et fait montré 6 pics.

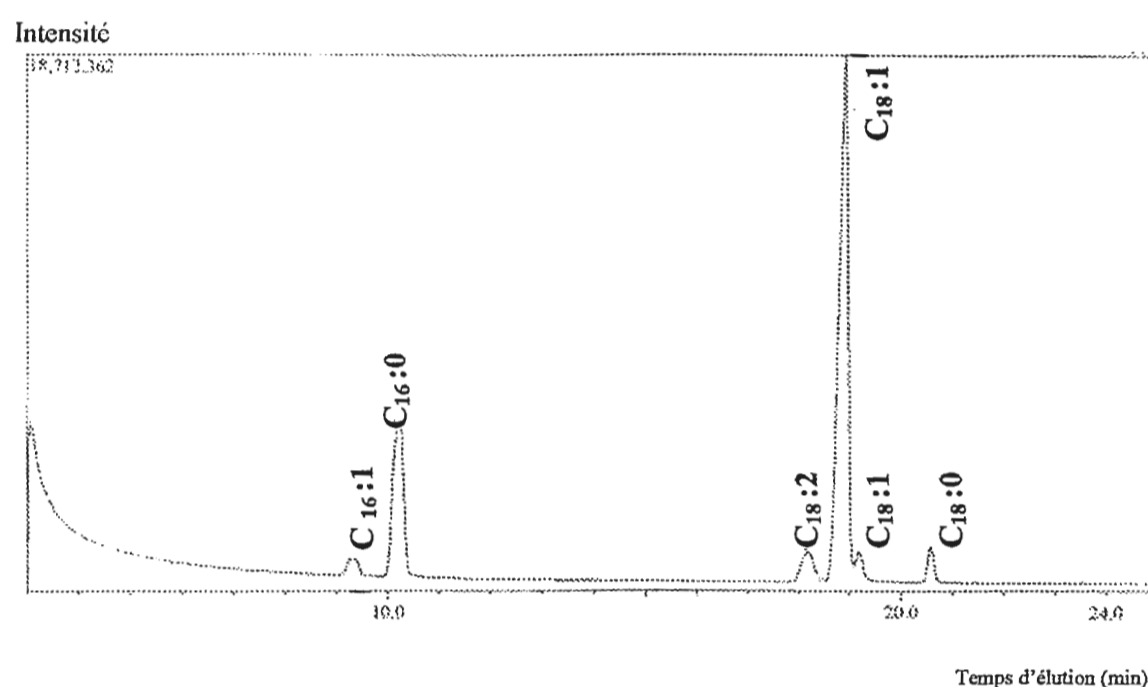


Figure 05: Chromatogramme des acides gras de l'huile de la variété *Chemlal*

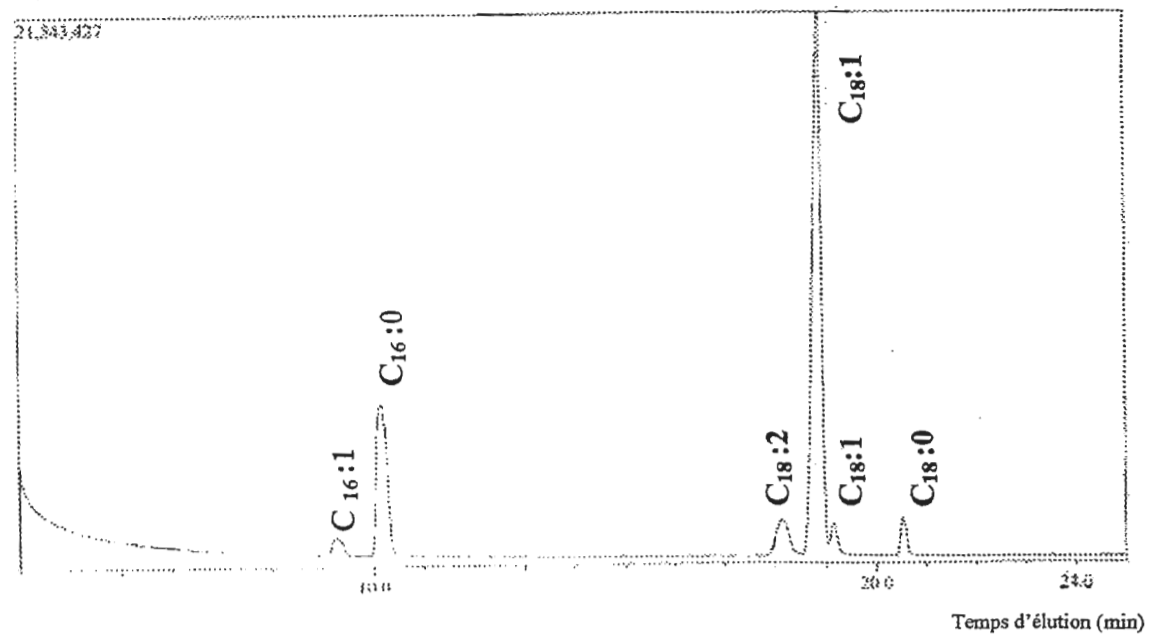


Figure 06: Chromatogramme des acides gras de l'huile de la variété *Hamra*

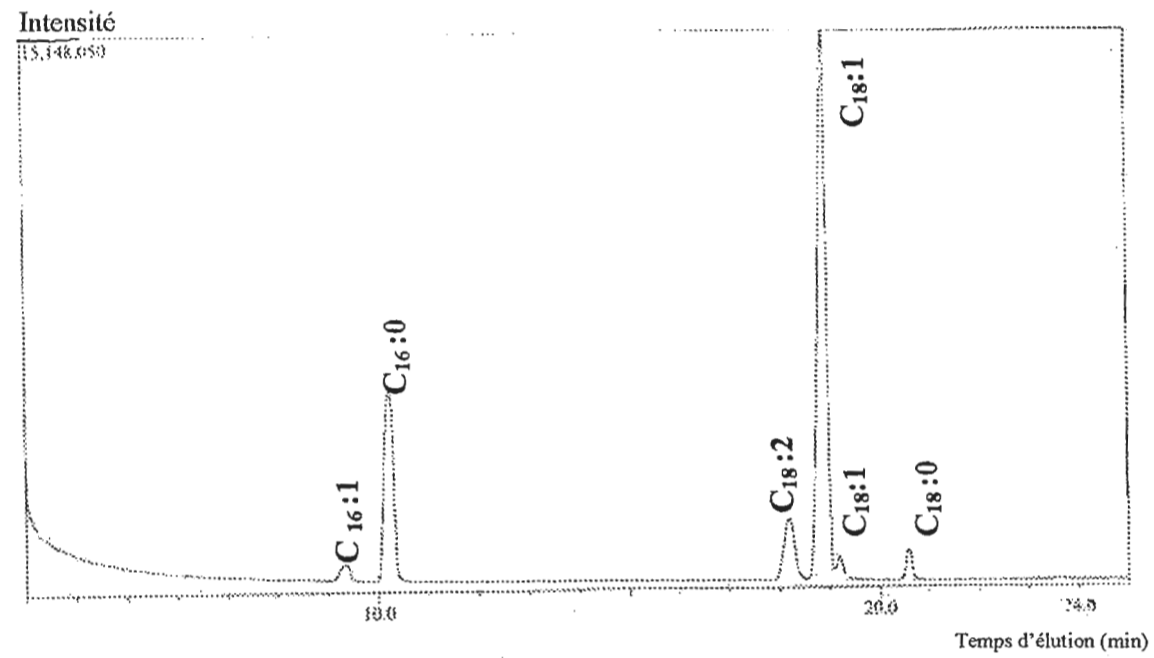


Figure 7 : Chromatogramme des acides gras de l'huile de la variété *Sigoise*

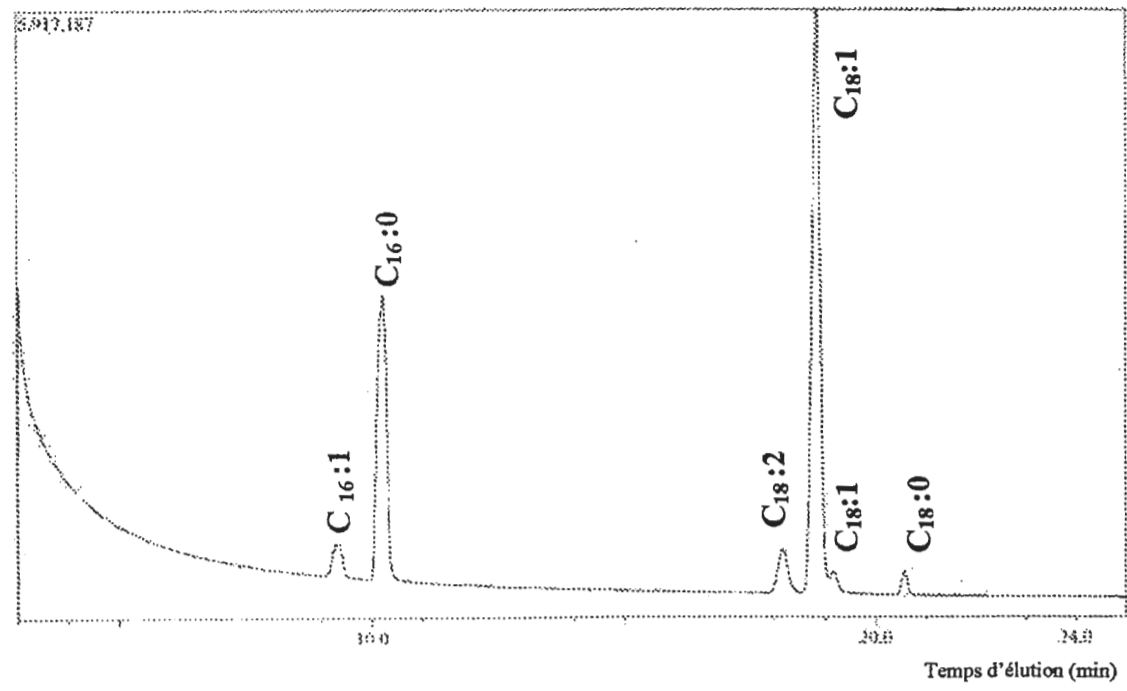


Figure 08 : Chromatogramme des acides gras de l'huile de la variété *Oléastre greffé*

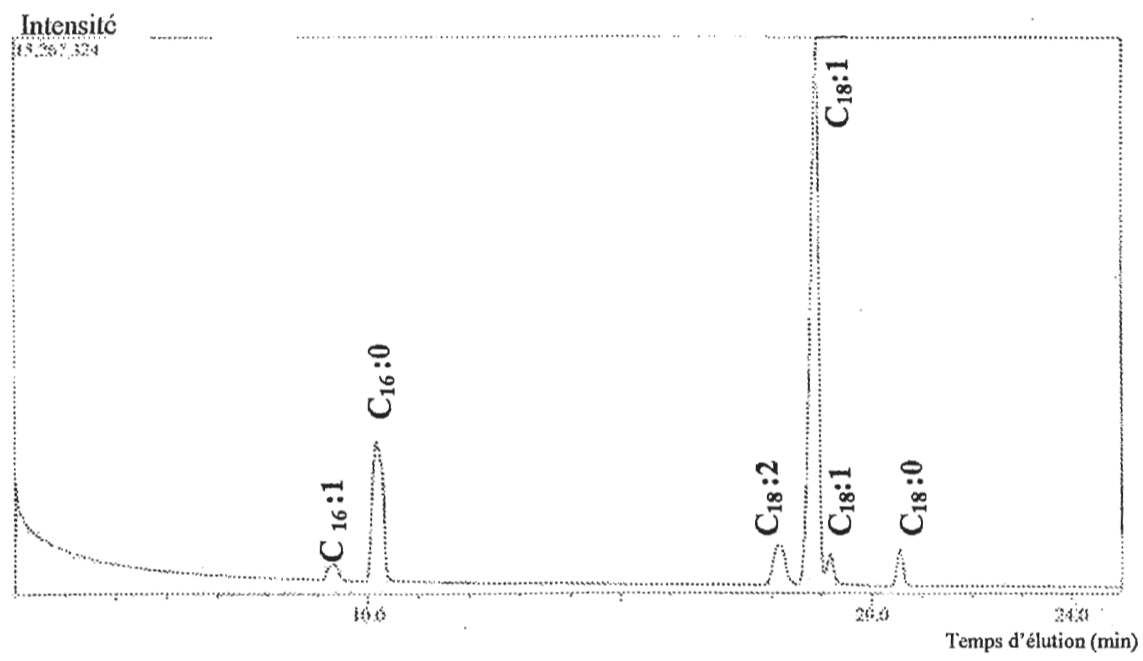


Figure 09 : chromatogramme des acides gras de l'huile de la variété *Oléastre*

L'étude de la composition acide des diverses variétés permet de distinguer les acides gras suivants :

- Des acides gras saturés :
Acide palmitique (C 16 :0) ;
Acide stéarique C18 :0) ;
- Des acides gras monoinsaturés :
Acide palmitoléique (C16 :1 Δ_9);
Acide oléique (C18 :1 Δ_9);
Acide vaccénique (18 :1 Δ_{11});
Acide octadécanoïque (C18 :1 Δ_{12});
- Des acides gras polyinsaturés :
Acide linoléique (C18 :2 $\Delta_{9,12}$).

On remarque principalement que le taux de l'acide oléique, acide gras majeur de l'huile d'olive est le plus faible pour la variété *Oléastre greffé* (59.19%) alors qu'il est élevé pour les variétés *Oléastre* (67.80%) et *Chemlal* (67.05%); il a des valeurs intermédiaires de 66.81%, pour la variété *Sigoise*.

Le pourcentage le plus élevé de l'acide linoléique est observé chez la variété *Sigoise* (7.02%) et le plus bas chez la variété *Chemlal* (3.58%), les autres variétés présentent des taux comprises entre 4.26% et 4.75%.

Les huiles de cinq variétés sont riches en acide palmitique, dont 22.12% pour la variété *Sigoise*, 19.49 % pour la variété *Chemlal*, 18.48% pour la variété *Hamra*, 17.43% pour la variété *Oléastre* mais le pourcentage le plus élevé est observé chez la variété *Oléastre greffé* 28.81%.

