



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية



République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'enseignement supérieur et de La recherche scientifique

UNIVERSITE AMAR TELIDJI –LAGHOUCAT-

FACULTE : SCIENCES

DEPARTEMENT : SCIENCES AGRONOMIQUES

Mémoire de Master

Présenté par : AZZIZAOUI Mostafa

DOMAINE : SCIENCES DE LA NATURE ET DE LA VIE (SNV) FILIERE : SCIENCES
ALIMENTAIRES

OPTION : AGROALIMENTAIRE ET CONTROLE DE QUALITE

Thème

**Contribution à la caractérisation physicochimique d'huile
d'olive extra vierge de Laghouat**

Jury de soutenance:

Nom et prénom	Grade	Qualité
Mme. Lounici Safia	MAA	MAA Président
Mme. Menasra Amina	MCB	Examinatrice
Mme. Amrani Ouarda	MCB	Promotrice
Mme. LABIOTH Sawsen	Docteur	Co-rapporteur

Année Universitaire : 2022- 2023.

Dédicace



A mes chers parents

Je vous remercie pour le soutien et l'amour que vous me portez depuis mon enfance et j'espère que votre bénédiction m'accompagne toujours

A mes chers et adorable frères et sœurs

A tous mes amis

A tous les personnes qui ont participé a l'élaboration de ce travail

Mostafa

Remerciements

Mes remerciements vont tout naturellement à Mme **AMRANI Ouarda**, Maitre de conférence à l'université de Laghouat, mon directeur de thèse, je ne saurais jamais le remercier pour l'énergie qu'elle a dépensée pour que je puisse réaliser ce travail. Je lui témoigne ma gratitude pour son appui constant au cours du développement de ce travail, sa disponibilité et ses conseils précieux, son souci du détail, ses qualités humaines et scientifiques et surtout sa bonne humeur qui resteront toujours présents dans mon esprit.

J'adresse un grand merci à Madame **SAWSEN LABIODH**, pour son aide inestimable, son soutien et son encouragement. Il m'est un agréable devoir de lui exprime mon estime pour sa contribution judicieuse, sa gentillesse et sa main tendue dans les bons et les moins bons moments.

Je remercie Mme **LOUNICI Safia**, Maitre assistante à l'université de Laghouat qui m'a fait un grand honneur en présidant ce jury de mémoire. J'exprime mes remerciements également à Mme **MENASRA Amina**, Maitre de conférence à l'université de Laghouat qui ont accepté de juger ce travail et de participer au jury.

Résumé

La présente travail vise à caractériser trois échantillons d'huile d'olive provenant de la région de Laghouat, tout en évaluant leurs caractéristiques physico-chimiques concernant l'acidité libre, l'indice de peroxyde, la teneur en pigments (chlorophylle et carotène), caractéristiques biologiques relatif à la teneur en phénol ainsi que l'activité antioxydante. Les résultats obtenus et selon la norme commerciale du Conseil Oléicole International, montrent que les huiles analysées possèdent des caractéristiques physicochimiques d'huile d'olive vierge à extra vierge. L'indice d'acidité entre (0.4% à 1.5%), une teneur considérable en polyphénols totaux (0.582 ± 0.02 mg d'acide gallique / Kg). L'activité antioxydante exprimées par le taux de réduction de DPPH ($0,026 \pm 0,001$) L'étude statistique a révélé l'existence de différence significative des paramètres analysés entre les échantillons.

Mots clés : Huile d'olive, analyse physicochimique, polyphénols, DPPH, qualité, Laghouat.

ملخص :

يهدف هذا البحث إلى توصيف ثلاث عينات من زيت الزيتون من منطقة الأغواط ، مع تقييم خصائصها الفيزيوكيميائية فيما يتعلق بالحموضة الحرة ، وقيمة البيروكسيد ، ومحتوى الصباغ (الكلوروفيل والكاروتين) ، والخصائص البيولوجية المتعلقة بمحتوى الفينول وكذلك نشاط مضادات الأكسدة. تظهر النتائج التي تم الحصول عليها ووفقا للمعيار التجاري للمجلس الدولي للزيتون أن الزيوت التي تم تحليلها لها خصائص فيزيائية كيميائية من زيت الزيتون البكر إلى زيت الزيتون البكر الممتاز. يتراوح مؤشر الحموضة بين (0.4 ٪ إلى 1.5 ٪) ، وهو محتوى كبير من البوليفينول الكلي (0.582 ± 0.02 مغ من حمض الغاليك / كغ). النشاط المضاد للأكسدة التي أعرب عنها معدل الحد من DPPH ($0,026 \pm 0,001$). كشفت الدراسة الإحصائية عن وجود اختلاف كبير في المعلمات التي تم تحليلها بين العينات.

الكلمات المفتاحية: زيت الزيتون ، التحليل الفيزيائي الكيميائي ، البوليفينول ، Dpph ، الجودة ، الأغواط.

The present investigation aims to characterize three olive oil samples from the Laghouat region, while evaluating their physicochemical characteristics concerning the free acidity, the peroxide value, the pigment content (chlorophyll and carotene), biological characteristics relating to the phenol content as well as the antioxidant activity. The results obtained and according to the commercial standard of the International Olive Council, show that the oils analyzed have physicochemical characteristics of virgin to extra virgin olive oil. The acidity index ranges between (0.4% to 1.5%), a considerable content of total polyphenols content of total polyphenols (0.582 ± 0.02 mg of gallic acid / Kg). The antioxidant activity expressed by the rate of reduction of DPPH ($0,026 \pm 0,001$). The statistical study revealed the existence of significant difference in the parameters analyzed between the samples.

Key words: Olive oil, physicochemical analysis, polyphenols, DPPH, quality, Laghouat.

LISTE DES ABREVIATIONS

°C	Degré Celsius
COI	Conseil Oléicole International
EC50	Concentration efficacité nécessaire pour inhiber 50% de l'oxydation
H%	Humidité
HCL	Chlorure d'hydrogène
IA	Indice d'acidité
IP	Indice de peroxyde
IS	Indice de saponification
Kg	Kilo gramme
KIO3	Iodate de potassium
KOH	Hydroxide de potassium
Meq	Milliéquivalent
MOL	Mole
N	Normalité
O2	Dioxygène
R%	Rendement d'extraction
TBHQ	Tert-butylhydroquinone

Liste Des Figures

Figure 01	Système discontinu d'extraction par presse.	11
Figure 02	Système continu d'extraction avec centrifugation à 2 phases	12
Figure 03	Système continu d'extraction avec centrifugation à trois phases.	13
Figure 04	Réaction du radical DPPH [*] avec l'antioxydant (AH)	30
Figure 05	Représentation graphique de l'indice de réfraction (degré de brix) pour les trois échantillons.	32
Figure 06	. Représentation graphique de la Potentiel hydrogène pour les trois échantillons.	33
Figure 07	Représentation graphique de la densité relative pour trois échantillons	34
Figure 08	Représentation graphique des valeurs en% d'indice d'acidité des trois échantillons	35
Figure 09	Représentation graphique de l'indice d'iode pour les trois échantillons.	36
Figure 10	Représentation graphique des valeurs d'indice de peroxyde des trois échantillons.	37
Figure 11	Représentation graphique de l'indice de saponification pour les trois échantillons.	38
Figure 12	Représentation graphique de la teneur en chlorophylle pour les trois échantillons.	39
Figure13	Représentation graphique de la teneur en carotène pour les trois échantillons.	40
Figure14	Courbe d'étalonnage de l'acide gallique.	41
Figure15	Représentation graphique en phénols totaux pour les trois échantillons.	42
Figure16	courbe d'étalonnage de DPPH.	45
Figure17	Les représentations graphiques (PAR%=f(C)) du test de DPPH des extraits étudiés et de la vitamine C et du TBHQ.	58
Figure18	Les représentations graphiques (PR%=f(C)) du test de CUPRAC des extraits étudiés et de H1 H2 H3.	59
Figure19	matériel utilise pour analyse physicochimique d'huile d'olive.	61

Liste Des Tableaux

Tableau 01	Production mondiale de l'huile d'olive	14
Tableau 02	Données chimiques de classification des huiles	16
Tableau 03	Couleur, rendement d'extraction et teneurs en phénols totaux de trois extraits	32
Tableau 04	Valeurs des EC ₅₀ des extraits et standards mesurés par le test de DPPH	41
Tableau 05	Analyse de la variance : d'acidité	44
Tableau 06	Analyse de la variance : peroxyde	56
Tableau 07	Analyse de la variance : saponification	56
Tableau 08	Analyse de la variance : polyphénol	57
Tableau 09	Analyse de la variance : la densité	57
Tableau 10	correspondance entre degré de brix et l'indice refractomètre à 20°C	60
Tableau 121	caractéristiques physicochimiques d'huile d'olive.	62
Tableau 12	Liste des matériels utilisés dans ce travail	64

Table Des Matières

Remerciements

Résumé

ملخص

Abstract

Liste des sigles et abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale 01

CHAPITRE I BIBLIOGRAPHIE

I. Aperçu général sur l'olivier	04
I.1. Définition de l'olivier	04
I.1.1. Origine de l'olivier	04
I.1.2 Taxonomie et origine génétique	05
I.1.3 Principale variété d'olivier algérien	06
I.1.4 Importance de l'oléiculture en Algérie	06
I.2. Huile d'olive	07
I.2.1.Définition	07
I.2.2.Dénominations commerciales	07
I.2.2.1. Huiles d'olive vierges	07
I.2.2.2. Huiles d'olive vierges propres à la consommation	07
a. Huile d'olive vierge extra	07
b. Huile d'olive vierge	08
c. Huile d'olive vierge courante	08
I.2.2.3. Huile d'olive vierge non propre à la consommation	08
I.2.2.4. Huile d'olive raffinée	08
I.2.3 Les procédés technologiques d'extraction de l'huile d'olive	08

I.2.3.1	Technique d'extraction de l'huile d'olive	08
I.2.3.2	Séparation des phases	10
I.2.3.3	Système d'extraction par presse	10
I.2.3.4.	Système discontinu d'extraction par centrifugation	11
I.2.3.5.	Procédé continu à deux phases	11
I.2.3.6.	Procédé d'extraction centrifuge en trois phases	12
I.2.4.	Production de l'huile d'olive	13
I.2.4.1.	Production mondiale	13
I.2.4.2	Huile d'olive en Algérie	14
I.2.4.3.	Caractéristiques de l'huile d'olive	15
I.2.4.4.	Activité antioxydante	17
I.2.5.	Effets bénéfiques de l'huile d'olive sur la santé	17
I.2.5.1	Huile d'olive et cholestérol et le système cardio-vasculaire	17
I.2.5.2	Huile d'olive et le cancer	17
I.2.5.3	Autres effets de l'huile d'olive	17

CHAPITRE II ETUDE EXPERIMENTALE

II.	Matériel et Méthodes	19
II.1.	Matériel végétal et réactifs chimiques	19
II.2.	Méthodes	20
II.2.1.	Analyse physique	20
II.2.1.1.	Test d'humidité	20
II.2.1.2.	Indice de réfraction	21
II.2.1.3.	Potentiel hydrogène (pH)	22
II.2.1.4.	Densité	22
II.2.2.	Analyse chimique	23
II.2.2.1	Détermination de l'acidité libre	23
II.2.2.2.	Indice de peroxyde	24

II.2.2.3. Indice de saponification	25
II.2.2.4. Indice d'iode	26
II.2.2.5. Détermination de la teneur en pigments (chlorophylle et carotène)	27
II.2.3. Analyse biologique	28
II.2.3.1. Evaluation de l'activité antioxydante de l'huile d'olive	28
II.2.3.2. Extraction des composés phénoliques	28
II.2.3.3. Le rendement de l'extraction	28
II.2.3.4. Dosage des phénols totaux	29
II.3. Analyse statistiques	30

CHAPITRE III RESULTATS ET DISCUSSION

III.1. Paramètres physicochimiques	32
III.2. Analyse physique	32
III.2.1. Test d'humidité	32
III.2.2. Indice de réfraction	32
III.2.3. Potentiel hydrogène (pH)	33
III.2.4. Densité relative	34
III.3. Analyse chimique	35
III.3.1. Indice d'acidité libre	35
III.3.2. Indice d'iode	36
III.3.3. Indice de peroxyde	37
III.3.4. Indice de saponification	37
III.3.5. Teneur en chlorophylles et en carotène	38
III.3.5.1. Teneur en chlorophylle	39
III.3.5.2. Teneur en carotène	40
III.4. Analyse biologique	41
III.4.1. Teneur en composés phénoliques totaux	41
III.4.2. Evaluation de l'activité antioxydante	43

CONCLUSION	47
REFERANCE BIBLIOGRAPHIQUE	49
ANNEX	59

Introduction générale

Introduction

Introduction

Parmi toutes les matières grasses alimentaires, l'huile d'olive occupe une place de choix dans les traditions culinaires méditerranéennes dont elle a toujours fait partie. Par ailleurs, ses propriétés avérées et potentielles, lui ont valu d'occuper, ces dernières années, une place essentielle dans la recherche nutritionnelle moderne (**Benrachouet al.2010**).

Les huiles d'olive vierges sont les huiles obtenues du fruit de l'olivier uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions thermiques qui n'entraînent pas d'altérations. Elles sont composées d'une fraction saponifiable et une fraction insaponifiable représentées principalement par des composés phénoliques (**Lama et al., 2017**). La composition distincte de l'huile d'olive lui confère un nombre illimité de bienfaits sur la santé humaine qui peuvent aller de plusieurs activités biologiques et propriétés pharmaco-nutritionnelles jusqu'à la protection contre différents cancers passant par des effets cardioprotectrices et immunomodulatrices (**Romani et al., 2019**).

Bien qu'elle ne contribue qu'à environ 3% du marché mondial des huiles végétales alimentaires, l'huile d'olive fait l'objet d'un intérêt croissant de la part de nouveaux pays, notamment grâce aux résultats des recherches scientifiques qui confirment les caractéristiques positives de cet « or liquide » et sa place fondamentale dans la diète méditerranéenne. De nos jours, l'oléiculture présente sur les cinq continents permet la production de l'huile d'olive au niveau de 56 pays dans le monde avec une production mondiale estimée à 3,1 millions de tonnes pour la campagne 2019/2020 (**COI, 2020**).

En Algérie, L'oléiculture est l'un des secteurs stratégiques et l'huile d'olive est un trésor national d'utilité publique et un précieux carburant pour l'économie. De ce fait, c'est grâceaux efforts constants des pouvoirs publics qui ont déployé énormément de moyens pour développer la filière oléicole, et ce à partir des années 2000. A parti de là, la production de l'huile d'olive a été croissante pour enregistrer le niveau le plus élevé ces cinq dernières années et atteindre en 2020 les allants tours de 120000 tonnes (FAOSTAT, 2020) classant ainsi l'Algérie à la septième place des producteurs mondiaux et la troisième Africaine après la Tunisie et le Maroc avec 1,7% de la production mondiale (**FAOSTAT, 2020**).

L'Algérie a fait également beaucoup de progrès dans le but d'améliorer la quantité de production et la qualité des huiles vierges et extra vierge d'où elle à gagner deux médailles d'or et deux titres gourmets pour leurs huile d'olive (AVPA, Paris 2020) dans le 18^{ème} Concours International des huiles à Paris.

Introduction

En Algérie, il n'existe que peu de données récentes sur les huiles d'olive issues des principales régions oléicoles et extraites par différents procédés d'où l'intérêt de mener cette étude qui vise à caractériser trois échantillons d'huile d'olive, provenant de la région de Laghouat (Hamda) et extraire de deux huileries qui utilisent différents types de procédés.

Notre travail consiste à caractériser la qualité des huiles d'olive vierge de la région de Laghouat et aussi faire un classement de ces huiles d'olive selon les normes internationales. Ce travail est subdivisé en trois parties :

- Première partie est une synthèse bibliographique décrivant des généralités sur l'olivier ; la qualité de l'huile ;
- La deuxième une étude expérimentale consacrée à la détermination de quelques indices physicochimique et biologique des huiles d'olive étudiées,
- La troisième partie est consacré aux résultats et discussion et enfin on termine par une conclusion et perspectives.

Chapitre -I-

Revue bibliographique

I. Aperçu général sur l'olivier

I.1. Définition de l'olivier

Olivier, persistant, autoalimenté, il possède une cime arrondie avec de nombreuses branches étalées, entrelacées, plus ou moins épineuses ou internes, dont la taille et la forme varient selon les conditions climatiques, l'exposition, la fertilité du sol, et le cultivar varient (**Argenson et al., 1999**). C'est un arbre polymorphe de taille moyenne (jusqu'à 10 m) (**Tombesi et Cartechini, 1986**). Le tronc est tordu et l'écorce est grise et fissurée. Le revers de la feuille est blanc argenté, la partie supérieure est vert grisâtre, opposée, persistante, coriace, lancéolée. Les fleurs sont petites, blanches, à quatre pétales, disposées en grappes dressées (**Benlemlih et Ghanam, 2012**). Typique des régions arides et chaudes, l'olivier est un élément familier des pays du bassin méditerranéen et, pour beaucoup d'entre eux, l'une des principales cultures traditionnelles (**Uzzan, 1992**).