Les autres acides gras à savoir l'acide palmitoléique, l'acide stéarique, l'acide vaccénique et l'acide 12- octadécanoïque sont faiblement représentés, bien que leurs taux changent en fonction de la variété. Il est remarquable, d'après les mêmes chromatogrammes que, mis à part les variétés *Sigoise* et *Oléastre greffé* qui présentent un taux en acide palmitique de l'ordre respectifs 22.12% et 28.81% (supérieur à la valeur limite de la norme), toutes les huiles des variétés d'olivier considérées ont, des compositions en acide gras conforme à la norme.

La proportion en acides gras saturés (AGS) est variable; elle oscille entre 21.86% pour la variété *Oléastre* et 31.25% pour la variété *Oléastre greffé*. De même, le pourcentage des acides gras insaturés (AGI) varie légèrement en fonction des variétés, il est généralement de l'ordre de 70% pour toutes les variétés mais le taux le plus important est enregistré chez la variété *Oléastre* (78.14%) alors que le taux le plus bas est enregistré chez la variété *Oléastre greffé*.

Les résultats analytiques obtenus par Leone et Vitagliano (1990) affirment que la composition en acides gras de l'huile est fortement influencée par la variété et à moindre mesure par les conditions climatiques.

En outre, la permanence prolongée de la drupe sur la plante se traduit par une augmentation des acides insaturés, notamment l'acide linoléique, et par une diminution des acides gras saturés, notamment l'acide palmitique. La proportion d'acide linoléique dans les régions chaudes a tendance à être plus élevée (Leone et Vitagliano, 1990).

Tableau 24 : Comparaison de la composition en AGS et AGI des huiles.

Variété	AGI%	AGS %
Chemlal	76.20	23.80
<i>Hamra</i>	76.87	23.13
<i>Sigoise</i>	74.31	25.69
<i>Oléastre</i>	78.14	21.86
<i>Oléastre greffé</i>	68.75	31.25

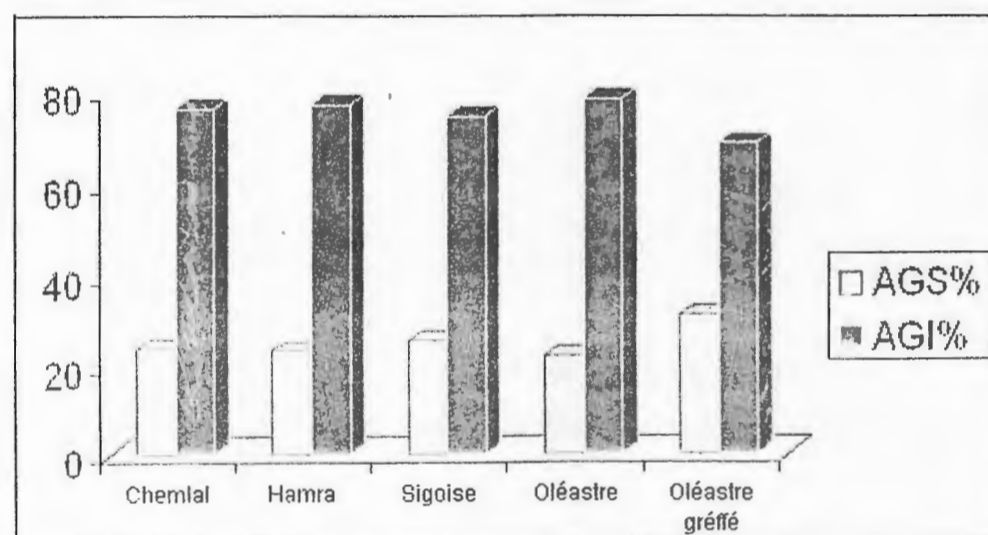


Figure 10 : Comparaison de la composition en AGS et AGI des huiles.