I.1.1. Origine de l'Olivier

Les origines de la culture de l'olivier se perdent dans la nuit des temps, son extension coïncide et se confond avec celle des civilisations successives du bassin méditerranéen. Selon **Raymond Loussert et Gérard Brousse (1978)**, l'origine de l'arbre est très ancienne, son apparition et sa culture remontent à la préhistoire. Parmi les vestiges les plus anciens, des feuilles d'olivier fossilisées ont été trouvées dans les gisements phéniciens de Montaldino, en Italie, dans les strates du Paléolithique supérieur, et les bancs d'escargots capsien à Relilāï (région de Tébessa), en Afrique du Nord. Des fragments et des fosses d'oleaster ont également été trouvés sur des sites néolithiques et de l'âge du bronze en Espagne. (**Blàzquez, 1997**).

Par ailleurs, dès Villa-Franchien, l'olivier *Olea europea* L, le plus caractéristique de la région méditerranéenne, apparaît dans de nombreux sites sahariens. En effet, des analyses de charbon et de pollen conservés dans certains gisements ibéro-mauriciens en Tunisie (Taforalt, Grotte, Rassel et Courbet) ou les Capsiens en Algérie (Ouled Djellal, Relilāï) ont démontré que, dès le XII^e millénaire, l'olivier existait en Afrique du Nord avant bien sûr (**Oudina et baziz 2017**).

Le chemin d'expansion de l'olivier dans le temps ne peut être déterminé. Cependant, plusieurs hypothèses ont été acceptées, mais la plus communément retenue est celle de De Candolle (1883), qui a identifié les berceaux d'oliviers cultivés sous des formes primaires en Syrie et en Asie Mineure (Iran) il y a six mille ans. A partir de là, de nombreuses civilisations méditerranéennes se sont relayées pour répandre la culture de l'arbre dans tout le bassin méditerranéen d'est en ouest tout au long de l'histoire. (**Zohary et Spigel, 1975 ; Besnard et al., 2001**).

I.1.2.Taxonomie et origine génétique

Les oliviers appartiennent au genre Oleaceae. patrimoine de la variété Comprend plus de 3000 cultivars avec une diversité phénotypique significative (**Barone et al., 1994; Cimato et al., 1997**) et génétique (**Ouazzani et al., 1995 ; Belaj et al., 2001**).Les études de diversité moléculaire des cultivars et des oléifères montrent que les cultivars Similaire à l'oléocanthal.(**Besnard et al., 2001**).Les oliviers représentent un très Bon exemple de biodiversité, on distingue :

- Culture d'oliviers : Oleaeuropaea

Olivier sauvage ou oléocanthal : Oleaeuropae sylvestris (**Ellstrand, 2003**).

La classification botanique de l'arbre d'olivier d'après **Muzzalupo et Chiappetta (2012)** est la suivante:

Clade : Asteridae

Famille:Oleaceae

Genre : Olea

Espèce : europaea

Sousespèces:cupidata

cerasiformis

guanchica

laperrinei

europa

Variétés:europaea (ousativa) Sylverstris

I.1.3. Principale variété d'olivier algérien

L'Algérie dispose d'un patrimoine constitué de 164 cultivars autochtones et introduits de toute la méditerranée et même d'outre Atlantique. Les travaux de caractérisation entamés par **Mendil et Sebaï (2006)** ont permis de répertorier 72 variétés autochtones dont 36 sont homologuées, le reste est en cours de réalisation. Les variétés nationales les mieux connues sont recommandées dans les régions d'origine.

Azeradj : Petite Kabylie (oued Soummam), occupe 10% de la surface oléicole nationale. Arbre rustique et résistant à la sécheresse, utilisé pour la production d'huile et olive de table.

Blanquette de Guelma : Originaire de Guelma; assez répandue dans le Nord-est constantinois, Skikda et Guelma. Sa rigueur est moyenne, résistant au froid et moyennement à la sécheresse.

Bouricha, olive d'El-Arrouch: de El-Harrouch, Skikda. Arbre rustique, résistant au froid et à la sécheresse

Sigoise: cette variété est localisée au niveau des plaines de l'Ouest, et plus exactement dans la plaine de Sig dont elle porte le nom Sigoise. Elle dérive de la variété picholine française. Selon l'utilisation il existe des :

- **Variétés à huile** : Abelout, Chemlal, Faneya, Haimel, Limli.
- **Variétés à double aptitude ou double fin** : Adzeradj, Blanquette de Guelma,

I.1.4. Importance de l'oléiculture en Algérie

Comme dans la plupart des autres pays méditerranéens, l'olivier constitue l'une des principales espèces fruitières plantées en Algérie. Elle couvre une superficie de 431.009 ha avec 23 million d'arbres, soit plus de 50 % du patrimoine arboricole national (**FAO 2019 ; Missat, 2012**). D'après **Chaux in Sekour (2012)**, il se concentre notamment dans trois principales régions : la région du Centre (54 %), la région de l'Est (29 %) et la région de l'Ouest (17 %). Pour la région centre, l'essentiel du verger oléicole de cette zone (95 %) est occupé par les wilayas de Bejaïa, Tizi-Ouzou et Bouira. La production moyenne annuelle se situe entre 653.725 et 860.784 tonnes d'olive entre les années 2015 et 2018 (**FAO, 2020**).

I.2. Huile d'olive

I.2.1.Définition

D'après le conseil oléicole international (**COI, 2015**), l'huile d'olive est définie comme étant une huile provenant uniquement du fruit de l'olivier (*Olea Europaea L*) à l'exclusion des huiles obtenues par solvants ou par des procédés de réestérification et de tout mélange avec les huiles d'autre nature.

I.2.2.Dénominations commerciales

Les dénominations de vente de l'huile d'olive font l'objet d'une réglementation Européenne selon une méthodologie définie par le **COI (2016)**. Elle comporte à la fois des analyses physico- chimiques visant à évaluer la qualité des matières premières et la fraîcheur des produits ainsi qu'une dégustation par un jury d'experts. L'huile d'olive est le seul produit alimentaire pour lequel l'évaluation organoleptique est prise en compte pour déterminer sa classification (**De Alzaa, 2018**).

I.2.2.1. Huiles d'olive vierges

Huiles obtenues à partir du fruit de l'olivier uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques, dans des conditions, qui n'entraînent pas d'altération de l'huile, et qui n'a subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration; à l'exclusion des huiles obtenues par solvant, par adjuvant à action chimique ou biochimique, ou par des procédés de réestérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature (**Muzzalupo et al.,2012 ; COI, 2017**). Ces huiles font l'objet du classement exhaustif et des dénominations suivantes :

I.2.2.2. Huiles d'olive vierges propres à la consommation

a. Huile d'olive vierge extra

Huile d'olive vierge dont l'acidité libre, exprimée en acide oléique, est au maximum De 0.8 g pour 100 g et dont les autres caractéristiques sont conformes à celles prévues pour cette catégorie. En France, on ne trouve quasiment que de l'huile vierge extra, cette dénomination est obligatoirement portée sur l'étiquette, elle seule garantit la qualité de l'huile (**COI, 2017**).

b. Huile d'olive vierge

Huile d'olive vierge dont l'acidité libre, exprimé en acide oléique, est au maximum de 2 g pour 100 g et dont les autres caractéristiques sont conformes à celles prévues pour cette Catégorie (COI, 2017).

c. Huile d'olive vierge courante

Huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 3.3g/100g et dont les autres caractéristiques correspondent à celles prescrites pour cette Catégorie (Codex, 1981 ; COI, 2017).

I.2.2.3. Huile d'olive vierge non propre à la consommation

Dénommée également, huile d'olive vierge lampante est l'huile d'olive vierge dont L'acidité libre exprimée en acide oléique est supérieure à 3.3 grammes pour 100 grammes (COI, 2015).

I.2.2.4. Huile d'olive raffinée

Elle est obtenue par le raffinage d'huiles d'olives vierges dont l'acidité libre, exprimée en acide oléique, ne peut être supérieure à 0.3g pour 100g d'huile et dont les autres caractéristiques sont conformes à celles prévues pour cette catégorie (Codex, 1981 ; COI, 2017).

I.2.3. Les procédés technologiques d'extraction de l'huile d'olive**I.2.3.1. Technique d'extraction de l'huile d'olive**

Les méthodes traditionnelles d'extraction d'huile d'olive extra vierge comprennent trois processus principaux, à savoir le broyage, le pétrissage et la centrifugation (Aydar et al., 2017). Après avoir nettoyé les olives, elles sont broyées à l'aide de moulins à pierre, de marteaux, de broyeurs à disques, de dénoyauteurs ou de lames (Veneziani et al., 2016). Le but de cette étape est de faciliter la libération des gouttelettes d'huile des oléosomes. La taille minimale des particules du processus de séparation continue de l'huile d'olive était de 30 µm, mais après un broyage accru, seulement 45% des gouttelettes d'huile avaient un diamètre supérieur à 30 µm. Ce ratio atteint 80 %, et des gouttelettes de plus gros diamètre se forment à partir des gouttelettes d'huile par agitation (Boskou, 2006). Le mélange et le broyage sont des étapes majeures affectant la qualité et le rendement de l'huile (Clodoveo et al., 2014).

- **Récolte des olives:**

La récolte est une opération importante de la culture de l'olivier. La phase de maturation du fruit est l'un des facteurs les plus importants qui déterminent la qualité sensorielle de l'huile (**Herrera et al., 2012**). La récolte devrait être effectuée avant la chute naturelle des olives à une période optimale permettant de tirer le rendement maximal à l'extraction (**Ahmidou et Hammadi, 2007**).

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

- Traditionnelle

Cueillette manuelle : les olives sont cueillies une par une, 7 à 10 kg par heure, mais le processus de cueillette est délicat et prend plus de temps, ce qui crée des problèmes de main-d'œuvre et de coût. Cette technique n'est donc utilisée que pour les olives de table (car elles ne peuvent pas être endommagées). (**Veillet, 2010**).

La cueillette au peigne à main : C'est la méthode la plus courante, elle consiste à étendre un filet sur le sol avec un peigne qui déchire les olives. Ce processus se fait parfois en tapotant le fruit le plus haut à l'aide d'une longue perche. Cependant, cette méthode peut endommager les olives et blesser les jeunes pousses, réduisant ainsi la prochaine récolte. (**Veillet, 2010**).

- Mécanisée

La récolte des olives est mécanisée en secouant les crochets, car ses crochets sont accrochés à de petites branches d'olivier, auxquelles ils transmettent de fortes vibrations, et à travers les peignes, le fruit est détaché par l'action vibratoire sur les bourgeons et les branches. Avec des crochets d'agitation, la récolte n'atteint un rendement de 90 à 95 % qu'à la fin de la récolte lorsque le fruit est mûr (**Nasini et Proietti, 2014**).

- **Effeuilage et lavage :**

L'opération de dénudage est réalisée à l'aide d'un appareil automatique équipé de Système d'aspiration, cette opération peut se faire manuellement. Cette étape est Il faut éviter une coloration verte excessive de l'huile conduisant à un excès amer et obtenir une huile à la saveur caractéristique appelée "feuille" verte » ou « herbe verte fruitée » n'attiraient pas toujours les consommateurs (**DiGiovanni, 1991 ; Chimi, 2001**). Après le décapage, un nettoyage est recommandé Olives, débarrassées de toutes impuretés (terre, poussière, résidus de produits phytosanitaire) peut altérer la qualité de l'huile d'olive (**Uzzan, 1994 ; Chimi,2001**).

- **Broyage:**

Le pressage des olives n'est pas seulement un simple processus physique utilisé pour Décompose les tissus des fruits et libère des gouttelettes d'huile dans les vacuoles cellulaires Légumes, mais c'est aussi une étape critique qui affecte la qualité finale de l'huile d'olive extra vierge généré (**Inarejos et al., 2011**).

- **Malaxage :**

Ce processus est réalisé à l'aide d'un appareil appelé mélangeur, qui est équipé d'un système qui permet un chauffage contrôlé et suffisant de la pâte dans un temps donné Continuez à mélanger lentement. Le but est de se concentrer sur La pulpe est broyée en gouttelettes de plus grande taille jusqu'à ce qu'elles forment des poches (**COI, 2006**).

I.2.3.2. Séparation des phases

I.2.3.3.Système d'extraction par presse

Ce système, dont le processus d'extraction est illustré dans la figure 1, utilise des presses métalliques à vis ou, le cas échéant, des presses hydrauliques. La pâte issue du broyage est empilée sur les scourtins, à raison de 5 à 10 kg/scourtin. L'application de la pression sur la charge des scourtins doit être réalisée de manière progressive. La durée totale de l'opération de pressage, réalisée en une seule fois, varie entre 45 à 60 mn. Sous l'action de la pression, la pâte d'olive dégage le moût huileux (huile et margines), la séparation de l'huile des margines se fait, par décantation ou par centrifugation (**chimi 2006**).

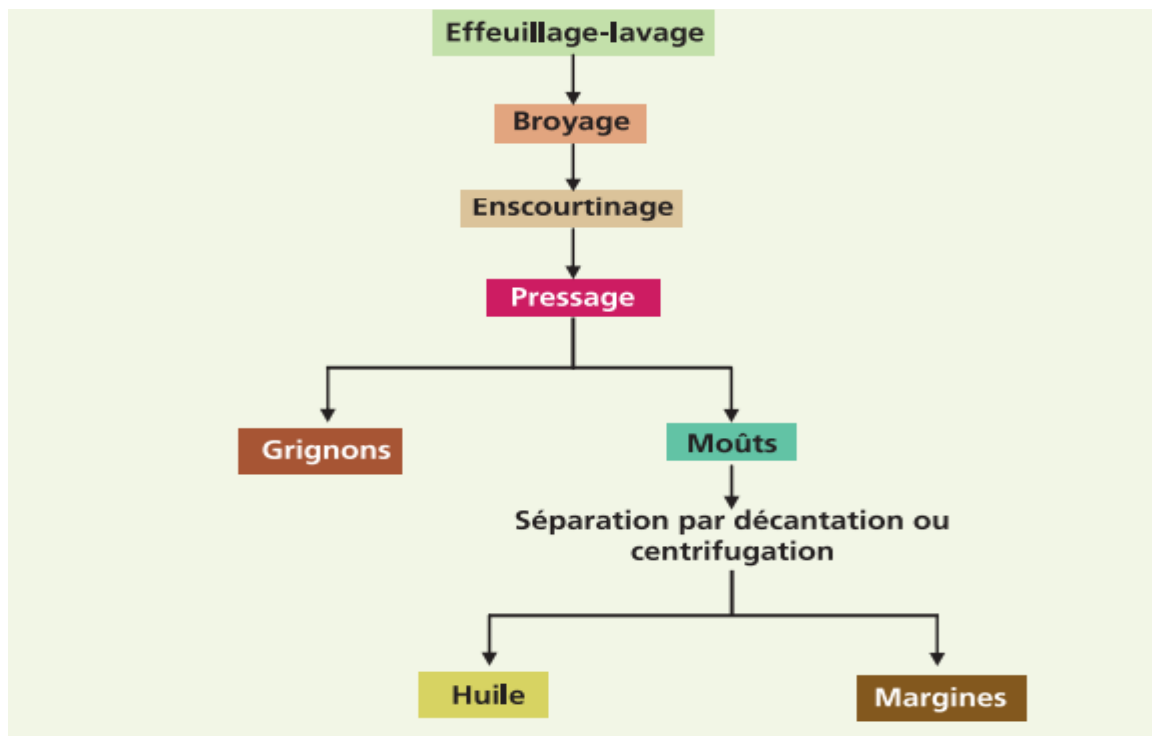


Figure 01: Système discontinu d'extraction par presse (Chimi 2006).

I.2.3.4. Système discontinu d'extraction par centrifugation

La méthode de centrifugation est un processus continu qui peut séparer grâce à la force centrifuge l'huile d'olive des autres phases de la pâte d'olive que sont les margines et les grignons (Nadour, 2015).

Il Utilise des centrifugeuses horizontales appelées « décanteurs », qui permettent l'amélioration des rendements et la productivité des huileries (Chimi, 2006).

I.2.3.5. Procédé continu à deux phases

Ce présent procédé d'extraction d'huile d'olive fonctionne avec un nouveau décanteur avec centrifugation à deux phases (l'huile et les grignons) qui ne nécessite pas l'adjonction d'eau pour la séparation des phases huileuses et les grignons humidifiés. Il permet l'obtention de rendements en huile légèrement plus élevés que les autres (Chimi, 2006). Le système continu d'extraction avec centrifugation à deux phases est représenté par la figure 03.

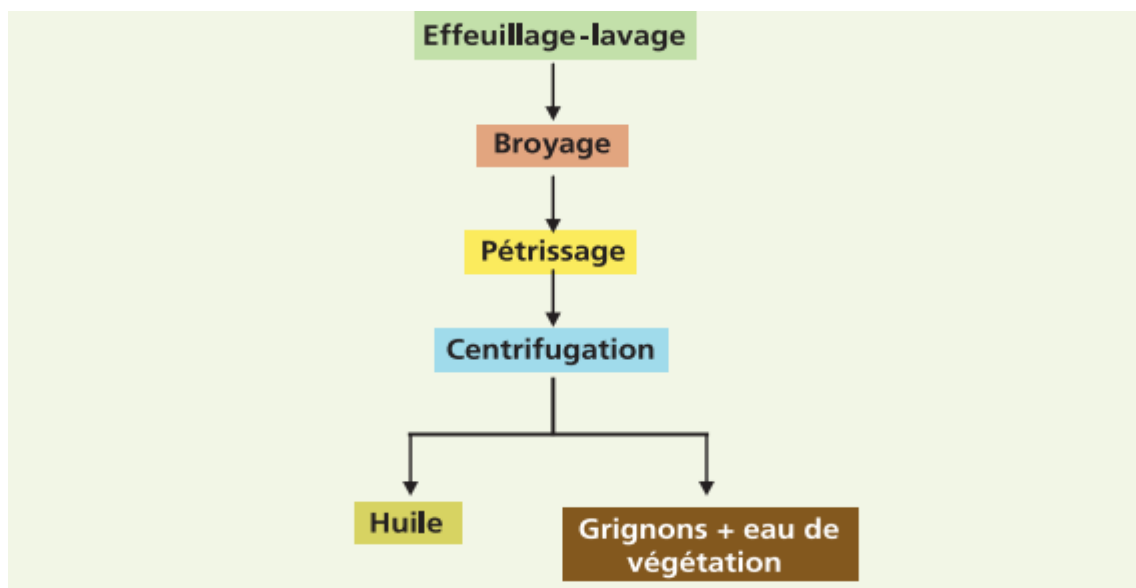


Figure 02 : Système continu d'extraction avec centrifugation à 2 phases (**chimi2006**).

I.2.3.6. Procédé d'extraction centrifuge en trois phases

L'utilisation des installations d'extraction par centrifugation à 3 phases (huile, margines et grignons) a commencé depuis les années 1970 et on dénombre actuellement plus d'une dizaine de maisons de fabrication de ce type de matériel (Pieralisi, Alfa-Laval, Rapanelli,...). L'introduction de ces installations "continues" a permis de réduire les coûts de transformation et la durée de stockage des olives, avec comme conséquence, une production oléicole de moindre acidité. (**chimi2006**).

Comme il ressort du schéma sus-indiqué, le système de la centrifugation directe des pâtes nécessite l'addition d'eau tiède (20-25°C), ce qui est à l'origine d'un certain nombre d'inconvénients:

- Les polyphénols, les tocophénols et le β carotène étant relativement hydrosolubles passent partiellement dans les margines. L'huile se trouve ainsi appauvrie en polyphénols totaux et en o-diphénols, responsables de l'action antioxydante. Les huiles d'olives extraites par centrifugation directe de la pâte d'olive contiennent 40 à 50% moins de polyphénols totaux que les huiles extraites à partir des mêmes olives par les systèmes de pression ou de centrifugation à deux phases (figure 3). Il en résulte une moindre résistance de l'huile à l'oxydation, mesurée par la période d'induction.
- Le système génère un volume considérable de margines, celui-ci est pratiquement égal à la quantité d'olives mises en œuvre par l'installation. La teneur en huile de ces margines est variable (3,0 à 5,0 g/l).

- Le système donne lieu à des grignons à teneur élevée en humidité (45 à 55%).
- Une consommation élevée d'eau et d'énergie thermique.

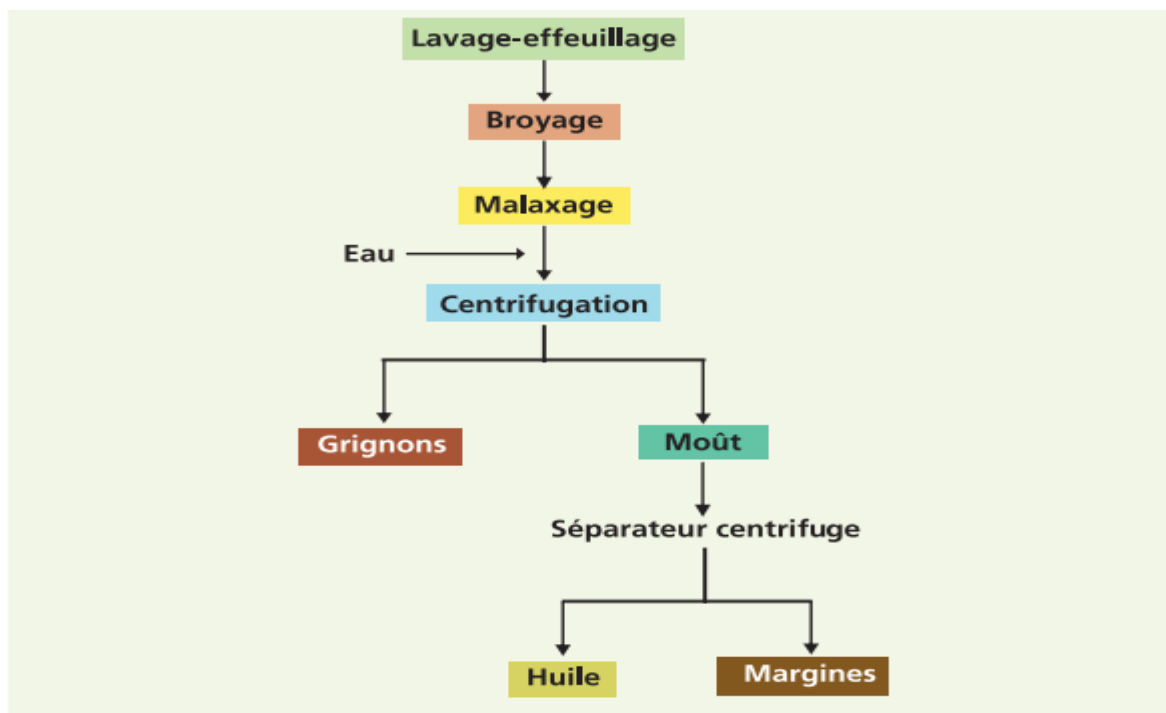


Figure 03: Système continu d'extraction avec centrifugation à trois phases. (Chimi 2006).

I.2.4. Production de l'huile d'olive

I.2.4.1. Production mondiale

L'acteur principal du marché mondial de l'huile d'olive est l'UE. Au sein duquel, toutefois, l'Espagne et l'Italie et, dans une moindre mesure, la Grèce, assurent la quasi-totalité de la production européenne (Boulkroune, 2018). La production mondiale de l'huile d'olive a été estimée par la Commission Européenne, en décembre 2019, à 3.121 millions de tonnes pour la campagne 2019/2020. L'Union Européenne reste le premier producteur, avec 70% de la production mondiale. Les perspectives de la production dans l'UE devraient atteindre environ 1.989 millions de tonnes d'huile d'olive pour la campagne 2019/20 en enregistrant ainsi une baisse de 12% par rapport à la campagne 2018/2019 (2.264 millions de tonnes) (Tableau 01). En ce qui concerne les autres zones géographiques, en dehors de l'UE, la Commission Européenne estime à environ 1.133 millions tonnes la production totale enregistrant ainsi une hausse de 24% par rapport à la campagne précédente due principalement à la hausse de la production en Tunisie avec 300 mille tonnes (+150%), la Turquie avec 225 milles tonnes (+16%) et 608 milles tonnes d'huile d'olive pour le reste des pays producteurs (601 milles tonnes en 2018/2019). Cette production millénaire joue un rôle très important dans

l'économie de bassin méditerranéen comme elle fait également partie de sa culture et de son régime alimentaire (**Iddir, 2020**).

Tableau01: Production mondiale de l'huile d'olive (**ONAGRI, 2020**).

Production	2018/2019 (en 1000t)	2019/2020 (en 1000t)	Variation
Espagne	1790	1230	-31 %
Italie	174	322	85 %
Tunisie	140	350	150 %
Grèce	120	300	150 %
Turquie	194	225	16 %
Maroc	200	145	-28 %
Portugal	100	120	20 %
Algérie	97	82	-15 %
Total UE	2264	1989	-12 %
Total monde	3178	3121	-2 %

I.2.4.2 Huile d'olive en Algérie

En Algérie, l'huile d'olive joue un rôle économique, social et environnemental important. Le verger oléicole national couvre une superficie de plus de 400 mille hectares avec un nombre d'olivier atteignant les 61 millions d'arbres (**Amrouni Sais et al., 2021**). L'oléiculture est concentrée exclusivement au niveau de 6 principales Wilayas, trois wilayas de la région du centre, qui représente plus de 50% de la surface oléicole nationale (Bejaia, Tizi-ouzou, Bouira), et trois de la région Est (Bordj Bouarreridj, Sétif et Jijel). Quant au reste du verger oléicole, plutôt consacré à la production d'olives de table, il se trouve essentiellement dans trois wilayas de l'Ouest (Tlemcen, Mascara et Relizane) (**Lamani et Ilbert, 2016**).

I.2.4.3. Caractéristiques de l'huile d'olive

Le Conseil international de l'huile d'olive, la Commission européenne et le Codex Alimentaire ont défini la qualité de l'huile d'olive sur plusieurs paramètres, tels que l'acidité libre, teneur en acides gras, valeur du peroxyde, Spectres d'absorption dans la région UV, les solvants halogénés, la présence de certains métaux, les attributs sensoriels, les impuretés insolubles, et même sa valeur nutritive qui est reliée directement avec sa teneur en acide oléique et en composants mineurs (Marco et al., 2012 ; Conte et al., 2020).

De manière générale, pour être catégorisée en huile d'olive vierge extra, une huile ne doit présenter aucun défaut organoleptique, une très faible acidité et un très faible état d'oxydation. Ces caractéristiques assurent au consommateur l'achat d'un produit de qualité qui se conservera bien dans le temps (codex, 1981; Conte et al., 2020).

Tableau 02: Données chimiques de classification des huiles (Codex Alimentaires, 1989; FAO, 2001 ; COI, 2017).

	Vierge extra	Vierge	Vierge ordinaire	Raffinée	Huile d'olive	H. grignon d'olive raffiné	H. Grignon d'olive
Acidité	<1	<2	<3,3	<0,3	<1,5	<1,5	<1,5
Indice de peroxyde (meqO₂/kg)	<20	<20	<20	<5	<15	<5	<15
Extinction spécifique à 270 nm	<0,25	<0,3	<0,3	<1,1	<0,9	2,0	<1,7
Acides gras saturés en position 2 (%)	<2,0	<2,2	<1,5	<1,8	-	1,7	-
Indice de saponification (mgKOH/g)	-	184-196	-	184-196	-	182-193	-
Indice d'iode (Wijs)	-	75-94	-	75-94	-	75-92	-
Insaponifiable	-	<15g/kg	-	<15g/kg	-	<25g/kg	-

I.2.4.4. Activité antioxydante

Les agents antioxydants dans l'huile d'olive sont très diversifiés et sont présentés principalement par: la vitamine E (alpha-tocophérol), les caroténoïdes et les composés phénoliques (les phénols simples comme l'hydroxytyrosol et les phénols complexes comme l'oleuropéine) dont l'activité antioxydante a été vérifiée in vitro et in vivo (**Harnaiez et al., 2017**).

I.2.5. Effets bénéfiques de l'huile d'olive sur la santé

Bien que l'huile d'olive a été un ingrédient de base dans l'alimentation méditerranéenne pendant des milliers d'années, ce n'est que récemment que les vertus médicinales de l'huile d'olive sont vraiment reconnues (**Weil, 2005**).

I.2.5.1 Huile d'olive et cholestérol et le système cardio-vasculaire

L'huile d'olive joue un rôle majeur dans la prévention des facteurs de risque des maladies cardiovasculaires, telles que la dyslipidémie, l'hypertension et le diabète (**Beauchamp et al., 2005**). L'huile d'olive n'affecte pas le taux de cholestérol sérique et peut même par contre le baisser, elle augmente, surtout chez les femmes, le taux de cholestérol des HDL. Avec l'huile d'olive, l'agrégation plaquettaire est la plus faible, en outre, l'huile d'olive semble jouer un rôle important de protection des parois capillaires (**Christakis et al., 1983**).

I.2.5.2 Huile d'olive et le cancer

Des études réalisées en Grèce et à Harvard ont mis en évidence une réduction de plusieurs types de cancers lors de la consommation de l'huile d'olive tels que, les cancers du sein, du colon, de l'épidermoïdes, de l'œsophage et de prostate (**Llor et al., 2003**).

I.2.5.3 Autres effets de l'huile d'olive

La grande richesse de cette alimentation méditerranéenne en antioxydants :

-La vitamine E, présente en grande quantité dans l'huile d'olive, a un rôle positif pour déplacer les radicaux libres, molécules impliquées dans certaines maladies chroniques et dans le processus de vieillissement (**Haroun, 2009**).

-elle favorise la croissance osseuse des enfants et combat la déminéralisation osseuse des adultes (**Haroun, 2009**).

Chapitre -II-

Matériel et méthodes

II. Matériel et Méthodes

II.1. Matériel végétal et réactifs chimiques

L'étude est effectuée sur trois échantillons d'huiles d'olive collectés, durant la campagne oléicole 2022/2023, provenant de la zone oléicole de la région de Laghouat ; extrait au niveau de l'huilerie de la zone industrielle de Laghouat et de l'huilerie de Djelfa. Les échantillons d'huile d'olive sont mis dans des flacons foncés propres et secs, et placés à l'abri de la lumière. Une étiquette est collée sur chaque flacon indiquant l'aire oléicole, le numéro de l'échantillon et frigorifiés selon les méthodes standards d'AFNOR.

De plus, nous avons présenté les définitions, le principe, les matériels, les réactifs, les méthodes de calcul et le mode opératoire utilisés. Ceci nous a permis de comprendre comment caractériser et comment classer les huiles d'olives étudiées dans ce projet de fin d'étude.

L'ensemble de ce travail a été réalisé au laboratoire pédagogique de département des Sciences Agronomie et alimentaire et le laboratoire de recherche de chimie de l'université Amar Telidji Laghouat. La liste des produits chimiques et réactifs, de la verrerie, de l'appareillage et d'autres équipements sont recensés dans le **Tableau 13**. Tous les produits utilisés dans ce travail sont d'un grade analytique élevé.

II.2. Méthodes

La connaissance des propriétés physico-chimiques de l'huile d'olive est un critère de qualité très recherché par les utilisateurs.

II.2.1. Indices physiques :

Les indices physiques utilisés sont indiqués par l'association française de normalisation. Il s'agit de l'indice de réfraction, et la densité relative à 20°C.

II.2.1.1. Taux d'humidité

➤ **Principe :**

Chauffage d'une prise d'essai $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ jusqu'à l'élimination complète de l'eau et des matières volatiles et détermination de la perte de masse (**Journal officiel 2012**).

➤ **Mode opératoire:**

Préparer l'échantillon pour essai conformément la méthode officielle.

➤ **Prise d'essai :**

Peser 0.001 g, environ 5 g de l'échantillon pour essai, selon la teneur présumée en eau et en matières volatiles, dans le vase préalablement sèche et tare (**Journal officiel 2012**).

➤ **Détermination:**

Maintenir le vase contenant la prise d'essai durant 1h dans l'étuve réglée 103°C. Laisser refroidir dans le dessiccateur jusqu'à la température ambiante et peser 0.001g prés. Répéter les opérations de chauffage, de refroidissement et de pesée, mais avec des séjours successifs dans l'étuve de 30 min chacun, jusqu'à ce que la perte de masse entre deux pesées successives ne dépasse pas 2 ou 4 mg, selon la masse de la prise d'essai (**Journal officiel 2012**).

➤ **Mode de calcul et formule :**

La teneur en eau et en matières volatiles, exprimée en pourcentage en masse, est égale :

$$H\% = \frac{M1 - M2}{M1 - M0} \times 100$$

Avec:

M0 : est la masse, en grammes, de la capsule et du thermomètre ou du vase en verre.

M1 : est la masse en grammes, de la capsule, du thermomètre et de la prise d'essai ou du vase de la prise d'essai, avant chauffage.

M2 : est la masse en grammes, de la capsule du thermomètre et du résidu, ou du vase et du résidu, après chauffage.

II.2.1.2. Indice de réfraction

➤ **Principe :**

Mesurage l'aide d'un réfractomètre convenable de l'indice de réfraction de l'échantillon liquide une température constante. (**Journal officiel 2012**).

➤ **Mode opératoire :**

➤ **Préparation de l'Échantillon pour essai :**

Préparer l'échantillon pour essai conformément la méthode officielle. L'indice de réfraction doit être déterminé sur le corps gras parfaitement anhydre et filtré. Dans le cas d'un échantillon solide, transférer l'échantillon préparé dans un récipient convenable et le placer dans le bain d'eau, réglé la température laquelle les mesurages sont effectués. Laisser un temps suffisant pour que la température de l'échantillon se stabilise. (**Journal officiel 2012**).

II.2.1.3. Potentiel hydrogène (PH) :

- **Principe :**

C'est la mesure du potentiel hydrogène d'une solution d'huile d'olive à l'aide d'un pH mètre. (Habati M).

- **Mode opératoire :**

Étalonnage de l'appareil :

- ✓ L'étalonnage de pH mètre s'effectue dès sa première utilisation.
- ✓ Pour l'étalonnage en température ou entre une valeur de la température égale à celle de la solution d'étude (en pratique celle de laboratoire).
- ✓ Pour l'étalonnage en pH, on utilise des solutions tampons de pH 4 et pH 7.
- ✓ Plonger la sonde dans la solution de calibration pH 4 et attendre la stabilisation de la mesure.
- ✓ Recommencer l'opération avec la solution de calibration ph 7. (AOAC, Habati 2018).