III.1.4. Contrôle microbiologique de l'huile d'olive vierge :

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 (Guiraud, 1998).

Les principaux micro-organismes recensés dans l'huile d'olive sont des bactéries tel que les *Xanthomonas*, des levures, principalement *Torulopsis* et *Candida* et à moindre mesure des champignons, principalement les *Penicillium* (Tanilgana et al., 2007).

De ce fait il n'existe pas une réglementation indiquant le nombre maximal tolérable, cependant, les organismes nationaux et internationaux de normalisation tel que AFNOR, exigent l'absence des germes pathogènes ainsi que leur toxines (Guiraud, 1998).

L'analyse microbiologique de nos huiles a conduit aux résultats résumés dans le tableau 20.

L'analyse microbiologique des cinq échantillons de l'huile d'olive des différentes variétés ont montré la présence des micro-organismes dans tous les échantillons, dont le taux de la flore aérobie mésophile (FTAM) est abondant par rapport aux autres micro-organismes, et oscille entre $20 \cdot 10^4$ UFC/ml à $50 \cdot 10^4$ UFC/ml pour chaque échantillon.

Par contre un taux de contamination faible est enregistré avec la flore psychrophiles pour lequel, il vari entre 10^3 UFC/ml à $19 \cdot 10^3$ UFC/ml.

Tableau 25 : Qualité microbiologique de l'huile d'olive des cinq variétés.

Les variétés Flores	<i>Chemlel</i> (UFC/ml)	<i>Hamra</i> (UFC/ml)	<i>Sigoise</i> (UFC/ml)	<i>Oléastre</i> (UFC/ml)	<i>Oléastre greffé</i> (UFC/ml)
FTAM	$20 \cdot 10^4$	$37 \cdot 10^4$	$50 \cdot 10^4$	$27 \cdot 10^4$	$45 \cdot 10^4$
Entérobactéries	00	00	00	00	00
Levures	$26 \cdot 10^3$	$11 \cdot 10^3$	$15 \cdot 10^3$	$28 \cdot 10^3$	$7 \cdot 10^3$
Moisissures	$4 \cdot 10^3$	00	00	00	$6 \cdot 10^3$
Psychrophiles	$1 \cdot 10^3$	$15 \cdot 10^3$	$9 \cdot 10^3$	$2 \cdot 10^3$	$19 \cdot 10^3$
Bactéries lactiques	$30 \cdot 10^3$	$3 \cdot 10^3$	$6 \cdot 10^3$	$24 \cdot 10^3$	$2 \cdot 10^3$
Flore lipolytique	+	++	++	—	+++

+ : Présence d'une activité lipolytique.

En revanche, on a mis en évidence une activité lipolytique dans quatre échantillons, celle-ci est plus intense dans l'échantillon de l'huile d'olive de la

variété *oléastre greffé* et moins apparente dans les trois échantillons restants, ces résultats confirment la présence d'une flore lipolytique. Par contre l'activité lipolytique est absente dans l'huile d'olive de la variété *Oléastre*.

Pour évaluer la présence d'un risque sanitaire, les bons indicateurs sont les entérobactéries, les résultats de dénombrement des entérobactéries de nos huiles montre l'absence totale de ces germes, cette absence est liée à l'efficacité de la bonne pratique d'hygiène, donc la diminution du risque d'intoxication alimentaire, celle-ci ne surgissent généralement qu'à des taux élevés et couplés avec une FTAM supérieur à 10^5 UFC/ml (Bourgeois et Leveau, 1991).

Cependant, les résultats relatifs à la recherche des levures et moisissures ont montré que le nombre est variable d'une huile à une autre et oscille entre $7 \cdot 10^3$ et $28 \cdot 10^3$ UFC/ml et 0 et $6 \cdot 10^3$ respectivement. Ces résultats vont et ceux trouvés par Ciafardini (2004) qui a isolé à partir d'huile d'olive de la variété *leccino* une flore composée essentiellement de levures du genre *Williopsis californica* et d'autres genres et espèces sont également trouvées, notamment *Saccharomyces cerevisiae*, *Candida boidinii*.

Ciafardini (2004), a trouvé aussi que les huiles d'olives extraites par système traditionnel présentent une teneur en levures plus élevée (30% de plus) que les huiles d'olives extraites par système continu (Chimi, 2005). Ce résultat est en accord avec nos résultats, car l'huile d'olive de la variété *Chemlal* extraite par système traditionnel présente un taux élevé de levures et moisissures. Par contre les autres huiles d'olives qui sont extraits par système continu contiennent un taux faible de levures et moisissures.

Les levures et moisissures peuvent altérer les qualités organoleptiques des huiles en les rendant impropre à la consommation (Ait Abdelouahab, 2007).

Par ailleurs, la numération de la flore lactique dans les cinq échantillons a montré que le nombre de colonies est compris entre $2 \cdot 10^3$ et $35 \cdot 10^3$ UFC/ml.

La présence d'une riche flore de micro-organismes et, notamment de levures, peut modifier les propriétés physico-chimique et sensorielles des huiles d'olives via la production d'enzymes particulières. En effet, certaines souches de levures produisent l'enzyme β -glucosidase qui hydrolyse l'oleuropéine, responsable de l'amertume (Chimi, 2005). Les résultats de dénombrement de levures et moisissures de nos huiles étudiées confirment ce qui est obtenu avec la détermination de l'acidité, car l'huile d'olive de la variété *Oléastre* qui possède l'acidité la plus élevée semble contenir un taux élevé en levures et moisissures.

III.1.5 Analyse organoleptique de l'huile d'olive:

L'évaluation sensorielle est une technique qui permet d'analyser la qualité organoleptique d'un produit au sens large, c'est à dire tout ce que le consommateur va être capable de percevoir par ses sens (Chene, 1998).

De point de vue organoleptique, les facteurs affectant la qualité d'une huile d'olive sont très variées. Certains d'entre eux sont regroupés dans ce qu'on appelle l'agronomiques, y compris la variété d'olive, l'origine, système de la culture employé (taille, la fertilisation, ...) ainsi que la maturation, la collecte, le stockage et le transport des olives (Psyllakis *et al.*, 1980).

Les résultats de l'analyse sensorielle sont résumés dans les questionnaires suivants : (tableau 26, 27, 28, 29,30)

Tableau 26: Résultats donnés par le dégustateur 01

Dégustation
<p>Visuel : couleur- intensité- qualité :</p> <p>Chemlal : vert d'olive, intense, bonne couleur</p> <p>Hamra : jaune vert, intensité moyenne</p> <p>Sigoise : jaune vert, intense, bonne couleur</p> <p>Oléastre : vert jaune, intensité moyenne, bonne couleur</p> <p>Oléastre greffé : jaune</p> <p>Olfactif : intensité- qualité – type -caractère :</p> <p>Chemlal : odeur de l'huile d'olive, intense, bon odeur</p> <p>Hamra : odeur de l'huile d'olive, intense</p> <p>Sigoise : odeur d'huile d'olive, intense</p> <p>Oléastre : très intense</p> <p>Oléastre greffé : odeur d'huile d'olive</p> <p>En bouche : ardeur -amertume-consistance (fluidité, onctuosité)- intensité et qualité des arômes- persistance aromatique :</p> <p>Chemlal : goût d'huile d'olive, intense, acceptable, persistance aromatique</p> <p>Hamra : goût intense, onctueuse, persistance aromatique</p> <p>Sigoise : amer, intense, ardent, inacceptable, persistance aromatique</p> <p>Oléastre : presque sans goût</p> <p>Oléastre greffé : bon goût, acceptable, non ardent, pas de persistance aromatique</p> <p>Harmonie générale - jugement d'ensemble :</p> <p>Chemlal : huile de bonne qualité</p> <p>Hamra : acceptable</p> <p>Sigoise : huile de qualité moyenne</p> <p>Oléastre : inacceptable</p> <p>Oléastre greffé : acceptable</p>
Note de 0 à 5
<p>Chemlal : 4</p> <p>Hamra : 2</p> <p>Sigoise : 2</p> <p>Oléastre : 0</p> <p>Oléastre greffé : 5</p>

Tableau 27: Résultats donnés par le dégustateur 02.