➤ **Mesure du pH des échantillons :**

- ✓ Peser dans un petit bécher 10g huile d'olive.
- ✓ Rincer l'électrode à l'eau distillée puis sécher là avec du papier joseph.
- ✓ Placer la solution huile d'olive a analysé sous agitation magnétique.
- ✓ Plonger l'électrode propre et sèche dans la solution à analyser.
- ✓ Attendre la stabilisation de la valeur du pH.

➤ **Expression des résultats :**

La valeur du pH est directement affichée sur l'écran de l'appareil.

II.2.1.4.Densité :

- **Définition :**

La densité relative à une température de 20°C d'une huile ou d'une graisse est le quotient de la masse dans l'atmosphère d'un certain volume de cette huile ou à une température donnée t par la masse du même volume d'eau à 20°C, les pesées étant faites avec les poids ajustés de façon à équilibrer les poids de laiton dans l'air. (Journal officiel 2012).

- **Mode opératoire :**

- ✓ Mesurer la masse du bécher vide et noter cette valeur.
- ✓ Ajouter de l'huile d'olive dans le bécher jusqu'à atteindre environ 100 % de sa capacité. Mesurer la masse totale du bécher avec l'huile d'olive et noter cette valeur.
- ✓ Ajouter de l'eau distillée dans le bécher jusqu'à ce qu'il soit rempli presque jusqu'au bord.

- ✓ Attendre que les deux liquides se séparent complètement, puis mesurer la hauteur de l'huile d'olive dans le bécher à l'aide de l'éprouvette graduée et noter cette valeur.
- ✓ Mesurer la hauteur totale du liquide dans le bécher à l'aide de l'éprouvette graduée et noter cette valeur.
- calculé par la formule suivante :

$$D = \frac{\text{poids E}}{V \text{ d'eau}}$$

Avec :

Poids E : poids d'échantillon en gramme.

V d'eau : volume d'eau distillé en litre ou (ml).

II.2.2. Analyse chimique:

II.2.2.1 Détermination de l'acidité libre :

✓ Principe :

Mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange de solvants, puis titrage des acides gras libres présents l'aide d'une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium.(**journal officiel 2012**).

• Mode opératoire:

➤ Préparation de l'échantillon pour essai :

Préparer l'échantillon pour essai conformément la méthode de préparation de l'échantillon. Dissoudre la prise d'essai dans 50 à 150 ml du mélange oxyde diéthylique / éthanol préalablement neutralisé. Titrer, en agitant avec la solution d'hydroxyde de potassium 0,1 mol/l jusqu'à virage de l'indicateur (coloration rose de la phénolphtaléine persistant durant au moins 10 secondes),(**journal officiel 2012**).

➤ Mode de calcul et formule :

L'indice d'acide est égal :

$$\frac{56,1 \times V \times C}{m}$$

56,1 : est la masse molaire, exprimée en grammes par mole, de l'hydroxyde de potassium;

V : est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de potassium utilisé ;

C : est la concentration exacte, en moles par litre, de la solution titrée d'hydroxyde de potassium utilisée ;

m: est la masse, en grammes, de la prise d'essai. Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations.

II.2.2.2. Indice de peroxyde :

- **Principe :**

Découper l'échantillon d'essai dans de l'iso-octane et de l'acide acétique glacial, puis ajouter l'iodure de potassium. Déterminer visuellement l'iode libéré par les peroxydes, l'aide d'un indicateur l'amidon et d'une solution étalon de thiosulfate de sodium. Déterminer visuellement la fin du titrage. (**Journal officiel 2011**).

- **Mode Opérateur:**

La prise d'essai destinée la détermination de l'indice de peroxyde doit être prélevée en priorité et l'indice de peroxyde doit être déterminé immédiatement. Homogénéiser l'échantillon, de préférence sans chauffage et l'abri de l'air. Eviter tout rayonnement solaire direct. Chauffer avec précaution les échantillons solides 10° C au dessus de leur point de fusion. Les échantillons ayant des impuretés visibles doivent être filtrés. Pour certains produits, la quantité extraite de corps gras ou d'huile peut être inférieure à 5 g ou l'indice de peroxyde du corps gras supérieur 30 méq d'oxygène actif par kilogramme. Dans ces cas- 1, il convient que l'utilisateur choisisse une prise d'essai plus faible. (**Journal officiel 2011**).

➤ **Détermination :**

Peser, 0,001 mg près, 0,27 g d'iodate de potassium (KIO₃) dans une fiole jaugée (250 ml ou 500 ml), puis remplir au trait de jauge de l'eau récemment portée ébullition, puis refroidie température ambiante. A l'aide d'une pipette transférer 5 ml ou 10 ml de cette solution d'iodate de potassium dans un erlenmeyer de 250 ml. Ajouter 60 ml d'eau récemment portée ébullition, 5ml d'HCL 4mol/l et 25 mg 50 mg d'iodure de potassium 0,5 ml de la solution saturée de potassium. Titrer cette solution en utilisant la méthode iodométrique (visuelle) afin de déterminer le facteur de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01 N. (**Journal officiel 2011**).

-Un essai à blanc est effectué simultanément.

➤ **Mode de calcul et formule :**

Indice de peroxyde est égal:

$$ip = \frac{(V \times V_0) \times N}{m} \times 1000$$

V: est le volume de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01N utilisé pour la détermination, en millilitres;

V₀ : est le volume de la solution étalon de thiosulfate de sodium 0,01N utilisé pour l'essai blanc, en millilitres;

N : normalité de thiosulfate de sodium (Na₂ S₂ O₃).

m : est la masse de la prise d'essai, en grammes.

II.2.2.3. Indice de saponification :

• **Principe:**

Ebullition reflux échantillon avec une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium, puis titrage de l'excès d'hydroxyde de potassium, par une solution titrée d'acide chlorhydrique, (**Journal officiel 2011**).

• **Mode Opérateur :**

➤ **Détermination :**

Ajouter, la prise d'essai, l'aide de la pipette, 25ml de la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium et quelques régularisateurs d'ébullition. Relier le réfrigérant reflux la fiole, placer la fiole sur le dispositif de chauffage et faire bouillir doucement, en agitant de temps en temps, pendant 60 minutes, sauf pour les corps gras point de fusion élevé, difficiles saponifier, pour lesquels le temps d'ébullition doit être de deux heures (2 h).

Ajouter, la solution chaude, de 0,5 à 1 ml de la solution de phénolphaléine et titrer avec l'acide chlorhydrique jusqu'à disparition de la couleur rose de l'indicateur. (**Journal officiel 2011**).

➤ **Essai à blanc :**

Effectuer un essai à blanc en suivant le même mode opératoire qu'en, en utilisant également 25,0 ml de la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium, mais en omettant la prise d'essai. (**Journal officiel 2011**).

➤ **Mode de calcul et formule :**

L'indice de saponification est égal:

$$IS = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 56,1}{m}$$

VO : est le volume, en millilitres, de l'acide chlorhydrique, utilisé pour essai blanc ;

V1: est le volume, en millilitres, de l'acide chlorhydrique, utilisé pour la détermination ;

c : est la concentration exacte, diacide chlorhydrique;

m : est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

II.2.2.4. Indice d'iode :

- **Principe :**

Addition une prise d'essai d'une solution de monochlorure d'iode dans un mélange formé d'acide acétique et de tétrachlorure de carbone. Après un temps donné de réaction, réduction de l'excès de monochlorure d'iode par addition d'une solution d'iodure de potassium et d'eau et titrage de l'iode libre par une solution titrée de thiosulfate de sodium (**Journal Officiel 2013**).

- **Mode opératoire:**

➤ **Détermination:**

La détermination doit être effectuée la température ambiante. Peser la prise d'essai, 0.001 g près, dans une nacelle en verre. L'introduire dans un flacon de 250 ml. Ajouter 15 ml du tétrachlorure de carbone pour dissoudre la matière grasse. Ajouter exactement 25 ml du réactif de wijs, boucher, agiter doucement et placer le flacon dans un endroit sombre. Pour les produits ayant un indice d'iode inférieur 150, laisser le flacon dans un endroit sombre durant 1 h ; pour ceux ayant un indice d'iode supérieur 150, et pour des produits polymérisés ou des produits considérablement oxydés, le laisser durant 2h. Après ce temps, ajouter 20 ml de la solution d'iodure de potassium et 150 ml d'eau. Titrer avec la solution de thiosulfate de sodium jusqu'à ce que la couleur jaune due à l'iode ait presque disparu. Ajouter quelques gouttes de l'empois d'amidon et poursuivre le titrage jusqu'au moment où la couleur bleu disparaît après avoir agité très vigoureusement (**Journal Officiel 2013**).

➤ **Mode de calcul et formule :**

L'indice d'iode est égal :

$$\text{L'index d'iode} = \frac{12.69T1(V3-V4)}{m}$$

T1 : est la normalité exacte de la solution de thiosulfate de sodium utilisée ;

V3 : est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium, utilisé pour essai blanc ;

V4 : est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour la détermination ;

m : est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

II.2.2.5.Détermination de la teneur en pigments (chlorophylle et caroténoïde) :

Le protocole du dosage des caroténoïdes et de la chlorophylle utilisé est celui de (Minguez.M et al., 1991): Une prise d'essai de 3 g d'huile est ajustée jusqu'à 10 ml de cyclohexane dans une fiole jaugée. Les absorbances maximales à 670 nm et à 470 nm nous renseignent sur la fraction chlorophyllienne et les caroténoïdes respectivement. La valeur du coefficient d'extinction spécifique utilisée :

E0= 613 pour la Phéophytine (composant majeur des chlorophylles).

E0= 2000 pour la Lutéine (composant majeur des caroténoïdes).

$$\text{Chlorophylle (mg/kg)} = \frac{A_{670} \times 10^6}{613 \times 100 \times T}$$

$$\text{Caroténoïdes (mg/kg)} = \frac{A_{470} \times 10^6}{2000 \times 100 \times T}$$

II.2.3.Activité biologique

II.2.3.1. Extraction des composés phénoliques

Pour extraire les composés phénoliques, nous avons adopté le protocole de **Pirisi et al.** Ainsi, 2 g d'huile d'olive ont été introduites dans un tube additionné de 1 ml de n-hexane et 2 ml de méthanol à 60%. Après homogénéisation, la mixture a été centrifugée pendant 5 min à 3000 tpm, et le surnageant contenant les polyphénols a été récupéré. Cette procédure a été répétée deux fois afin d'épuiser l'huile. Les surnageants ont été réunis avant d'être concentrés à sec sous vide à 40°C, puis récupérés dans 1 ml de méthanol à 50% (**Bouchenak et al.2018**).

II.2.3.2. Le rendement de l'extraction

Est calculé par la formule suivante :

$$R \% = \frac{M - M0}{MT} \times 100$$

Avec :

R% : taux de polyphénols totaux extraits ;

M : masse du ballon après l'extraction ;

M0 : masse du ballon vide (avant l'extraction).

MT : masse totale de l'huile d'olive utilisée.

II.2.3.3. Dosage des phénols totaux

Le dosage des phénols totaux a été effectué par une méthode adaptée de Singleton et Ross avec le réactif de Folin-Ciocalteu (**N.Boizot,J.P. Charpentier, 2006**). 100 µl de chaque extrait ont été introduits à l'aide d'une micropipette dans des tubes à essai, suivis de l'addition de 500µl du réactif de Folin-Ciocalteu (10 fois dilué) plus 2 ml de carbonates de sodium Na₂CO₃ à 5% ont été ajoutées, puis les solutions ont été secouées immédiatement et sont maintenues à l'obscurité pendant 30 minutes à température ambiante. L'absorbance de chaque solution a été déterminée à 760 nm contre un blanc sur un spectrophotomètre UV/Visible (Shimadzu 1800). La teneur en composés phénoliques de chaque extrait a été calculée à partir d'une courbe d'étalonnage de l'acide gallique et exprimée en milligrammes par gramme de la matière sèche équivalent en acide gallique.

II.2.3.4. Evaluation de l'activité antioxydante in vitro

La propriété antioxydante a attiré l'attention de nombreux laboratoires et chercheurs dans le cadre de la recherche d'antioxydants naturels utilisés dans les industries alimentaires, cosmétiques et pharmaceutiques d'une part et d'autre part pour valoriser l'effet préventif de ces métabolites contre les différentes pathologies liées au stress oxydatif. En effet, Plusieurs méthodes sont utilisées pour la détermination de l'activité antioxydante, nommées d'après le nom de la substance utilisée comme source de radicaux libres. Ainsi, ces différentes méthodes donnent des résultats assez distincts et devraient être appliquées préférentiellement pour la comparaison de produits similaires. De ce fait, dans le présent travail nous avons essayé d'évaluer les capacités totales antioxydantes des extraits par la mesure in vitro leur pouvoir de piégeage du radical libre DPPH[•]. Les mesures de densités optiques en présence de chaque solution de flavonoïde à différentes dilutions nous ont permis d'exprimer le pouvoir antioxydant par la concentration efficace médiane (CE₅₀ ou EC₅₀ en anglais) qui représente la concentration de l'antioxydant nécessaire pour :

- Neutraliser 50% de radicaux libre totaux initialement introduits (test de DPPH[•]),

Les valeurs des EC₅₀ sont calculées graphiquement par les régressions linéaires des graphes représentant la variation des pourcentages d'activité antioxydante en fonction de différentes concentrations des flavonoïdes testées. Nous avons également, testé la vitamine C et le TBHQ pris comme antioxydants de référence.

- **Test de DPPH[•]**

Le DPPH[•] fut l'un des premiers radicaux libres (**Figure 04**) utilisé pour étudier la relation structure-activité antioxydante des composés phénoliques (**D.Villaño, et al., 2007**). Le DPPH[•] (2,2 diphényl-1-picrylhydrazyl) est généralement le substrat le plus utilisé pour l'évaluation rapide et directe de l'activité antioxydante en raison de sa stabilité en forme radicale libre et la simplicité de l'analyse.

Le radical a une couleur violette en raison de l'électron non apparié d'azote et, après réaction avec l'atome d'oxygène d'un piègeur de radicaux de la réduction de DPPH-H (2,2- diphényl-1-picrylhydrazin) est formé, qui est jaune pâle (**Mokbel.M.S et Hashinaga.F, 2005**). Ceci permet de suivre la cinétique de décoloration de ce radical à 515-520 nm et de cette façon le potentiel antioxydant d'une substance ou un extrait de plante peut être déterminée (**D.Villaño, et al.,2007**).

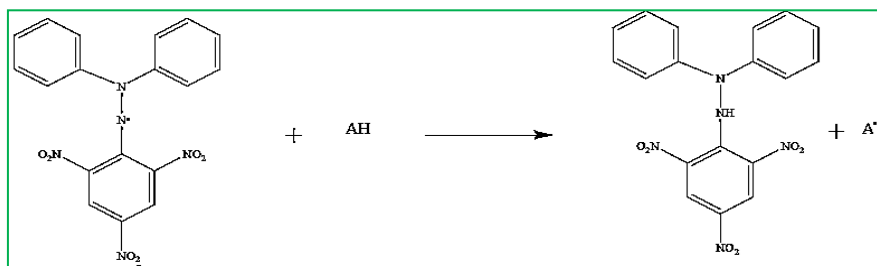


Figure 04: Réaction du radical DPPH[•] avec l'antioxydant (AH) (R.Apak, K.Güçlü, M.Özurek 2004).

Dans ce test, 50 µl de chacune des différentes concentrations des flavonoïdes ont été incubés avec 1450 µl d'une solution méthanolique de DPPH[•] (60µM). Après 30 min d'incubation à l'obscurité et à la température ambiante, les absorbances à 517 nm ont été enregistrées à l'aide d'un spectrophotomètre UV-visible (Shimadzu 1800), où le contrôle négatif contenant uniquement la solution de DPPH[•]. Le pourcentage anti radicalaire (PAR %) du radical DPPH[•] par les extraits a été calculé comme suit :

$$\text{PAR}\% = \frac{(A_{\text{CN}} - A_{\text{Ech}})}{A_{\text{CN}}} \times 100$$

Où ;

Abs_{CN} : Absorbance en absence d'antioxydant (contrôle négatif).

Abs_{Ech} : Absorbance en présence d'antioxydant (extrait ou standard).

II.3. Analyse statistiques

L'analyse statistique descriptive a concerné l'ensemble des paramètres mesurés, les moyennes, l'écart type et les extrêmes ont été signalés (moyenne ± Ecart type). Les analyses de variances (ANOVA) ont permis de comparer entre les caractéristiques des huiles de différentes provenances. Ces tests statistiques sont obtenus par l'utilisation du logiciel XLSTAT sous Windows et aussi par Microsoft Excel 2007.

Chapitre -III-

Résultats et discussion

III.1.paramètres physicochimiques

Les résultats obtenus sont tous conformes aux normes données par le Conseil Oléicole

International (COI, 2015), ce qui signifie que les huiles d'olives de la région de Laghouat sont de bonne qualité.

III.2.Analyse physique

III.2.1.Taux d'humidité :

Les résultats montrent que tous les échantillons ont une teneur en eau conforme aux normes établies par le Codex Alimentaire et le C.O.I. (H % inférieure à 0.2). Une teneur de 0.01% ; pour tous les échantillons a été enregistrée.

Le pourcentage d'humidité dans une huile nous informe du risque d'une hydrolyse des triglycérides. Plus le taux d'humidité est élevé, plus ce risque est important (Bensalem, 2015).

III.2.2. Indice de réfraction (degré de brix).

Les résultats sont déterminés après la conversion de Brix vers indice de réfraction, ses derniers sont illustrés dans la figure 5.

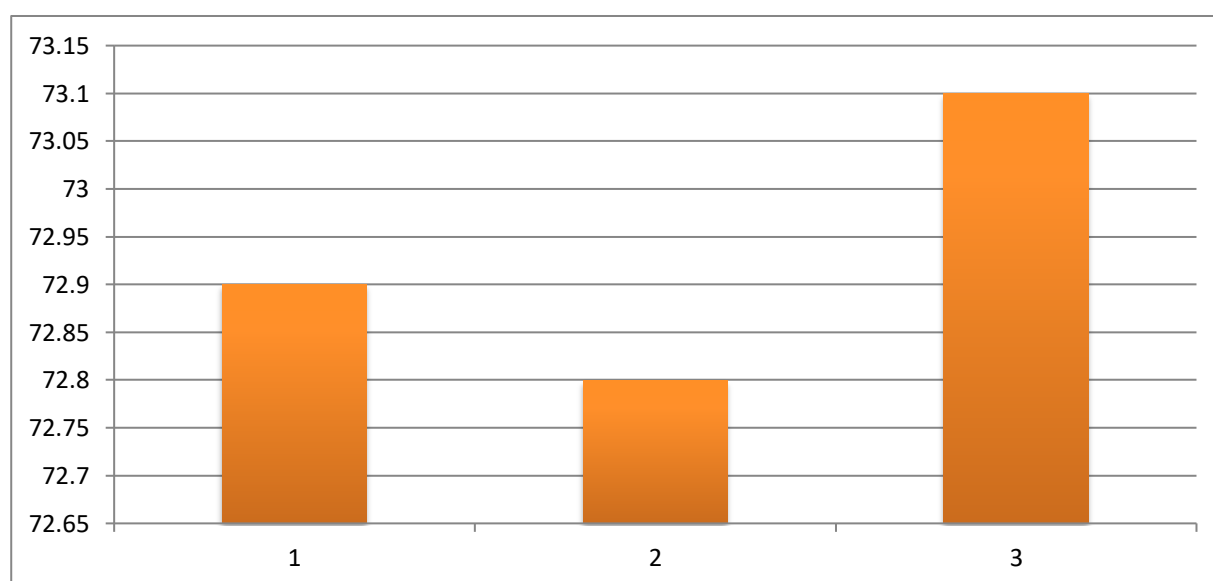


Figure 05: Représentation graphique de l'indice de réfraction (degré de brix %) des trois échantillons.

Les résultats obtenus pour les 3 échantillons sont conformes aux normes CODEX STAN 33-1981 (1,4677-1,4705). La valeur la plus élevée est notée pour H3 avec 1.472%

L'indice de réfraction est considéré comme étant un paramètre de pureté d'un corps gras, il dépend de la composition chimique des huiles et de la température. Généralement, l'indice augmente avec l'instauration ou la présence de produit secondaire (**Bouchireb et Bouraoui 2017**).

L'évaluation de l'indice de réfraction des huiles et graisses est particulière à chaque matière, et elle est liée aux niveaux de saturation de la liaison. C'est une variable qui peut présenter différents modèles en raison de l'influence de facteurs tels que la teneur en acide gras libre, le niveau d'oxydation et le traitement thermique (**Santos et al., 2012**). De même, l'auto oxydation est une réaction entre les acides gras et une molécule d'oxygène. Ce processus est extrêmement complexe impliquant le mécanisme d'une réaction radicalaire en chaîne. La conséquence de l'auto oxydation est essentiellement la production d'hydro peroxydes instables qui se décomposent spontanément en une série de produits, notamment de mélanges d'aldéhydes volatils (**Del Carlo et al., 2004**).

III.2.3.Potentiel hydrogène (pH) :

Les résultats du pH des échantillons sont représentés dans la figure suivante :

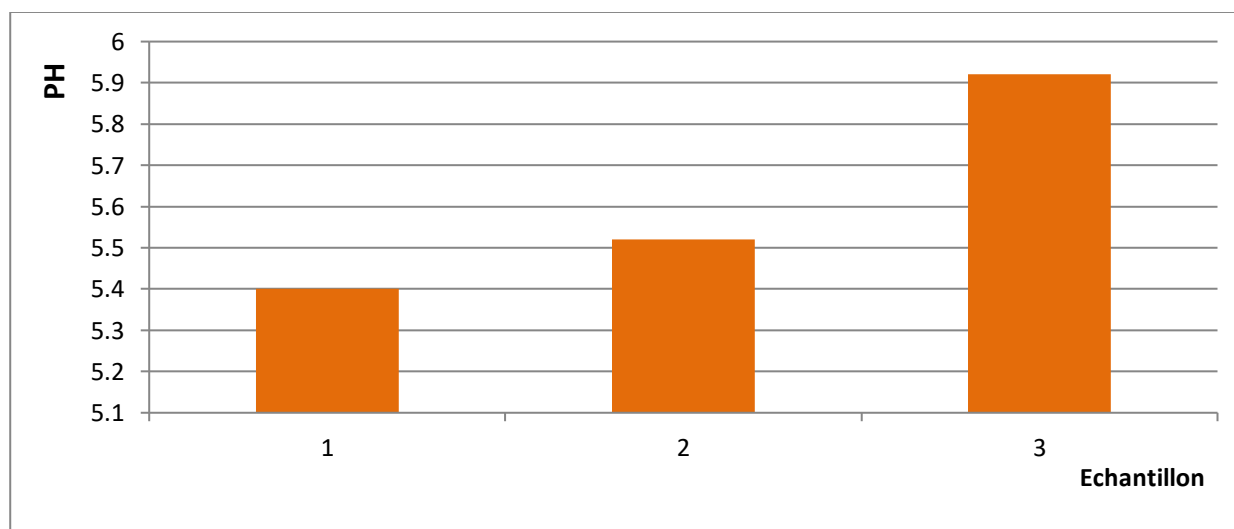


Figure 06: Représentation graphique de la Potentiel hydrogène pour les trois échantillons.

A travers cette figure, nous remarquons que le pH des huiles d'olive étudiés varie entre 5,4 pour celui de H3 5,92 pour celui H2. Ces résultats sont en dessous de la norme fixée par le **Codex Stan 33 (2015)**, qui est de 5,6 à 7,2. Ils sont supérieurs à ceux obtenus par (**IdouiT, 2013**).

III.2.4. Densité relative :

Les résultats de l'indice Densité relative effectué sur les échantillons sont exposés dans la Figure :

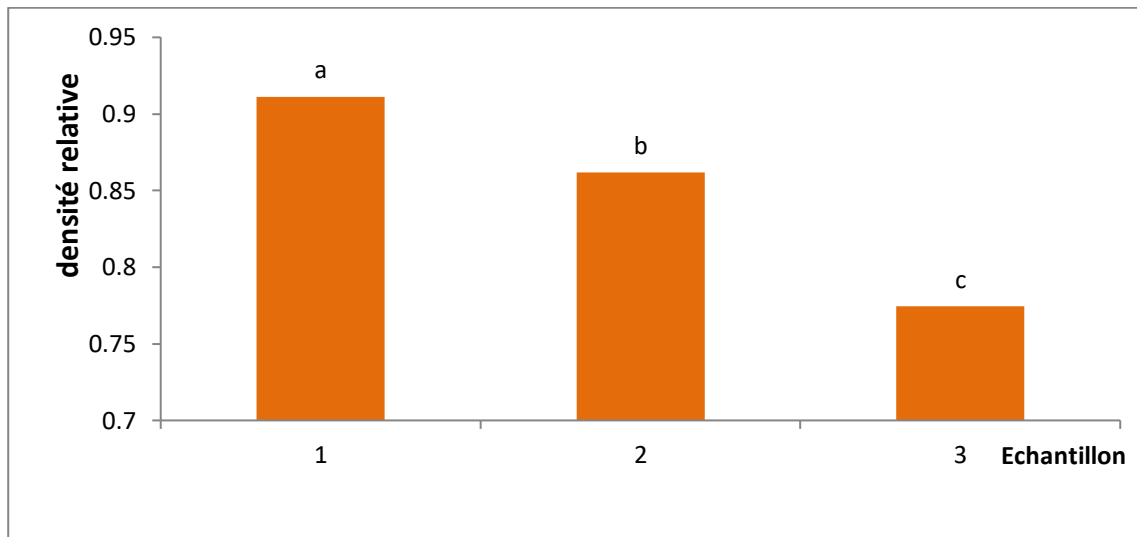


Figure 07: Représentation graphique de l'indice Densité relative pour les trois échantillons. Groupe significative : $p < 0.001$.

Les résultats obtenus montrent que l'huile d'olive H1 présente une densité de 0,911 et qui est conforme à la norme établie par le C.O.I (2015) (0.910-0.916 ; 20° C/eau à 20° C), ce qui nous permet de dire que cette huile est totalement pure ou à faible impuretés. L'huile de H2 (0,861), et l'huile de H3 (0,774) présentent des valeurs inférieures à la norme.

Les résultats de l'analyse de la variance, ont montré qu'il y'a une différence très hautement significative entre les échantillons ($p \leq 0,001$).

III.3.Analyse chimique

III.3.1.Indice d'acidité libre :

Les résultats de l'indice d'acidité effectués des échantillons sont montrés par la figure suivante.

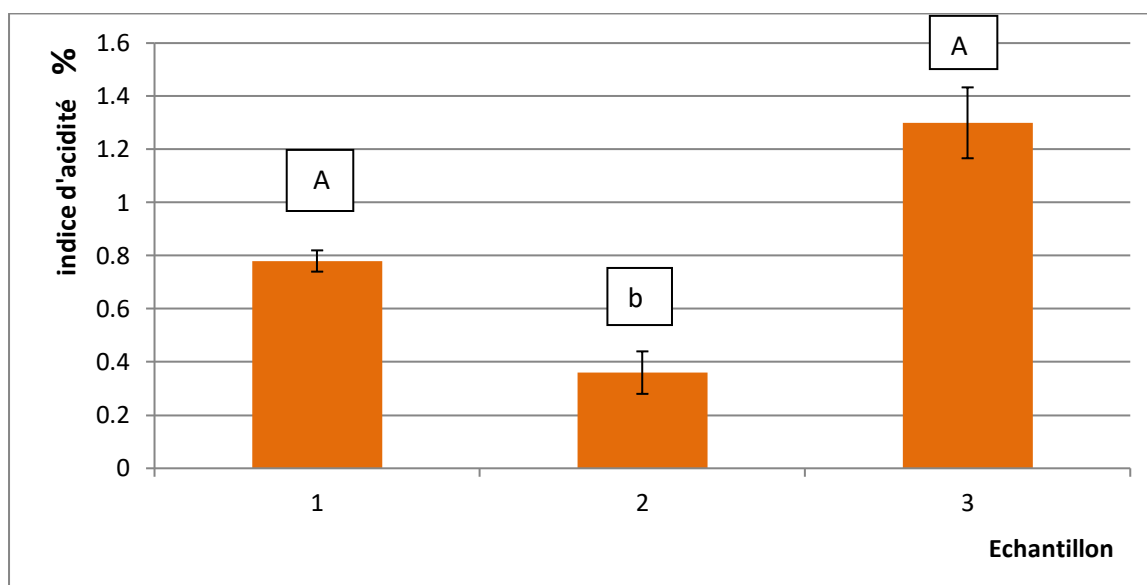


Figure 08: Représentation graphique des valeurs en % d'indice d'acidité des trois échantillons.

Groupe significative : $p < 0.001$

D'après les résultats obtenus, nous avons constaté que l'indice d'acidité de l'huile analysée de la région de Laghouat, présente un taux inférieur à 0,8 %, pour l'échantillon H1 et 0,33% pour H2, l'échantillon H3 est supérieure à 0.8 % c'est un huile vierge.

Les résultats de l'analyse de la variance, ont montré qu'il y'a une différence hautement significative pour le facteur région ($p \leq 0,001$).

Les valeurs d'acidité enregistrées des échantillons H1 et H2 étudiés sont $< 0,8\%$. Nos résultats sont similaires à ceux obtenues par **Benaziza et Semad (2016)** qui sont ($< 0,8\%$).

D'après ces résultats, on peut dire que les échantillons H1 et H2 d'huiles analysés sont de bonne qualité parce qu'elles présentent des acidités faibles cela se référé à la bonne conservation et le respect des bonnes pratiques d'une récolte à la main et d'une extraction immédiate sans procéder au stockage des olives. D'après **Ajana et al. (1999)**, dans de telles conditions, l'acidité ne doit pas dépasser 0,5 %, ce qui est le cas de nos huiles.

III.3.2. Indice d'iode

Il nous renseigne sur le degré d'insaturation de l'acide gras contenu dans une huile donnée, il est en rapport direct avec le degré d'oxydation d'une huile. Plus l'huile est insaturée, plus son indice d'iode est élevé. (Andjouh 2019).

Les résultats de l'indice d'iode effectué sur notre échantillon sont présentés dans la figure suivante :

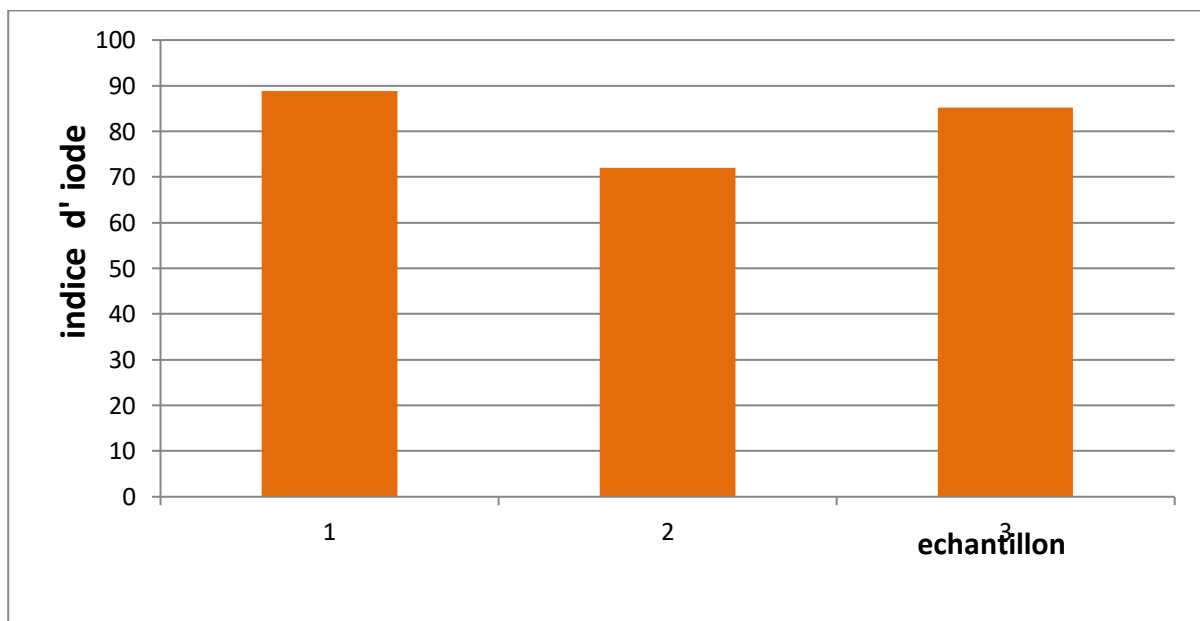


Figure 09: Représentation graphique des valeurs d'indice d'iode des trois échantillons.

L'indice d'iode le plus élevé est enregistré pour H1 (88.83) et H3 (85.27). La valeur la plus faible est notée pour H2 (72.84).