Dégustation
<p>Visuel : couleur- intensité- qualité :</p> <p>Chemlal : vert d'olive, intense</p> <p>Hamra : vert jaune, intensité moyenne</p> <p>Sigoise : jaune, intense</p> <p>Oléastre : vert jaune, intensité moyenne</p> <p>Oléastre greffé : jaune clair</p> <p>Olfactif : intensité- qualité – type -caractère :</p> <p>Chemlal : odeur de l'huile d'olive, très intense</p> <p>Hamra : odeur de l'huile d'olive, très intense</p> <p>Sigoise : odeur d'huile d'olive, très intense</p> <p>Oléastre : odeur d'intensité moyenne</p> <p>Oléastre greffé : bon odeur</p> <p>En bouche : ardeur -amertume-consistance (fluidité, onctuosité)- intensité et qualité des arômes- persistance aromatique :</p> <p>Chemlal : goût très intense et acceptable, persistance aromatique</p> <p>Hamra : goût très intense, persistance aromatique</p> <p>Sigoise : ardent, intense persistance aromatique</p> <p>Oléastre : sans gout, persistance aromatique</p> <p>Oléastre greffé : bon gout, acceptable, pas de persistance aromatique</p> <p>Harmonie générale - jugement d'ensemble :</p> <p>Chemlal : huile de bonne qualité</p> <p>Hamra : huile acceptable</p> <p>Sigoise : huile de qualité moyenne</p> <p>Oléastre : huile inacceptable</p> <p>Oléastre greffé : huile de bonne qualité</p>
Note de 0 à 5
<p>Chemlal : 4</p> <p>Hamra : 2</p> <p>Sigoise : 3</p> <p>Oléastre : 5</p> <p>Oléastre greffé : 5</p>

Tableau 28: Résultats donnés par le dégustateur 03.

Dégustation
<p>Visuel : couleur- intensité- qualité :</p> <p>Chemlal : vert d'olive, intense Hamra : vert jaune Sigoise : vert d'olive Oléastre : vert jaune Oléastre greffé : jaune clair</p> <p>Olfactif : intensité- qualité – type -caractère :</p> <p>Chemlal : bonne odeur Hamra : odeur acceptable Sigoise : bonne odeur Oléastre : aucun odeur relatif à l'huile d'olive Oléastre greffé : odeur inacceptable</p> <p>En bouche : ardeur -amertume-consistance (fluidité, onctuosité)- intensité et qualité des arômes- persistance aromatique :</p> <p>Chemlal : bon gout, sans persistance aromatique Hamra : amer, persistance aromatique Sigoise : amer persistance aromatique Oléastre : gout intense, inacceptable, persistance aromatique Oléastre greffé : bon gout, pas de persistance aromatique</p> <p>Harmonie générale - jugement d'ensemble :</p> <p>Chemlal : huile de bonne qualité Hamra : huile de qualité moyenne Sigoise : huile bonne qualité Oléastre : huile inacceptable Oléastre greffé : huile inacceptable</p>
Note de 0 à 5
<p>Chemlal : 5 Hamra : 4 Sigoise : 3 Oléastre : 2 Oléastre greffé : 1</p>

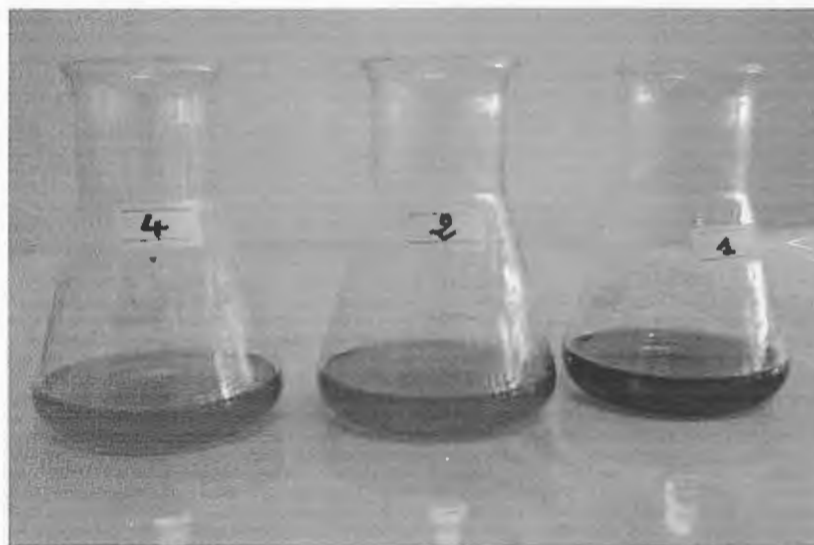
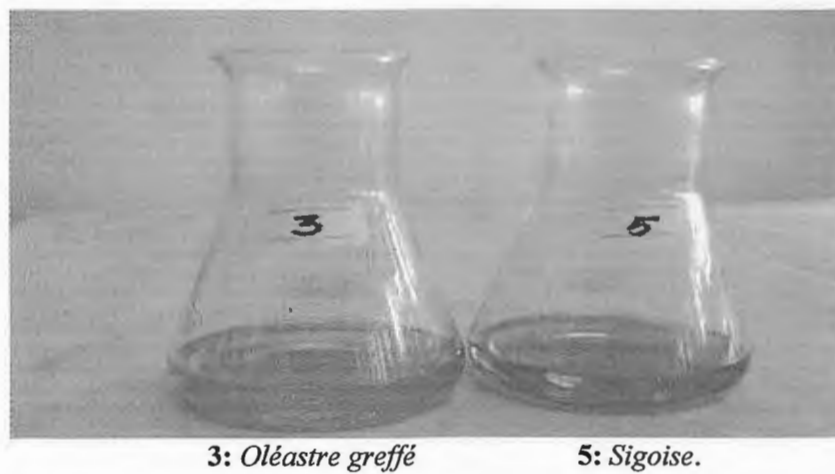
Tableau 29: Résultats donnés par le dégustateur 04.

Dégustation
<p>Visuel : couleur- intensité- qualité Chemlal : vert d'olive, intense Hamra : vert clair Sigoise : vert jaune Oléastre : vert jaune Oléastre greffé : jaune</p> <p>Olfactif : intensité- qualité – type -caractère : Chemlal : odeur d'huile de grignons, intense Hamra : bonne odeur, odeur d'huile d'olive Sigoise : bonne odeur Oléastre : odeur acceptable, intense Oléastre greffé : odeur moyenne</p> <p>En bouche : ardeur -amertume-consistance (fluidité, onctuosité)- intensité et qualité des arômes- persistance aromatique : Chemlal : bon gout, sans persistance aromatique Hamra : bon gout, pas de persistance aromatique Sigoise : amer Oléastre : bon gout , persistance aromatique Oléastre greffé : gout d'huile d'olive, intense ardent, persistance aromatique</p> <p>Harmonie générale - jugement d'ensemble : Chemlal :huile inacceptable Hamra : huile de très bon qualité Sigoise :huile bonne qualité Oléastre : huile de qualité moyenne Oléastre greffé : huile inacceptable</p>
Note de 0 à 5
<p>Chemlal :2 Hamra :5 Sigoise :4 Oléastre :3 Oléastre greffé : 2</p>

Tableau 30: Résultats donnés par le dégustateur 05.

Dégustation
<p>Visuel : couleur- intensité- qualité :</p> <p>Chemlal : vert d'olive, Hamra : vert clair Sigoise : vert clair Oléastre : vert clair Oléastre greffé : jaune</p> <p>Olfactif : intensité- qualité – type -caractère :</p> <p>Chemlal : bonne odeur, odeur d'olive Hamra : bonne odeur, odeur d'huile d'olive Sigoise : odeur de l'huile d'olive Oléastre : intense Oléastre greffé : bon gout</p> <p>En bouche : ardeur -amertume-consistance(fluidité, onctuosité)- intensité et qualité des arômes- persistance aromatique :</p> <p>Chemlal : bon gout, sans persistance aromatique Hamra : gout doux Sigoise : amer, ardent Oléastre : ardent, intense Oléastre greffé : bon gout</p> <p>Harmonie générale - jugement d'ensemble :</p> <p>Chemlal : bon huile Hamra : huile acceptable Sigoise : huile acceptable Oléastre : huile de qualité moyenne Oléastre greffé : huile de qualité moyenne</p>
Note de 0 à 5
<p>Chemlal : 4 Hamra : 2 Sigoise : 2 Oléastre : 3 Oléastre greffé : 3</p>

L'analyse visuel (photo 5 et 6) des cinq variétés d'huiles d'olive est en accord à ce qui est indiqué par les dégustateurs. L'huile de la variété *Chemlal* a la couleur verte de son fruit, caractéristique d'une huile traditionnelle riche en chlorophylles. L'aspect est limpide qui indique la fraîcheur des olives. Pour l'huile de la variété *Hamra*, la couleur est verte jaune, intense, d'un aspect onctueux. Cependant, l'huile de variété *Sigoise* a une couleur jaune vert très claire et limpide, ce qui indique la fraîcheur de la matière première. En ce qui concerne l'huile de la variété *Oléastre*, la couleur est verte jaune, intense avec un aspect trouble qui dépend de la variété et la composition acide, alors que la variété *Oléastre greffé* a une couleur jaune clair et limpide caractéristique de la pureté.

4: *Oléastre*2: *Hamra*1: *Chemlal*.**Photo 5 :** Aspect visuel des variétés *Chemlal*, *Hamra* et *Oléastre* .3: *Oléastre greffé*5: *Sigoise*.**Photo 6 :** Aspect visuel des variétés *Oléastre greffé* et *Sigoise*.