III.3.3. Indice de peroxyde :

Les résultats de l'indice de peroxyde effectué sur notre échantillon sont présentés dans la figure suivante :

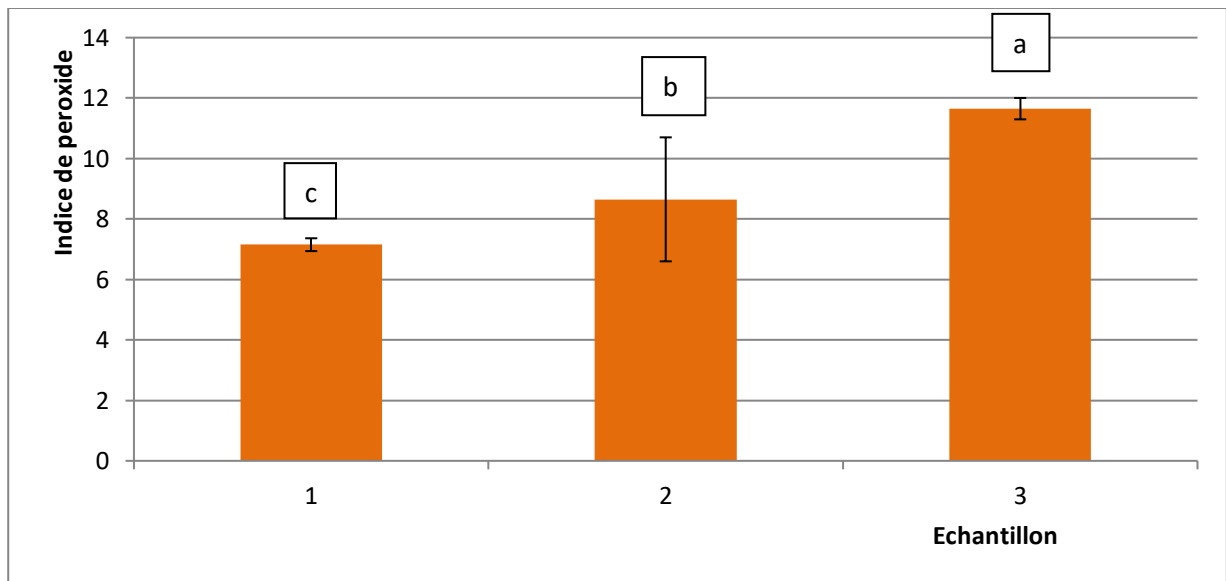


Figure 10: Représentation graphique des valeurs d'indice de peroxyde des trois échantillons.

Pour tous les échantillons d'huile étudiés, les valeurs de cet indice sont conformes aux normes commerciales COI (2015), qui recommande un indice de peroxyde inférieur à 20 meq d'O₂/kg, Ce qui indique que leurs acides gras ne sont pas oxydés.

Les résultats de l'analyse de la variance, ont montré qu'il y'a une différence très hautement significative entre les échantillons ($p < 0.001$).

Nos résultats sont supérieurs à ceux obtenus par **(Benaziza et Semad, 2016)** sur les variétés : Abani, ferkani, rougette, tablout, Frantoio et Manzanilla ;(Rougette 5,42 meq d'O₂/kg et Ferkani 6.5 meq d'O₂/kg).

III.3.4. Indice de saponification :

La connaissance de l'indice de saponification nous renseigne sur la longueur de la chaîne carbonée constituant l'huile. L'indice de saponification est d'autant plus élevé que la chaîne carbonée des acides gras est courte (**Andjough 2019**).

Les résultats de l'indice de saponification effectué sur notre échantillon sont présentés dans la figure suivante :

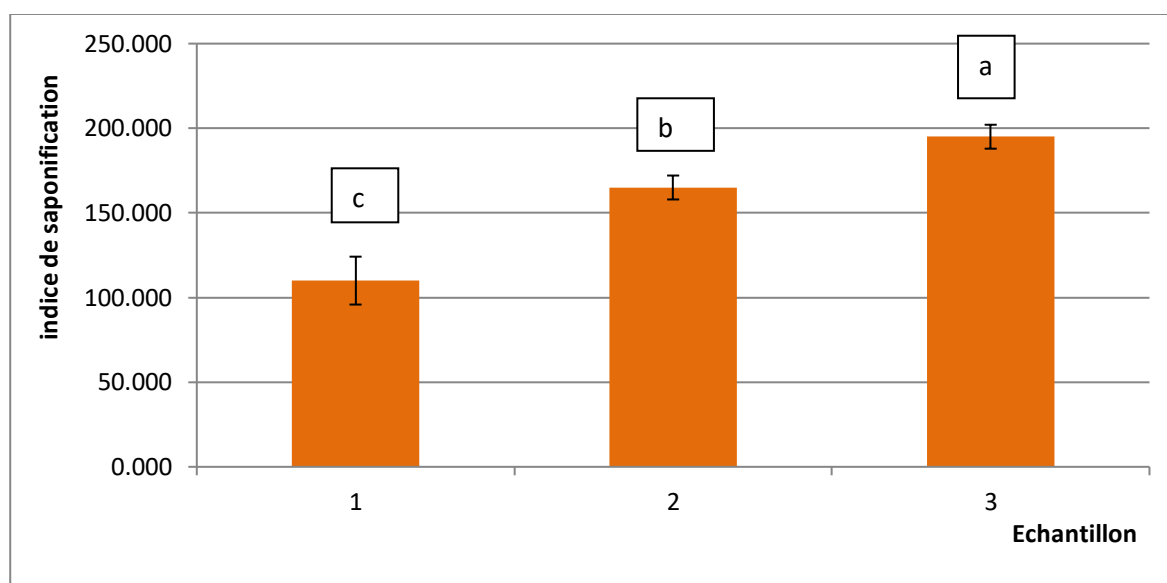


Figure 11: Représentation graphique de l'indice de saponification pour les trois échantillons.

Les valeurs obtenues de cet indice sont proches à l'intervalle de la norme de codex alimentaire entre 184-196 pour l'huile d'olive vierge. Les résultats de l'analyse de la variance, ont montré qu'il y'a une différence très hautement significative entre les échantillons ($p < 0.001$).

La diminution de l'indice de saponification avec la concentration indique que ces mélanges d'huiles ont des chaînes de carbone longues. Et donc lui donne un caractère de conservation à long terme. (**Andjough 2019**).

D'après **Benrachou et al. (2010)**, la détermination de l'indice de saponification est importante car il permet de caractériser le poids moléculaire et la longueur moyenne des chaînes grasses auxquelles il est inversement proportionnel (plus le

poinds moléculaire d'acide gras est élevée, plus leur indice de saponification est faible).

III.3.5.Teneur en chlorophylles et en carotène

L'analyse des pigments colorants n'est pas exigée par les normes de commercialisation de l'huile d'olive, cependant la couleur est un attribut de base pour déterminer les caractéristiques de l'huile d'olive elle est associée par la plupart des consommateurs à la notion de qualité **(Benrachou, 2013)**.

Rahmani (1989) a démontré que la teneur en pigments dans l'huile d'olive dépend d'un certain nombre de facteurs, tels que, la variété, le degré de maturité des olives, le système utilisé pour l'extraction de l'huile ainsi que la durée et les conditions de son stockage.

III.3.5.1.Teneur en chlorophylle :

La teneur en chlorophylle des échantillons sont exprimées dans la figure suivante :

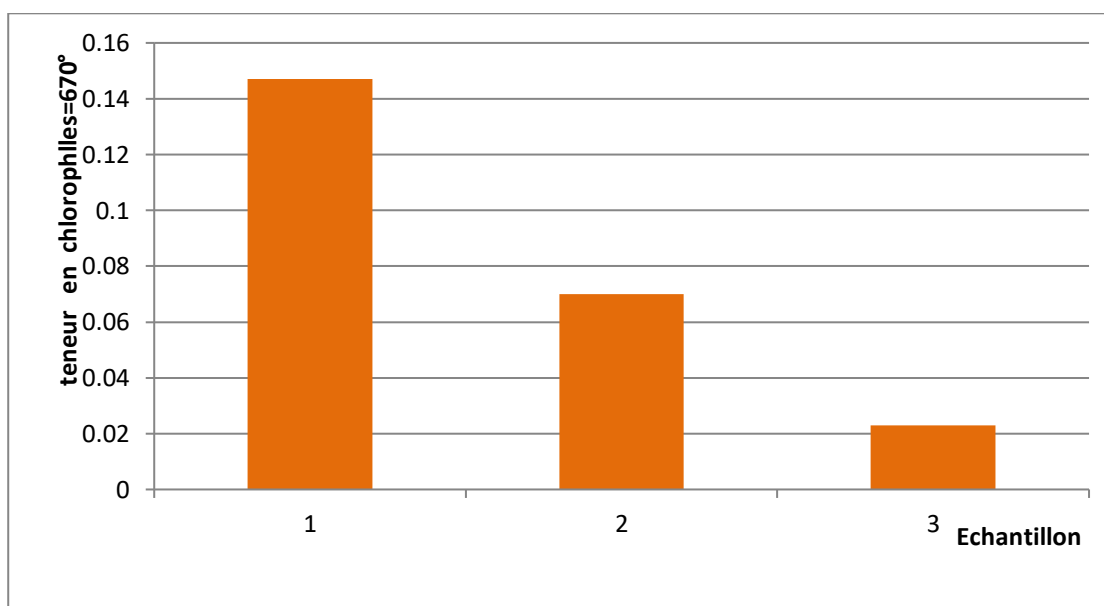


Figure 12: Représentation graphique de la teneur en chlorophylle pour les trois échantillons.

La chlorophylle est le pigment le plus abondant dans la nature. Ils sont Responsables de la teinte verte de l'huile d'olive dont le niveau varie selon les facteurs génétique et stades de maturation des fruits. Ils jouent un rôle Important pour l'activité oxydante du produit en raison de ses propriétés antioxydants dans l'obscurité et pro-oxydants à la lumière. La faible teneur en chlorophylle réduit Risque d'oxydation de différentes huiles **(louaguénouni et hadjab 2021)**.

D'après les résultats obtenus, une faible teneur en chlorophylle a été observée : 0.147ppm Pour l'échantillon 1 et 0,07 ppm échantillon 2 et 0.02 ppm pour échantillon 3. Les chlorophylles sont des substances non désirables dans les huiles végétales en raison de leur effet négatif sur la stabilité (Ryan, 1998). En effet, ces pigments ont un pouvoir photo sensibilisateur et peuvent être, par conséquent, à l'origine de l'oxydation des huiles exposées à la lumière (**Rahmani, 1989**).

Leur composition relative dans l'huile d'olive provient de la composition pigmentaire initiale des fruits de l'olive et de toutes les transformations chimiques, telles que celles qui sont provoquées par voie enzymatique, se produisant à différents stades de la production d'huile d'olive. Les principaux facteurs affectant le profil pigmentaire des olives sont la variété (ou le cultivar), le degré de maturation (**Lizzerini et Domenici, 2017**).

III.3.5.2. Teneur en carotène :

Les résultats enregistrés ont montré que la teneur en carotènes de la moyenne Dans les trois échantillonssont en dessous des normes fixées par le Conseil oléicole international.

La teneur en carotène des échantillons sont exprimées dans la figure suivante :

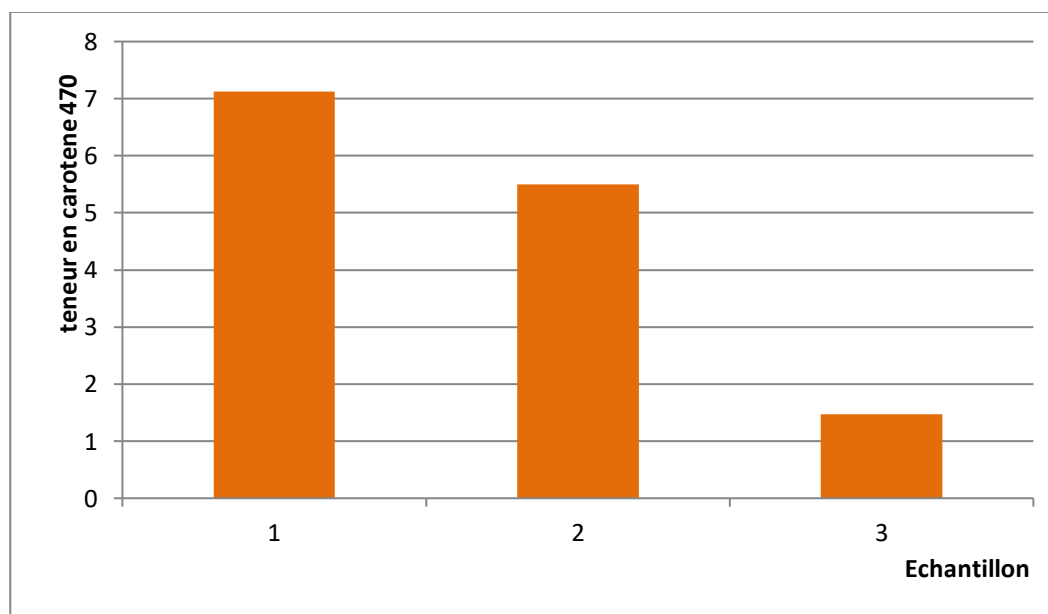


Figure 13: Représentation graphique de la teneur en carotène pour les trois échantillons.

Les trois échantillons étaient très faibles en carotènes. Cela peut être lié à la variété. Selon les travaux de **Roca et Minguez-Mosquera (2001)**, la teneur en carotènes dépend de la variété. Il provoque une perte progressive et devient plus prononcé Augmente la synthèse des anthocyanes. Les caroténoïdes sont considérés comme des antioxydants naturels avec des effets positifs Sur la stabilité à l'oxydation de l'huile d'olive. Ces pigments sont également responsables de Peinture à l'huile jaune. Les propriétés antioxydantes des caroténoïdes ont causé de nombreux Bénéfices pour la santé humaine (**Tan et al ; 1994**). Les concentrations de caroténoïdes dépendent de plusieurs facteurs tels que la variété, le climat, la maturité, le processus d'extraction (**louaguenouni et hadjab 2021**).

III.4.Activité biologique

III.4.1.Teneur en composés phénoliques totaux

Tableau 03 : Couleur et rendement d'extraction en phénols totaux de trois extraits.

Echantillon	Couleur	Rendement (%)
H1	Vert	3
H2	Vert	7
H3	Vert clair	6,3

Nous constatons que l'échantillon H2 enregistre le rendement le plus élevé, le rendement le plus faible est présente par l'échantillon H1. Il est difficile de comparer les résultats avec ceux de la bibliographie, car le rendement en extrait varie en fonction de la méthode et des conditions effectuée, de l'espèce et l'origine géographique de la plante, des conditions et de la durée du stockage et de la période de la récolte (**Haddouchi et al., 2016**).

On peut représenter la courbe d'étalonnage de l'acide gallique (**figure 04**) en prenant la concentration ($\mu\text{g/ml}$) en fonction de l'absorbance, le coefficient de corrélation $R^2 = 0,997$.

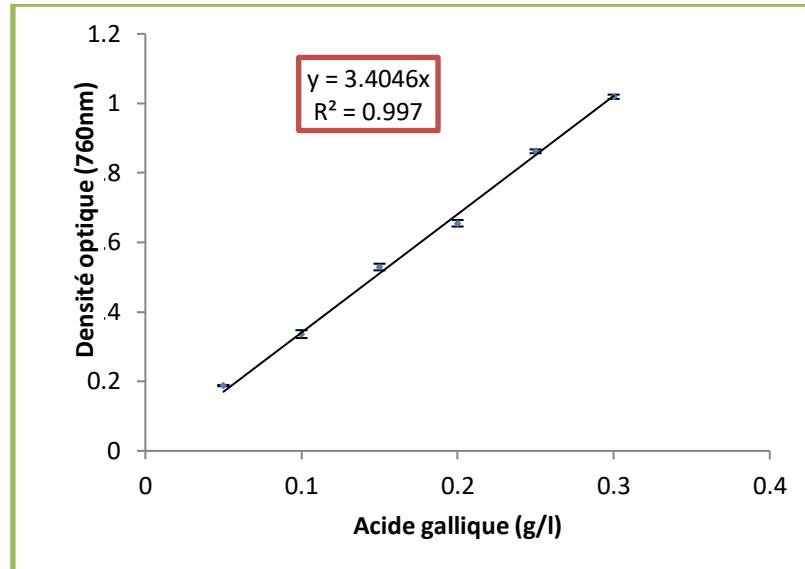


Figure 14 : Courbe d'étalonnage de l'acide gallique.

Les concentrations des polyphénols totaux sont calculées à partir de l'équation de régression de la gamme d'étalonnage établie avec l'acide gallique ($y = 3.4046x$). Les résultats sont exprimés en μg équivalent d'acide gallique par un millilitre de l'extrait ($\mu\text{g EAG/ml}$ d'extrait). Ces résultats ont permis de donner des estimations sur les quantités des polyphénols totaux contenus dans les extraits d'huile d'olive (**figure 15**).