Au niveau olfactif, selon les dégustateurs l'huile de la variété *Chemlal* présente une odeur typique d'huile d'olive malgré son intensité. Toutefois, les huiles de variété *Hamra* et *Sigoise* ont des odeurs acceptables, par contre l'huile de variété *Oléastre* caractérisée par un mélange des odeurs intenses, inacceptables et de qualité mauvaise (odeur du rance). ce dernier est due probablement à la libération d'acides gras saturés à chaîne courte (Ait Abdelouahab, 2007).

De même l'huile de la variété *Oléastre greffé* est caractérisée par une odeur forte et peu acceptable.

A la bouche, selon les dégustateurs, l'huile de la variété *Chemlal* présente un goût typique d'huile d'olive, intense mais acceptable par tous les dégustateurs. Alors que l'huile de la variété *Hamra* présente un goût doux acceptable, en plus une légère ardeur, elle est onctueuse. De même l'huile de la variété *Sigoise* présente un goût fruité avec une faible amertume qui est due à la présence des polyphénols, plus ils sont nombreux, plus ils renforcent l'amertume d'huile d'olive. Aussi, la présence des feuilles en forte proportion donne des huiles amères (Interesse et Ruggiers, 1971).

Par ailleurs, l'huile de la variété *Oléastre* est caractérisée par un goût très intense et très ardeur avec une persistance aromatique, l'aspect est fluide. Cette huile est inacceptable. Pour l'huile de la variété *Oléastre greffé*, le goût est très intense, ardeur avec une persistance aromatique.

Enfin la classification et l'attribution des notes par les dégustateurs aux huiles des cinq variétés étudiées fait montrer que :

L'huile de variété *Chemlal* typique et de qualité remarquable avec une note de 4
Huile de la variété *Hamra* et *Sigoise* sont des huiles de qualité avec une note de 3.

Huile de la variété *Oléastre greffé* est huile de qualité moyenne avec une note de 1.

Huile de la variété *Oléastre*, convient d'après les dégustateurs à une huile éliminée avec une note de 0.

Conclusion

Conclusion

La finalité du travail réalisé est d'étudier l'effet variétal sur les caractéristiques qualitatives et quantitatives de l'huile d'olive. En se basant sur les résultats obtenus, notre attention peut être portée sur certains paramètres physico-chimiques sur la base desquels les huiles des variétés étudiées ont pu être classées.

Les huiles des variétés Chemlal, Hamra, Sigoise, Oléastre sont caractérisées par une acidité supérieure aux normes du C.O.I avec des valeurs comprises entre 4.03 et 9.56%, preuve que nos huiles ont été affectées par les conditions de récolte, d'extraction et de conservation par conséquent, elles sont classées dans la catégorie d'huile d'olive lampante, impropre à la consommation en l'état, à l'exception de l'huile de la variété *Oléastre greffé* qui présente une acidité de 6.05% ce qui permet de la classer dans la catégorie huile d'olive vierge courante.

Cependant, toutes les variétés montrent des indices de peroxyde faible qui répondent aux normes du C.O.I dont la valeur la plus basse est observée chez l'huile de la variété *Chemlal* (0.96 meq d'O₂/Kg d'H). alors que la teneur la plus élevée est obtenue avec l'huile de la variété *Oléastre greffé* (3.86 meq d'O₂/Kg d'H).

Les valeurs trouvées de l'indice d'iode qui varient de 70.10 et 89.88 (g d'iode /100g d'huile) montrent qu'il n'existe pas de différence significative entre les huiles, il ressort de ces valeurs que nos huiles contiennent en moyenne 75% d'acide gras insaturé.

L'évolution de ces paramètres de classement est influencée par la teneur en composants mineurs de l'huile d'olive. La variété *Chemlal* est riche en composés phénoliques et en caroténoïdes ceux-ci confèrent à cette huile une meilleure stabilité à l'oxydation et une grande aptitude à la conservation.

Par ailleurs l'étude de la composition en acide gras montre que toutes les huiles sont très riches en acides oléique (C18 :1) en particulier l'huile de la variété *Oléastre* et *Chemlal* et *Hamra*. le taux d'acide gras saturés est faible par rapport aux acides gras insaturés dont la teneur la plus élevée est observée chez l'huile des variétés *Oléastre greffé* et *Sigoise*.

D'autre part l'étude de la qualité organoleptique de nos huiles indique qu'il y a une différence au niveau de la couleur, le goût et les arômes, aussi cette étude fait montre l'acceptabilité de l'acidité élevée par les dégustateurs.

Le contrôle microbiologique de nos huiles permet de confirmer les résultats de l'analyse physico-chimique notamment l'acidité, dont l'huile de la variété Oléastre greffé qui a la valeur d'acidité la plus faible, est la moindre chargée en microorganismes.

D'après cette étude on peut dire que la variété *Chemlal* donne une huile de qualité excellente s'il y aura des efforts pour améliorer les techniques des récoltes, et de conservation pour abaisser leur acidité.

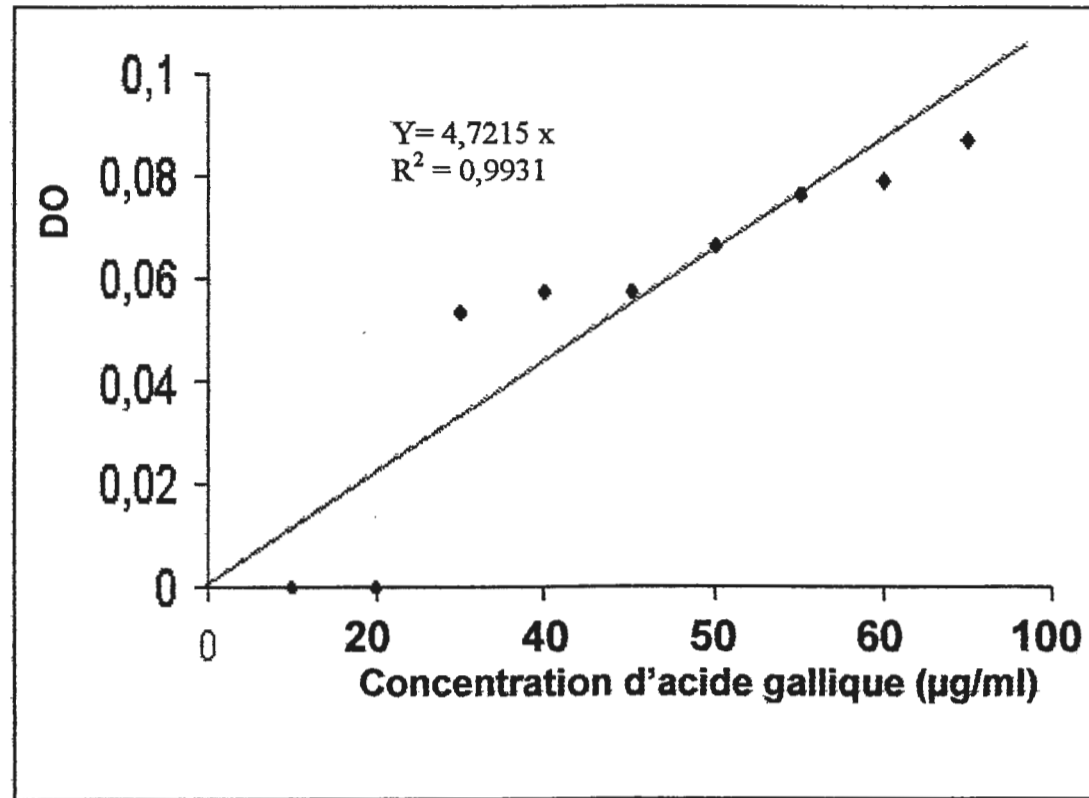
Pour mieux cadrer l'influence variétale, il serait judicieux de s'expérimenter sur des variétés obtenus dans les mêmes conditions culturales et ayant subi les mêmes traitements d'élaboration.

L'huile d'olive comme produit de première nécessité pour la majorité des Algériens, il est donné à l'état de s'occuper du secteur oléicole afin de donner une place à nos huiles au niveau du marché international. Pour cette raison, le but doit être un projet d'implantation de la culture de l'olivier et d'améliorer des techniques de culture et de production. Ceci ne peut s'exécuter qu'avec des connaissances et recherche très approfondies. Ainsi dans le cadre d'une meilleur valorisation des variétés, il est nécessaire de procéder à l'amélioration génétique par la sélection clonale de cultivars appropriés afin d'élargir la gamme variétal et de produire des huiles de qualité supérieur capable de concurrencer les huiles européennes.