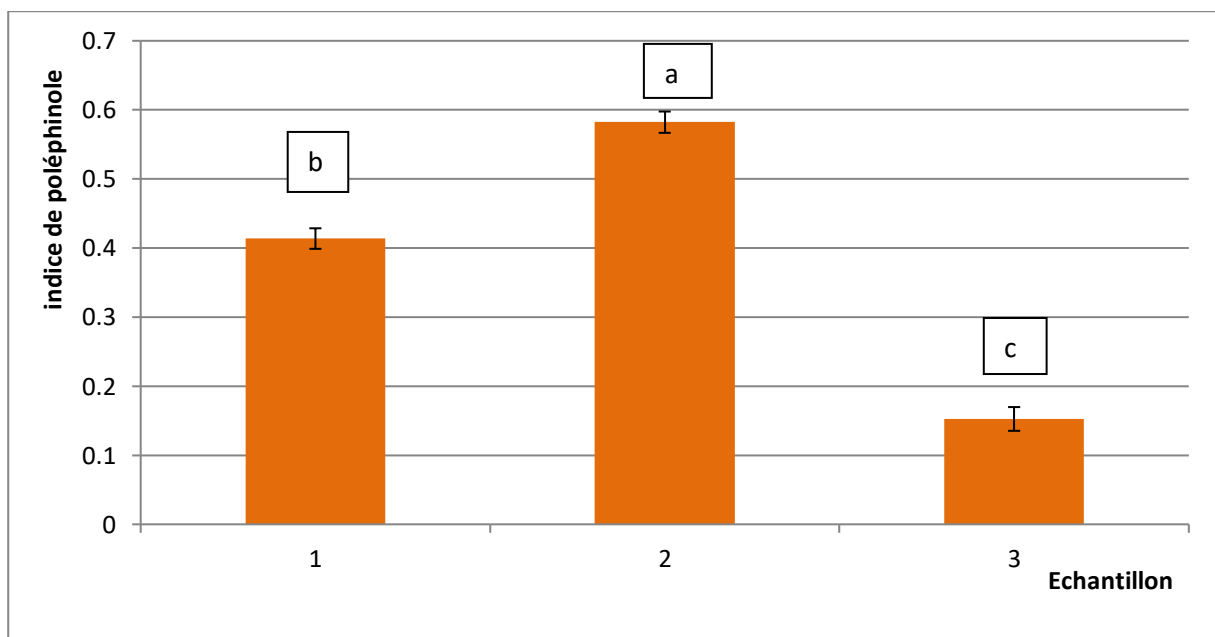


Figure 15: Représentation graphique en phénols totaux pour les trois échantillons.

D'après les résultats, on peut constater que toutes les fractions méthanoliques des échantillons des huiles étudiées, contiennent des polyphénols mais avec des quantités différentes. Le contenu phénolique total des huiles était très hautement significative ($P < 0.001$)

Les teneurs en polyphénols totaux enregistrées pour les d'huiles d'olive échantillon H1 et H2 sont supérieures à celles des variétés espagnoles étudiées par (Ceci et Carelli 2007) ; pour lesquelles les teneurs oscillent entre 37,2 et 93,2 mg/Kg et des variétés tunisiennes (25.9 à 60 mg/Kg) analysées par (Bedbabis et al 2010). Ces teneurs sont, par contre, proches à celles enregistrées par (Abu-Reidah et al 2013) sur des variétés palestiniennes caractérisées par des teneurs en polyphénols variant entre 318.99 et 469.96 mg/kg.

Les quantités des polyphénols présentes dans les huiles d'olive qui ont été rapportées dans la littérature sont très variables: elles varient entre 50-500 ppm selon l'étude de l'Alessandri (1997), supérieures à 85- 195ppm dans l'étude de Poiana (1997), elles varient entre 73 et 265 ppm dans la recherche de Pellegrin en 2001. Selon Montedoro (1992) les valeurs contiennent un intervalle de 50-1000 ppm.

La quantité des composés phénoliques dans l'huile d'olive est un facteur important pour la qualité et l'évaluation organoleptiques. Les polyphénols sont des antioxydants particulièrement puissants, ils jouent un rôle important dans l'alimentation et la santé humaines (Bouaziz et al., 2004). En outre, la durée de conservation de l'huile est corrélée à la teneur en antioxydants naturels (Sevim et Tuncay, 2013). Les composés phénoliques retardent le processus de dégradation oxydative, prolongeant ainsi la durée de vie du produit (Gambacorta et al. 2010; Bouaziz et al., 2004).

En effet, plusieurs autres facteurs peuvent influencer la teneur en composés phénoliques dans l'huile d'olive tels que la variation saisonnière, le facteur environnemental, la diversité intra variétale de l'olivier et la méthode d'extraction (Ranalli et al 1999).

Tandis que les huiles extraites des olives vertes provenant de haute altitude sont très riches en composés phénoliques. L'huile d'olive extra vierge est quasiment la seule huile contenant des quantités notables de substance phénolique naturelle, qui lui confère son goût si particulier, à la fois amère et fruité (Perin, 1992). Ces composants antioxydants dans les olives sont également responsable de la stabilité de l'huile d'olive (Visio li et al, 1998).

La détermination de la teneur en phénols totaux dans l'huile est un critère de qualité et ces résultats ont été exprimés en (ppm).

III.4.2. Evaluation de l'activité antioxydante

Diverses études ont déterminé expérimentalement les capacités des extraits naturelles à piéger les radicaux libres. Cette activité dépend d'un certain nombre de paramètres ; la dose, la structure, les substituants et le degré de polymérisation de la molécule. Le DPPH^{*} est un radical libre stable, accepte un électron ou un proton pour donner une molécule diamagnétique stable. Il est très utilisé dans le criblage des activités de piégeage des radicaux libres. Les antioxydants réagissent avec le DPPH^{*} pour le convertir en α - α , diphényl- β -picryl-hydrazine, de couleur jaune. Le degré de décoloration exprime le potentiel de piégeage de l'antioxydant.

Le Tableau 05 représente les résultats d'activité antiradicalaire obtenus par le test de DPPH^{*} pour tous les extraits ainsi que les antioxydants de référence.

Tableau 04 : Valeurs des EC₅₀ des extraits et standards mesurés par le test de DPPH^{*}

Extrait	EC ₅₀ (mg/mL)		
H1	0,0377 ±0,006		
H2	0,026 ±0,001		
H3	0,0380 ±0,002		
Standard	EC ₅₀ (mg/mL)	Standard	EC ₅₀ (mg/mL)
Vitamine C	0,002±1,65 ^E -05	TBHQ	0,005±8,49 ^E -05

A l'issus de ce tableau, les résultats montrent clairement que les antioxydants de référence (Vitamine C et TBHQ), ont exhibé des activités antiradicalaires supérieures à celles d'extraits avec des EC₅₀ de l'ordre 0,002±0,00mg/mL et 0,005±0,00mg/mL respectivement. Cependant, tous les extraits sont dotés d'une activité antioxydante, qui varie d'un extrait à un autre pour différents ou la même partie végétale. Par ailleurs, si les antioxydants de référence sont les plus puissants piégeurs du radical libre DPPH^{*}, cela n'empêche pas qu'un certain nombre

d'extraits sont très actifs et sont aussi d'excellents piègeurs après ces deux standards vue les valeurs EC_{50} très basses obtenues expérimentalement.

Il s'agit particulièrement à l'extrait H2 de a montré une meilleure activité antiradicalaire par rapport à tous les extraits ($EC_{50} = 0,026 \pm 0,005$ mg/mL), bien que le contenu de ce dernier en composés polaires soit inférieur aux autres. Cette bonne activité antiradicalaire de cet extrait peut être expliquée par la nature des composés peu polaires qui exercent des capacités donatrices de proton très remarquables.

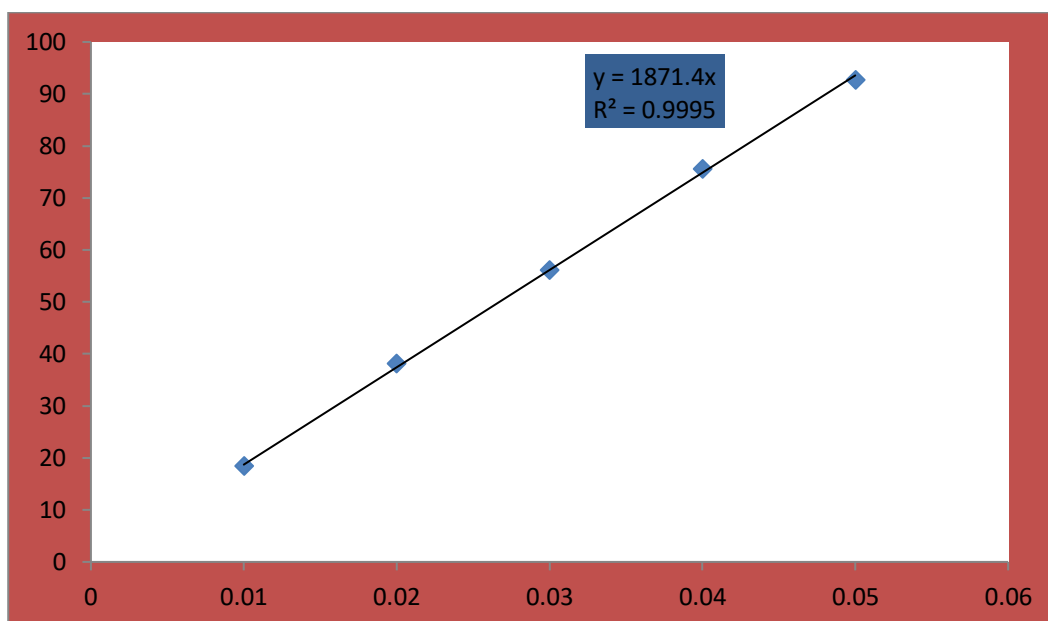
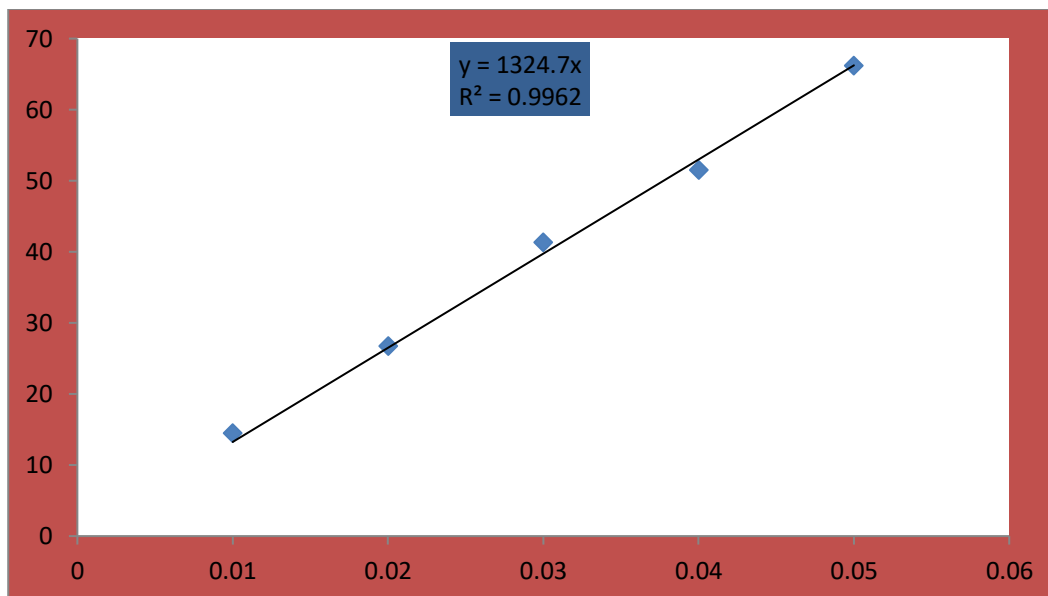


Figure 16: courbe d'étalonnage de DPPH.

CONCLUSION

Conclusion

CONCLUSION

Les vertus à la sante de l'huile d'olive sont liées à sa composition chimique en acides gras et en composés phénoliques qui sont naturellement présent.

L'huile d'olive fait partie de la culture méditerranéenne, tant d'un point de vue historique que d'un point de vue alimentaire. Ils constituent une source importante des matières grasses (acides gras mono insaturés) et autres composées.

L'huile d'olive vierge extra est un produit très utilisé dans la gastronomie (l'assaisonnement), grâce à sa saveur exceptionnelle, et aux multiples propriétés dont elle dispose pour la santé.

Ce travail permet d'évaluer les caractéristiques physico-chimiques de trois échantillons de la région de Laghouat.

La majorité des résultats physicochimique (pourcentage d'acidité, l'humidité, Indice de réfraction, indice peroxyde, indice d'iode, la densité relative, pH, Indice de saponification, teneur en pigments (chlorophylle et carotène), les polyphénols) effectués sur les différents échantillons d'huile d'olive rejoignent les normes fixées par le C.O.I relative à la catégorie des huiles d'olive vierge extra pour les échantillons H1 et H2 et d'olive vierge pour l'échantillon H3, ces huiles sont de bonne qualité et pures.

Par ailleurs des variations ont été observées dans les résultats qui peuvent être expliquées par l'influence de plusieurs facteurs ; Les facteurs qui influencent sur les paramètres que nous avons étudiés sont : temps s'écoulant entre la récolte et la trituration, le mode de conservation, le système d'extraction, la différence de la variété, le mode de récolte, le stockage, donc tous ces facteurs joue un rôle dans l'influence sur la qualité de l'huile d'olive.

Cette étude à permit de constater que :

Le choix d'une technique d'extraction qui donne un rendement élève en composés phénoliques est importante afin de garantir la stabilité de l'huile. Ces composés phénoliques protège l'huile d'olive contre l'oxydation et permettent de prolonger sa durée de vie. Pour la stabilité de l'huile après l'extraction, les récipients contenant cet « or » doivent être conserve à l'abri de la lumière et de l'air atmosphérique.

Il s'agit d'une huile à gout savoureuse, utilisé cuit ou cru sans endommager l'organisme, elle convient bien aux nourrissons et même aux plus âgés. L'huile d'olive est considérée à la fois comme aliment et médicament.

Références

Bibliographiques

Références bibliographiques

Référence

- **Abdessemed S, Abdessemed A, Boudchicha RH, Benbouza H (2017).** Caractérisation et identification de quelques écotypes d'olivier *Olea europaea* L en Algérie ; revue Agriculture. 8(2) : p 26-43.
- **Abu-Reidah, I. M., Yasin, M., Urbani, S., Servili, M., & Montedoro, G. (2013).** Study and characterization of Palestinian monovarietal Nabali virgin olive oils from northern West Bank of Palestine. *Food research international*, 54(2), 1959-1964.
- **Ahmidou Ouaouich (ONUDI), Hammadi Chimi (IAV Hassan II). (2007).** Guide du producteur de l'huile d'olive Préparé dans le cadre du projet de développement du petit entrepreneuriat agro-industriel dans les zones périurbaines et rurales des régions prioritaires avec un accent sur les femmes au Maroc.
- **Ajana H., EL Antari A. et Hafidi A. 1999.** Evolution of biometric parameters and chemical composition of olives from *Moroccan Picholine* variety fruit ripeness. *Grasas y Aceites*,50(1) : 1-16.
- **Alessandri S. 1997.** Technique agronomiques et caractéristiques de l'huile d'olive. In : «Encyclopédie oléicole international, Madrid (Espagne) : 195-217p.
- **Amrouni Sais H., Fethallah R. et Fahas M., (2021).** Les exploitations oléicoles en Algérie ; quelle performance économique?. *Recherche Agronomique*, 19 (1), 65-76.
- **Andjough Moussa 2019.** Etude des caractéristiques physico-chimiques d'une huile modifiée. Université A. MIRA - Béjaïa Faculté des Sciences Exactes.
- **Arab K., Bouchenak O. et Yahiaoui K.(2013).** Evaluation de l'activité biologique des feuilles de l'olivier sauvage et cultivé. *Afrique science*, 9 (3) : 159-166.
- **Argenson C ; Régis S ; Jourdain J.M et Vaysse P., 1999.** L'olivier. Ed : centre technique interprofessionnel des fruits et légumes. 204p.
- **Ayton BJ., Mailer RJ., Graham K. 2012.** The Effect of Storage Conditions on Extra Virgin Olive Oil Quality. Rural Industries Research and Development Corporation, RIRDC Publication No. 12/024, RIRDC Project No. PRJ-002297, Innovation for rural Australia, 105 p.
- **Barone E., Di Marco L., Motisi A., Caruso T. (1994).** The Sicilian olive germplasm and its characterization by using statistical methods. *ActaHorticulturae*, 356:66-69.
- **Beauchamp, G. K., Keast R. S., Morel, D., Lin, J., Pika J., Han, Q., Breslin P. A. 2005.** Ibuprofen-like activity in extra-virgin olive oil. *Nature*, 437(7055): 45-46.