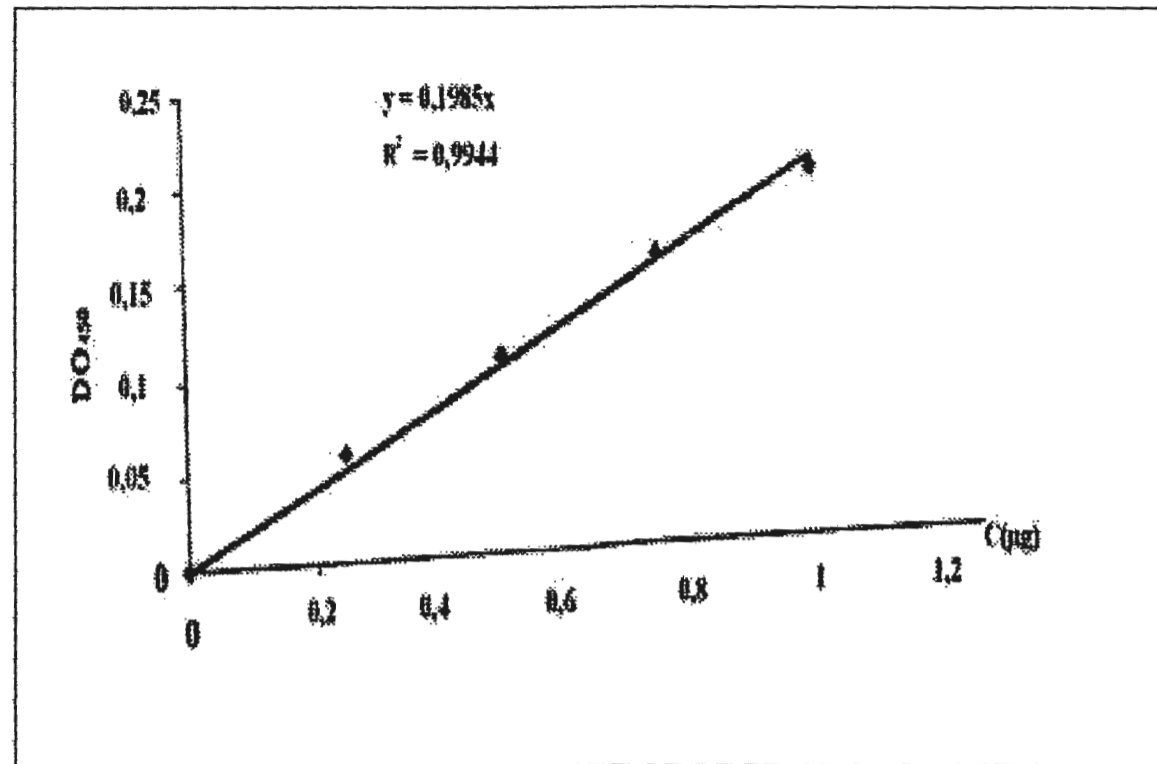
Annexe

ANNEXES

Annexe 1 : courbe d'étalonnage des polyphénols.



Annexe 02 : courbe étalon du β -carotène.



Annexe 3 : Dosage des acides gras des huiles étudiées par GC-MS

Tableau 01:Acides gras séparés de l'huile de la variété Chemlal

Acides gras	Pourcentage	Surface	Temps de rétention (min)
Acide palmitoléique C ₁₆ :1Δ ₉	1,99	2,30	9,323
Acide palmitique C ₁₆ :0	19,49	21,83	10,212
Acide linoléique C ₁₈ :2Δ _{9,12}	3,58	4,43	18,191
Acide oléique C ₁₈ :1Δ ₉	67,05	65,90	18,949
Analogue de l'acide oléique C ₁₈ :1Δ ₁₂	3,58	2,64	19,183
Acide stéarique C ₁₈ :0	4,31	2,91	20,566
	100	100	

Tableau 02:Acides gras séparés de l'huile de la variété Hamra

Acides gras	Pourcentage	Surface	Temps de rétention (min)
Acide palmitoléique C ₁₆ :1Δ ₉	1,97	2,29	9,286
Acide palmitique C ₁₆ :0	18,48	21,66	10,190
Acide linoléique C ₁₈ :2Δ _{9,12}	4,26	5,97	18,145
Acide oléique C ₁₈ :1Δ ₉	66,80	64,22	18,912
Acide vaccénique C ₁₈ :1Δ ₁₁	3,84	2,79	19,158
Acide stéarique C ₁₈ :0	4,65	3,08	20,543
	100	100	

Tableau 03: Acides gras séparés de l'huile de la variété *Sigoise*

Acides gras	Pourcentage	Surface	Temps de rétention (min)
Acide palmitoléique C ₁₆ :1Δ ₉	1,88	1,94	9,366
Acide palmitique C ₁₆ :0	22,12	23,22	10,250
Acide linoléique C ₁₈ :2Δ _{9,12}	7,02	8,89	18,204
Acide oléique C ₁₈ :1Δ ₉	62,81	61,64	18,951
Acide vaccénique C ₁₈ :1Δ ₁₁	2,60	1,88	19,196
Acide stéarique C ₁₈ :0	3,57	2,42	20,575
	100	100	

Tableau 04: Acides gras séparés de l'huile de la variété *Oléastre*

Acides gras	Pourcentage	Surface	Temps de rétention (min)
Acide palmitoléique C ₁₆ :1Δ ₉	1,96	2,15	9,259
Acide palmitique C ₁₆ :0	17,43	19,96	10,156
Acide linoléique C ₁₈ :2Δ _{9,12}	4,75	6,30	18,144
Acide oléique C ₁₈ :1Δ ₉	67,80	65,77	18,918
Acide vaccénique C ₁₈ :1Δ ₁₁	3,63	2,75	19,175
Acide stéarique C ₁₈ :0	4,44	3,07	20,560
	100	100	

Tableau 05 : Acides gras séparés de l'huile de la variété *Oléastre*

Acides gras	Pourcentage	Surface	Temps de rétention (min)
Acide palmitoléique C ₁₆ :1 Δ_9	3,25	3,57	9,344
Acide palmitique C ₁₆ :0	28,81	31,49	10,237
Acide linoléique C ₁₈ :2 $\Delta_{9,12}$	4,33	5,08	18,159
Acide oléique C ₁₈ :1 Δ_9	59,19	56,47	18,871
Acide vaccénique C ₁₈ :1 Δ_{11}	1,98	1,78	19,186
Acide stéarique C ₁₈ :0	2,45	1,61	20,581
	100	100	

Annexe 04

Tableau 06 : Les principaux variétés d'olivier en Algérie (Mendil et Sebai, 2006) :

Variétés	Synonymes	Origine	Utilisation	Le rendement en huile
Abani	Laabani	Vallée Oued El Arab-Chechar (KHENCHLA)	Huile	16 à 20 %
Aberkane	Averkane	Akbou (Bejaia)	Double aptitude (Huile et olives de table)	16 à 20 %
Aeleh	Aaleh	Chechar (Khenchela)	Huile	18 à 22 %
Aghchren d'El Ousseur	Pas de synonymes connus	Bougaa	Double aptitude (Huile et olives de table)	16 à 20 %
Aghchren de Titest	Pas de synonymes connus	Hammam Guergour	Double aptitude (Huile et olives de table)	14 à 18 %
Aghenfas	Aghenfous	Bougaa	Double aptitude (Huile et olives de table)	16 à 20 %
Agrarez	Pas de synonymes connus	Tazmalt (Bejaia)	Double aptitude (Huile et olives de table)	16 à 20 %
Aguentaou	Agnaw	Bousselah (Sétif)	Double aptitude (Huile et olives de table)	16 à 20 %
Aharoun	Pas de synonymes connus	Haute vallée Soummam (Bejaia)	Double aptitude (Huile et olives de table)	18 à 22 %
Aimel	Haimel - Ayemel	Ait aimel (Bejaia)	Huile	18 à 22 %
Akerma	Pas de synonymes connus	Hammam Guergour (Sétif)	Double aptitude (Huile et olives de table)	18 à 22 %
Azeradj	Araj « Adjeraz»	Kabylie (Région de Sedouk – W de Bejaia)	Double aptitude (Huile et olives de table)	24 à 28 %
Blanquette de Guelma	Pas de synonymes connus	Guelma	Huile	18 à 22 %
Bouchouk Guergour	Pas de synonymes connus	Guergour (Sétif)	Double aptitude (Huile et olives)	22 à 26 %

			de table	
Bouchouk lafayette	Pas de synonymes connus	Bougaa (Sétif)	Double aptitude (Huile et olives de table)	22 à 26 %
Bouchouk Soummam	Bouchouk Sidi-aich , (Avouchouk)	Sidi-aich (Bejaia)	Double aptitude (Huile et olives de table)	22 à 26 %
Boughnfous	Pas de synonymes connus	Bouandas	Huile	22 à 26 %
Bouichret	Boutichrat (Avouichert)	Tazmalt	Huile	20 à 24 %
Boukaila	Pas de synonymes connus	Constantine	Huile	16 à 20 %
Bouricha	Bouricha (Olive d'El-Arouch)	El Harrouch (Skikda)	Huile	18 à 22 %
Chemlal	Achamlal-Achamli-Achemlal	Kabylie	Huile	18 à 22 %
Ferkani	Ferkane	Ferkane (Tebessa)	Huile	28 à 32 %
Grosse du Hamma	La grosse du Hamma Qelb Ethour Cœur de bœuf	Hamma (Constantine)	Double aptitude (Huile et olives de table)	16 à 20 %
Hamra	Rougette ou Roussette	Jijel	Huile	18 à 22 %
Limli	«imeli» «Limeli»	Sidi aich (Bejaia)	Huile	20 à 24 %
Longue de Miliana	Pas de synonymes connus	Miliana	Double aptitude (Huile et olives de table)	16 à 20 %
Mekki	Pas de synonymes connus	Khenchla	Huile	12 à 16 %
Neb Djemel	Pas de synonymes connus	Vallée d'OueEl Arab (Cherchar - Khenchla)	Huile	16 à 20 %
Ronde de Miliana	Pas de synonymes connus	Vallée de Miliana (Ain Defla)	Double aptitude (Huile et olives de table)	16 à 20 %
Rougette de Mitidja	Pas de synonymes connus	Plaine de Mitidja	Huile	18 à 20 %
Sigoise	Olive de Tlemcen, Olive	Plane de Sig (Mascara)	Double aptitude (Huile et olives)	18 à 22 %

	du Tell		de table)	
Souidi	Pas de synonymes connus	Chechar (Khenchla)	Huile	—
Tabelout	Tabelout «Abelout»	Zone montagneuse du golf de Bejaia (Versant nord des Babores)	Huile	20 à 24 %
Tefah	Atefah-Tefahi	Sedouk (Bejaia)	Double aptitude (Huile et olives de table)	18 à 22 %
Takesrit	Pas de synonymes connus	El Kseur (Bejaia)	Huile	16 à 20 %
Zeletni	Zlitni	Chechar (Khenchla)	Huile	14 à 18 %

*Références
bibliographiques*

A-B

Ait Abdelouahab N, 2007. Microbiologie alimentaire. *Office des publications universitaires* 2^{ème} édition, 31-33.

Alais, C et Linden G, 1997. Biochimie alimentaire. *Masson*, 57-69.

Amamou T, 1999. Variété des techniques anciennes, *Cahier d'histoire des techniques. Publication de l'Université de Provence*, 127-128.

Argenson C, Régis S, Jourdain J.M, et Vaysse P, 1999. L'olivier. *Ctifl*, 12-204.

Baaziz C, Baghouil N, Guffens J, Geerts V, Sternotte M et Stassin A, 2005. Les matières grasses : Anges ou démons, didactique spéciale en science naturelles. *Université catholique de Louvain*, 28-57.

Barnouin A et Laurent A, 2002. La qualité : un facteur essentiel pour l'avenir des huiles en méditerranée. *Technique Oléotechnique*, 6-8.

Bcherrawi N, 2002. Extraction des polyphénols des margines. *Université Libanaise*, 34-45.

Ben Takaya I et Hssouna M, 2005. Etude de la stabilité oxydative de l'huile d'olive extra tunisienne au cours de son stockage. *INAT, LTA, ESLAT, OCL*, 12, 2-9.

Benyahia N et Zein K, 2003. Analyse des problèmes de l'industrie de l'huile d'olive et solutions récemment développées, *SESEC II*, 12-79.

Besnard G, Khadari B, Villemur P, et Bervillé A 2000. A Cytoplasmic Male Sterility in olive cultivars (*Olea europaea L.*): phenotypic, genetic and molecular approaches. *Theor Appl Genet*, 24-30.

Bouderba, 2004. L'huile d'olive. *ITAF. Alger*, 12-15.

Boudiaf L, 1992. Olivier de A à Z, l'olivier ! Cet inconnu. *Office. Publication. Universitaire*, 8 - 16.

Boudour N, 1998. Etude comparative de composition chimique de deux variétés d'huile d'olive issues des régions de Guelma et de Tadmait. Magistère en Technologie Agro-alimentaire. *Inst Nut, Agr, Alim*, 47-99.

Bourgeois C.M et Leveau J.Y, 1991. Techniques d'analyses et de contrôle dans les industries agroalimentaires, volume 3, le contrôle microbiologique, 2^{ème} édition. *Tec. et Doc. Lavoisier*, 152-171.

Bouskou, 1996. Evaluation de la qualité de l'huile d'olive. *Rev Olivae*, 72, 1-4.

C-D

Catalano L, Franco L, De Nobili M et Leita L, 1999. Polyphenols in olive mill waste waters their depuration plant effluents: a comparaision of the Folin-Ciocalteau and HPLC methods. *Agrochimica*, 43, 193-205.

Cavusoglu A et Otkar A, 1994. Les effets des facteurs agronomiques et des conditions de stockage avant la mouture sur la qualité de l'huile d'olive. *Revue Olivae*, 52, 18-24.

- Chene C, 1998.** Aromatisation des produits alimentaires industrielle. *ADR IANOR*, 33-55.
- Chimi H, 2001.** Qualité des huiles d'olive au Maroc : enquête nationale et analyse au laboratoire. *MADREF/DERD*, 79,1-4.
- Chimi H, 2005.** Conservations comparées de l'huile d'argan et de l'huile d'olive. *Cahiers d'Etudes et de Recherches Francophones/Agricultures*, 14, 1-4.
- Chimi H, 2006.** Technologie d'extraction d'huiles d'olive et gestion de sa qualité. *MADRPM/DERD*, 141, 1-4.
- Ciafardini, 2004.** Transfer of selected yeasts to oil through olive inoculation. *International Journal of food science*, 16, 161-168.
- Claude.V ,1997.** La valorisation du glycérol :quelques perspective. *J.L. EuroTexte*, 4,10-12.
- Clément J.M, 1981.** Larousse agricole. librairie larousse. *ISBN*, 790-791.
- Cossut J, Humbert S, Defrenne B, Roelstraete L, Desmedt C, Vanuxeen M, Ferroul S, Vidal D, Garnet S, 2002.** Les corps gras : entre tradition et modernité.Projet réalisé dans le cadre du DESS QUALIMAPA. *Institut Agroalimentaire de Lille*, 4-9.
- Deiana M, Rosa A, Cao C, Pirisi F,Bandino G et Dessi A, 2002.** Novel approach to study oxidative stability of extra virgin olive oils: importance of α -tocopherol concentration. *Journal of agricultural food and chemistry*, 50, 4342-4346.
- Dendon M, Harzallah M.S, Mathlouthi M, Bouzlama M et Bouaouina T, 1998.** Action de la taille de rajeunissement sur la production de l'olivier cultivé en sec et en irrigué. *Science et Technique, Olivae* , 74, 45-55.
- 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., Mascolo A., Solinas M., Angerosa F .1980.** Valor biologico dell'olio di oliva Atti del *.Congr.Intern.sul* 3,672-638.
- Di Giovacchino L, Costantini N, Serraiocco A 1994.** Atti del Convegno « Le centrifughe a due fasi nell'estrazione dell'olio di oliva : problematiche, prospettive qualitative e implicazioni della utilizzazione dei sottoprodotti ». *Spoletto*, 1, 468-478.
- Di Giovacchino L, 1996.** L'influence des systèmes d'extraction sur la qualité de l'huile d'olive. *Sci et Tec .Olivae*, 63, 53-62.
- Di Giovacchino, M.R Mucciarella, N.Costantini,M.L Ferrante , and G.Surricchio, 2002.**Use of Nitrogen to improve stability of virgin olive oil during storage. *JAOCS*, 79, 339-341.

E- F

Egan H, Kirk R.S et Sawyer R, 1981. Pearson's chemical analysis of foods.

5^{ème} édition. *Churchill Livingstone, Longman*, 591-635.

EL Antari A, Hilal A, Boulouha B et El Moudni A 2000. Etude de l'influence de la variété, de l'environnement et des techniques culturales sur les caractéristiques des fruits et de la composition chimique de l'huile d'olive vierge extra au Maroc. *Olive*, **80**, 29-36.

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

Fakourelis N, 1987. Effect of chlorophyll and β -carotene on the oxidation stability of olive oil. *J. Food Sci*, **52**, 234-235.

Frénot M, Vierling E, 2001. Biochimie des aliments diététique du sujet bien portant. *Science des aliments*. 2^{ème} édition, 87-90.

Fuhrer F, Nutriswiss et Lyss, 2005. Manuel Suisse des denrées alimentaires, Graisses comestibles, huiles comestibles et graisses émulsionnées. *MSDA*, 7, 12-22.

G-I

Garg A, 1997. le régime alimentaire méditerranéen, utilisation de l'huile d'olive dans le régime alimentaire du diabétique. Encyclopédie mondiale de l'olivier. *Palaza Janés, Barcelone*, 376-377.

Giovacchino D.L, 1991. Extraction de l'huile des olives par le système de la pression, de la centrifugation et de la

percolation : incidence des techniques d'extraction sur les rendements en huiles. *Olivae*, **36**, 15-39.

Giovani N, Innocenza C, Luciano D, 1995. Distribution de quelques caractères phénotypique dans une collection de variété d'olivier de la sardeigne. *Olivea*, **55**, 54-58.

Gomez H errera C, JMR De la Borbolla Y Alcalá, González F. Cancho et Fernández Díez M. J. 1958. Conservación de aceitunas de molino Inst. para la Propaganda Exterior de los Productos del Olivar. *Sindicato del Olivo*, 197-199.

Graille J, 2003. Lipides et corps gras alimentaires. *Tec et Doc. Lavoisier*, 162-187.

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

Gutierrez, 1991. Cours international de formation de chef de jury de dégustation de l'huile d'olive vierge. (COI) *Lisbonne*, 13-37.

Intersse E et Ruggiero P, 1971. Action des pigments chlorophylliens. Université de Bari. *Conf. Int. Des techn Oleic. Torremolinos* 14-19.

K-L

Karleskind A, Wolff J.P, Guithsman JF, 1992. Manuel des corps gras. 1, *tec et Doc. Lavoisier. Paris*, 225-268.

Khennouf H, 2001. Contribution à l'étude de la diversité biologique de l'olivier (*Olea europea L.*), Magister en

inselected components of the Mediterranean diet: greenleafy vegetables and olive oil. *Eur. J. Clin. Nutr.*, **56**, 1149-1154.

Talantikite M, 1988. Eude comparative des principales variétés d'huile d'olive d'Algérie. Influence du raffinage sur leurs qualités organoleptiques et nutritionnelles. Magister en science agronomiques. *Inst National Agronomique, Alger*, 8-42.

Tanilgana B.K, Özcanb M et Ünverb A, 2007. Physical chemical characteristics of five Turkish olive (*Olea europea.*) varieties and their oils. *Grasas y Aceites*, **58**(2), 142-147.

Tremolieres J, Serville Y, Jacquot R et Dupin H, 1984. Manuel d'alimentation humaine : les base de l'alimentation. Tome1, 10^{ème} édition, *ESF*, Paris, 139-167.

Tsaknis J, Stavros L et Protopapa E, 2002. Effectiveness of the antioxidants BHA et BHT in selected vegetable oils during intermittent heating. *Grasas y Aceites*, **53**, 199-205.

U- V

Uzzan A, 1971. Conservation et traitement des olives entre la cueillette et la trituration. *Com.III.Conf.Int.des Techn.Oléicoles*, 887-918.

Uzzan A, 1992b. Fruits oléagineux et leurs huiles : olive et huile d'olive. Manuel des corps gras. Tome1, *Tec et Doc. Lavoisier*, Paris, 221-787.

Vasquez Roncero A, 1982. Influence de la vitamine E sur la stabilité de l'huile d'olive. *Rev Fran des Corps Gras*, **29**, (11), 451- 453.

Vekiarisa SA, Koutsaftakis A, 2002. The effect of different processing stages of olive fruit on the extracted olive oil polyphenol content. *Grasas y Aceites* **53**(3), 304-308.

Verdié M, 1990. La civilisation de l'Olivier. *Public Histoire, Paris*. 135-159.

Visioli F, Poli A, Gall C, 2002. Antioxidant and other biological activities of phenols from olives and olive oil. *Med Res Rev INRA*, **22**(1), 65-77.

Villemur P, Dosba Fet Montpellier A, 1997. Oléiculture : évolution variétale et acquisition de la maîtrise des pratiques culturelles. Dossier : Huile d'olive, **4**, (5), 351.

W

Walali L D, Skiredj A, Elattir H, 2003. L'amandier, l'olivier, le figuier, le grenadie. *MADER/DERD*, **105**, 1-4.

Textes réglementaires

C.E n° 796/ 2002 de la commission Européenne du 6 mai 2002, relative aux norms de commercialisation de l'huile d'olive. *JOCE* du 15.05.2002.

Codex alimentarius, 2003. Projet de norme révisée pour les huiles d'olive et les huiles de grignons d'olive Londres, Royaume, Uni, 3-7fevrier, Dix-huitième Session.

inselected components of the Mediterranean diet: greenleafy vegetables and olive oil. *Eur. J. Clin. Nutr.*, **56**, 1149-1154.

Talantikite M, 1988. Eude comparative des principales variétés d'huile d'olive d'Algérie. Influence du raffinage sur leurs qualités organoleptiques et nutritionnelles. Magister en science agronomiques *Inst National Agronomique, Alger*, 8-42.

Tanilgana B.K, Özcanb M et Ünverb A, 2007. Physical chemical characteristics of five Turkish olive (*Olea europea*.) varieties and their oils. *Grasas y Aceites*, **58**(2), 142-147.

Tremolieres J, Serville Y, Jacquot R et Dupin H, 1984. Manuel d'alimentation humaine : les base de l'alimentation. Tome1, 10^{ème} édition, *ESF*, Paris, 139-167.

Tsaknis J, Stavros L et Protopapa E, 2002. Effectiveness of the antioxidants BHA et BHT in selected vegetable oils during intermittent heating. *Grasas y Aceites*, **53**, 199-205.

U- V

Uzzan A, 1971. Conservation et traitement des olives entre la cueillette et la trituration. *Com.III.Conf.Int.des Techn.Oléicoles*, 887-918.

Uzzan A, 1992b. Fruits oléagineux et leurs huiles : olive et huile d'olive. Manuel des corps gras. Tome1, *Tec et Doc. Lavoisier*, Paris, 221-787.

Vasquez Roncero A, 1982. Influence de la vitamine E sur la stabilité de l'huile d'olive. *Rev Fran des Corps Gras*, **29**, (11), 451- 453.

Vekiarisa SA, Koutsaftakis A, 2002. The effect of different processing stages of olive fruit on the extracted olive oil polyphenol content. *Grasas y Aceites* **53**(3), 304-308.

Verdié M, 1990. La civilisation de l'Olivier. *Public Histoire, Paris*. 135-159.

Visioli F, Poli A, Gall C, 2002. Antioxidant and other biological activities of phenols from olives and olive oil. *Med Res Rev INRA*, **22**(1), 65-77.

Villemur P, Dosba Fet Montpellier A, 1997. Oléiculture : évolution variétale et acquisition de la maîtrise des pratiques culturelles. Dossier : Huile d'olive, **4**, (5), 351.

W

Walali L D, Skiredj A, Elattir H, 2003. L'amandier, l'olivier, le figuier, le grenadier. *MADER/DERD*, **105**, 1-4.

Textes réglementaires

C.E n° 796/ 2002 de la commission Européenne du 6 mai 2002, relative aux norms de commercialisation de l'huile d'olive. *JOCE* du 15.05.2002.

Codex alimentarius, 2003. Projet de norme révisée pour les huiles d'olive et les huiles de grignons d'olive Londres, Royaume, Uni, 3-7fevrier, Dix-huitième Session.

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.

U.I.C.P.A, 1979. Union Internationale de la Chimie Pure et Appliquée, Méthodes d'analyses des matières grasses et dérivés. 6^{ème} édition, *ETIG, Paris.*

Thème :

Etude de l'influence de la variété sur la qualité de l'huile d'olive vierge.

Résumé

Les résultats d'étude de l'influence de la variété sur la qualité de l'huile d'olive ont montré que la variété *Chemlal* donne une huile d'excellente qualité si les conditions de récolte, d'extraction et de conservations seront adéquates.

Cependant, les variétés *Hamra*, *Sigoise*, et *Oléastre greffé* sont caractérisées par des taux faibles en antioxydants notamment les polyphénols et les caroténoïdes ce qui diminue leur stabilité et par conséquent leur qualité.

Par ailleurs l'huile de la variété *Oléastre* est classée en dernière position.

Mots clés : Variété, huile d'olive, qualité.

abstract

The results of study of the influence of the variety on the quality of olive oil have shown that the *Chemlal* variety gives an oil of excellent quality if the harvesting, extraction and conservation conditions will be adequate.

However, *Hamra*, *Sigoise* and grafted oleaster varieties are characterized by low levels of antioxidants including polyphenols, and carotenoids which reduce their stability and consequently their quality. In addition oleaster oil is the variety of lesser quality.

Key Words: Variety, olive oil, quality.

خلاصة

بينت نتائج دراسة تأثير صنف الزيتون على زيتيه ، أن صنف الشمال يعطي زيتا من النوعية الممتازة إذ كانت ظروف الجني والإستخلاص والحفظ ملائمة.
غير أن الأصناف الحمراء، السيقواز والزيتون البري المطعم، تتميز بانخفاض مضادات الأكسدة وخصوصا متعدد الفينول والكروثين مما يقلل استقرارها وبالتالي جودتها، بينما يتصف الزيتون البري بنوعية رديئة.
الكلمات المفاتيح: الصنف، زيت الزيتون، الجودة.