Références bibliographiques

- **Bedbabis, S., Rouina, B. B., & Boukhris, M. (2010).** The effect of waste water irrigation on the extra virgin olive oil quality from the Tunisian cultivar Chemlali. *Scientia horticultrae*, 125(4), 556-561.
- **Belaj A ; Trujillo I ; De La Rosa R Et Rallo L., 2001.** Polymorphism and discrimination capacity of randomly amplified polymorphic markers in an olive germplasm bank. *J. Amer. Soc. Hortic. Sci.* 126, 64-71.
- **Bensalem Gh. (2015).** L'huile de lentisque (*Pistacia Lentiscus* L.) dans l'Est Algérien: caractéristique physico chimique et composition en acides gras. Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme Magister en Sciences Alimentaires, option de Technologies Alimentaires, Université Constantine 1, p. 78-139.
- **Ben Tekaya, I. et Hassouna, M. (2007).** Effets des chlorophylles, du bêta carotène, de l'alpha tocophérol, du tyrosol et de leurs interactions sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive tunisienne. *OCL. Oléagineux, corps gras, lipides*, 14(1), 60-67.
- **Ben Tekaya, I., Et Hassouna, M. (2005).** Étude de la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge extra tunisienne au cours de son stockage. *Oléagineux, Corps Gras, Lipides*, 12(5-6), 447- 454.
- **Benaziza A., Semad D. 2016.** Oléiculture : Caractérisation De Six Variétés D'olives Introduites Dans Le Sud – Est Algérien. *European Scientific Journal* Novembre 2016 édition vol.12, No.33 ISSN : 1857 – 7881 (Print) e - ISSN 1857- 7431
- **Benlemlih M. et Ghanam J. (2012).** Les polyphénols d'huile d'olive, trésors santé. Ed. Macro pietteur, Embourg, Belgique, 128p.
- **Benlemlih, M. et Ghanam, J., (2016).** Polyphénols d'huile d'olive, trésors santé!. 2éme édition. Medicatrix. 208p
- **Benrachou N., Henchiri C. et Djeghaba Z. 2010.** Caractérisation de trois huiles d'olive issues de trois cultivars de l'Est algérien *Revue Synthèse* N° 22, p12-22.
- **Benrachou, N., Henchiri, C., et Djeghaba, Z. (2010).** Caractérisation de trois huiles d'olive issues de trois cultivars de l'Est algérien. *Synthèse : Revue des Sciences et de la Technologie*, 22,12-22
- **Benyahia, N. et Zein K. (2003).** Analyse des problèmes de l'industrie de l'huile d'olive et solutions récemment développées. Lausanne, Suisse. 7p

Références bibliographiques

- **Besnard G., Breton C., Baradat P., Khadari B., Bervillé A. (2001).** Cultivars identification in the olive (*Olea europaea* L.) based on RAPDS. *Journal of American society for Horticultural Science*. 126: 668-675.
- **BLÀZQUEZ J. (1997).** Origine et diffusion de la culture. *Encyclopédie mondiale de l'olivier*, ed. COI. Madrid, Espagne. pp 19-58.
- **Boskou D. (2006).** *Olive Oil: Chemistry and Technology, Second Edition* (AOCS Publishing).
- **Bouchenak Et Al.(2018).** Étude Comparative Des Huiles D'olives De Cinq Régions D'algerie (Bouira, Bejaia, Biskra, Dellys Et Jijel)8(2). *Revue Agrobiologia* ;1038-1046p.
- **Bouchireb Narimene et Bouraoui Selma 2017.** Qualité de l'huile d'olive produite par l'huilerie moderne Koutama Université Mohammed Seddik Ben yahia – Jijel
- **Boulfane. S, Maata .N, Anouar .A et Hilali .S (2015).** Caractérisation physicochimique des huiles d'olive produites dans les huileries traditionnelles de la région de la Chaouia-Maroc *Journal of Applied Biosciences* 87:8022– 8029p. 8023 p
- **Boulkroune h. (2018).** l'oléiculture en petite kabylie : améliorer la qualité du produit participe au développement durable de la filière Université Ferhat Abbas Sétif 1
- **CAMPS G. (1974).** Les civilisations préhistoriques d'Afrique du Nord et du sahara. *Revue de l'Occident musulman et de la Méditerranée*. 20 : 51-90.
- carratterizzazione dell'olio estratto da olive della cv Nocellara messinese. *Riv. Ital.*
- **Çavusoglu A., Oktar A. (1994).** Les effets des facteurs agronomiques et des conditions de stockage avant la mouture sur la qualité de l'huile d'olive. *Olivae*, 52 :18-24.
- **Ceci, L. N., Carelli, A. A. (2007).** Characterization of monovarietal Argentinian olive oils from new productive zones. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 84(12), 1125-1136.
- **CHAUX C.(1952)** ; Méthodes de recherches adoptés en matière de biologie florale de l'olivier. *Fruit et Primeurs de l'Afrique du Nord* N°25 pp : 202-207.
- **Chimi H.(2001).** Qualité des huiles d'olive au Maroc. *Transfert de Technologie en Agriculture. Bulletin Mensuel d'Information et de Liaison du Programme National de Transfert de Technologie en Agriculture.*

Références bibliographiques

- **Chimi, H. (2006).** Technologie d'extraction de l'huile d'olive et gestion de sa qualité. Bulletin mensuel d'information et de liaison de PNTTA, transfert de technologie en Agriculture. N° 141.
- **Christakis G., Fordyce M.K. et Kurtz C.S. 1983.** Aspects biologiques et médicaux de l'huile d'olive. Ed COI, 7 p.
- **Cicerale S., Conlana XA., Sinclair AJ., Keast RS. 2009.** Chemistry and health of olive oil phenolics. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 49(3): 218–236.
- **Cimato .(1990).** La qualité de l'huile d'olive vierge et les facteurs agronomiques. *Olivae*, 31, 20-23.
- **Conseil Oléicole International (COI), (2006).** Guide de gestion de la qualité de l'industrie de l'huile d'olive : les moulins. T.33/doc.no 2-4. 20p.
- **Conseil Oléicole International.(2015).** Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive.
- **D.Villaño,M.S.Fernández-Pachón,M.L.Moyá,A.M.TroncosoM.C.García-Parrilla, 2007 .**“Radical scavenging ability of polyphenolic compounds towards DPPH free radical. *Talanta*,” p. 71,.
- **Del Carlo M., Sacchetti G., DI Mattia C., Compagnone D., Mastrocola D., Liberatore L. et Cichelli A., (2004).** Contribution of the phenolic fraction to the antioxidant activity and oxidative stability of olive oil. *Journal Agricultural and Food Chemistry*, 52, 4072- 4079.
- **Di Giovacchino L. (1991).** L'extraction de l'huile des olives par les systèmes de la pression, de la centrifugation et de la percolation : incidence des techniques d'extraction sur les Rendements en huile. *Olivae*, 21 (10) : 15-37.
- **DUDUR-JARRIGE M. (2001).** Les origines de la culture de l'olivier en Méditerranée : Le point sur les découvertes paléobotaniques et leurs interprétations. In : *L'olivier dans l'espace et dans le temps. Acte des 1 ères Rencontres Internationales de l'olivier*, 19-20 octobre. Institut du monde de l'olivier, Nyons, France. pp 10-22. édition vol.12, No.33 ISSN : 1857 – 7881 (Print) e - ISSN 1857- 7431.
- **El Antari, A., Hilali, A., Boulouha, B., El Moudni, A. 2000.** Etude de l'influence de la variété, de l'environnement et des techniques culturales sur les caractéristiques des fruits et la composition de l'huile d'olive vierge extra au Maroc. *Olivae*, (80): 29-36.

Références bibliographiques

- **Ellstrand NC. (2003).** Dangerous liaisons, When cultivated plants mate with their wild relatives. In: Schneider SS, ed. *Synthesis in ecology and evolution*. Baltimore; London: The Johns Hopkins University Press.
- **FAO. 2019.** Food and Agricultural Organization. <http://www.fao.org/faostat/fr/#data>
- **FAO. 2020.** Food and Agricultural Organization. <http://www.fao.org/faostat/fr/#data>
- **Giuseppe Fontanazza et al.,1997.** Chapitre 03 : Aspects Génétiques et techniques de la propagation pour une plantation intensive in *Encyclopédie Mondiale de l'olivier*. Ed. Conseil Oléicole international. Espagne 479 p.
- **Habati M.** Contribution à la valorisation des différents types des échantillons de miel et de propolis collectées dans la région de Laghouat (2018).
- **Haddouchi, F., Chaouche, T. M. et Halla, N. (2016).** Screening phytochimique, activités antioxydantes et pouvoir hémolytique de quatre plantes sahariennes d'Algérie. *hytothérapie*.1-9p.
- **Haroun Y 2009.** Les miracles du Coran, ED : IQRA, Paris, P410
- **HAUVILLE A.(1953)** ; L'olivier Sigoise. *Fruits et Primeurs de l'Afrique du Nord*, N° 247, pp : 226-230.
- **Herrera B. J., Velasco A. R., Ortiz A. S., Tovar M. L., & Muñoz M. Ú. (2012).** Influencia de lproceso de maduración de lfruto en la calidad sensorial de aceites de oliva virgen de las variedades Picual, Hojiblanca y Picudo. *Grasas y aceites*. 63, 403-410.
- **Inarejos-García A. M., Fregapane G. & Salvador M. D. (2011).** Effect of crushing on Olive paste and virgin olive oil minor components. *European Food Research and Technology*. 232, 441-451.
- Introduites Dans Le Sud – Est Algérien. *European Scientific Journal* Novembre 2016
- **Journal officiel 2011** de la république algérienne n° 64 méthodes de détermination de l'indice de saponification des corps gras d'origine animale et végétale. p25-27.
- **Journal officiel 2011** de la république algérienne n° 64 méthodes de détermination de l'indice de peroxyde des corps gras d'origine animale et végétale p28-30.
- **Journal officiel 2012** de la république algérienne n° 65 méthodes de détermination de la teneur en eau et en matières volatiles des corps gras d'origine animale et végétale p13-14.

Références bibliographiques

- **Journal officiel 2012** de la république algérienne n° 65 ; méthodes de détermination d'indice de réfraction des corps gras d'origine animale et végétale p17-18.
- **Journal officiel 2012** de la république algérienne n° 68 méthodes de détermination de l'indice d'acide et d'acidité des corps gras d'origine animale et végétale p26-30.
- **Journal officiel 2013** de la république algérienne n° 09 méthodes de détermination d'indice d'iode des corps gras d'origine animale et végétale p15-17.
- **Lamani, O. et Ilbert, H. (2016).** La segmentation du marché oléicole. Quelles politiques de régulation du marché d'huile d'olive en algérie ?. *New mediterranean journal*, 15 (3), 9-28.
- **Lizzerini, C. et Domenici, V. (2017).** Pigments in Extra-Virgin Olive Oils Produced in Tuscany (Italy) in Different Years. *Foods*, 6(4), 25.
- **Llor X., Pons E., Roca A., Alvarez M., Mane J., Fernandez-Baneres F., Gassull M. A. 2003.** The effects of fish oil, olive oil, oleic acid and linoleic acid on colorectal neoplastic processes. *Clinical Nutrition*, 22(1): 71-79.
- **Loussert, R., Brousse, G. (1978).** L'olivier technique agricole et production méditerranéenne. Ed. Maisonneuve et la rose, Paris. Pp 462.
- **Lizzerini, C. et Domenici, V. (2017).** Pigments in Extra-Virgin Olive Oils Produced in Tuscany (Italy) in Different Years. *Foods*, 6(4), 25.
- **M.S.Mokbel, F.Hashinaga, 2005** "Antibacterial and antioxidant activities of banana (Musa, AAA cv. Cavendish) fruits peel". *Am J Biochem Biotechnol* .vol. 3, pp. 125–131,
- **Mendil M. et Sebai A., 2006.** L'olivier en Algérie. ITAF, Alger, Algérie, 99 p.
- **Missat L. 2012.** Perspectives de développement de l'olivier dans les monts des Ksour. Mémoire d'Ingénieur d'Etat. Université de Tlemcen. 33 p.
- **Molyneux P. (2004).** The Use Of Free Radical Diphenyl Picrylhydrazyl (Dpph) For Estimating Antioxidant Activity Songklanakarin. *Journal Of Science Technology*, 26 (2): 211-219.
- **Montedoro G., Servili N., Baldioli M., Miniati E. (1992).** *J. Agriculture Food Chemistry*; 40: 1571.
- **Mosquera Minguez M.I., Rejano L., Guandul B., Sanchez A.H., Garido J. (1991).** Color pigment, correlation in virgin olive oil. *J .Am. Oil. Chem. Soc* 68. P : 332_336.

Références bibliographiques

- **N.Boizot,J.P. Charpentier, 2006.** “Méthode rapide d’évaluation du contenu en composés phénoliques des organes d’un arbre forestier. Méthodes et outils pour l’observation et l’évaluation des milieux forestiers, prairiaux et aquatiques ;,” pp. 79–82,.
- **Nadour M. (2015).**Extraction,caractérisation des polysaccharides et des polyphénols issus des sous-produits oléicoles. Valorisation des polysaccharides avisée alimentaire. thèse de doctorat. Université Mouloud ammeri de Tizi-Ouzo.p 3-23
- **Nasini, L. et Proietti, P. (2014).** Olive harvesting. In : Peri, C. (Ed.). The Extra-Virgin Olive Oil Handbook, 87–105.
- **Onagri 2020** Le marché de l’huile d’olive au niveau national et mondial et mécanismes de régulation ; Observatoire National de l’Agriculture p 1 :p1-6.
- **Onfaa** « Observatoire National des Filières Agricoles et Agroalimentaires », Segment huile d’olive, Bilan de la campagne oléicole 2015/2016, juin 2016.
- **Ouadina m et baziz a 2017** Etude des caractéristiques physico-chimiques et biochimiques de trois échantillons d’huiles d’olives université des frères mentouri constantine 1.
- **Ouaouich A., Chimi H.(2007).** Guide du producteur de l’huile d’olive. Projet de développement du petit entrepreneuriat agro-industriel dans les zones périurbaines et rurales des régions prioritaires avec un accent sur les femmes au Maroc, Vienne. p 8
- **Ouazzani N ; Lumaret R et Villemur P., 1995.** Apport du polymorphisme alloenzymatique à l’identification variétale de l’Olivier (*Olea europaea* L.). Agronomie 15:31–37.
photooxydation de l’huile d’olive vierge. *Olivae* 26, p 30-32.
- **Poiana M., Giuffre A.M., Giuffre G., Modafferi V., Neri A., Mincione B., Taccone P.L.(1997).** Ricerche sugli oli di oliva monovarietali. Nota IV. Contributo alla caratterizzazione dell’olio estratto da olive della cv Nocellara messinese. Riv. Ital. Sostanze Grasse .74, 59-71p.
- **R.Apak, K.Güçlü, M.Özurek 2004.**“Novel total antioxidant capacity index for dietary polyphenols and vitamins C and E, using their cupric ion reducing capability in the presence of neocuproine: CUPRAC method. J. Agric. Food Chem.,” pp. 52, 7970–7981,.
- **Rahmani M. (1989).** Mise au point sur le rôle des pigments chlorophylliens dans la photooxydation de l’huile d’olive vierge. *Olivae* 26, p 30-32.

Références bibliographiques

- **Ranalli, A., Ferrante, M. L., De Mattia, G., & Costantini, N. (1999).** Analytical evaluation of virgin olive oil of first and second extraction. *Journal of agricultural and food chemistry*, 47(2), 417-424.
- **Santos O.V., Corrêa N.C.F., Soares F.A.S.M., Gioielli LA., Costa C.E.F. et Lannes S.C.S., (2012).** Chemical evaluation and thermal behavior of Brazil nut oil obtained by different extraction processes. *Food Research International*, 47, 253-258.
- **Tanouti K., Elamrani A , Serghini-Caid H., khalid A., Bahetta Y, Benali A., Harkous M. et Khiar M 2010.** Caractérisation d'huiles d'olive produites dans des coopératives pilotes (Ikrarima et Kenine) au niveau du Maroc oriental ; Volume 5, N°18 ; p18-26.
- **Tombesi, A., Cartechini, A.** [The effect of crown shading on the differentiation of flowering buds in olive.] – *Riv. Ortoflora frutticoltura ital.* 70: 277-285, 1986. [In Ital.]
- **Uzzan A. 1992.** Huile d'olive. In: *Manuel des corps gras. Tome I.EI. Tec et Doc Lavoisier.* Pp. 763-768.
- **Uzzan A. (1994).** Huile d'olive. In : *manuel des corps gras. Lavoisier, Ed. Technique et documents*, pp. 763-766.
- **Veillet, S. (2010).** Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : entre tradition et innovation. Thèse de Doctorat, Université d'Avignon et des pays de Vaucluse. 161p.
- **Weil J.P. 2005.** *Biochimie générale.* Edition: Masson. p.273.
- **Zohary d., Spiegel R. (1975).** Beginnings of fruit growing in the old world. *Science*. 187: 319-327.

Annexes

Annexes

Tableau 05:

Analyse de la variance : Acidité

Source	DDL	Somme des carrés	Moyenne des carrés	F	Pr> F
Modèle	2	1.001	0.501	6.766	0.011
Erreur	12	0.888	0.074		
Total corrigé	14	1.889			

Modalité	Moyenne	Groupes
ech3	0.980	A
ech1	0.780	A
ech2	0.360	B

Tableau 06:

Analyse de la variance : peroxyde

Source	DDL	Somme des carrés	Moyenne des carrés	F	Pr> F
Modèle	2	49.516	24.758	28.295	< 0,0001
Erreur	12	10.500	0.875		
Total corrigé	14	60.016			

Modalité	Moyenne	Groupes
ech3	11.600	A
ech2	8.940	B
ech1	7.180	C

Annexes

Tableau 07:

Analyse de la variance : saponification

Source	DDL	Somme des carrés	Moyenne des carrés	F	Pr> F
Modèle	2	1.803	0.901	168.803	< 0,0001
Erreur	12	0.064	0.005		
Total corrigé	14	1.867			

Modalité	Moyenne	Groupes
ech3	1.940	A
ech2	1.640	B
ech1	1.102	C

Tableau 08:

Analyse de la variance : Polyphénol

Source	DDL	Somme des carrés	Moyenne des carrés	F	Pr> F
Modèle	2	450727.913	225363.957	635.686	< 0,0001
Erreur	12	4254.254	354.521		
Total corrigé	14	454982.167			

Modalité	Moyenne	Groupes
ech2	579.229	A
ech1	412.925	B
ech3	157.735	C

Annexes

Tableau 09:

Analyse de la variance : la densité

Source	DDL	Somme des carrés	Moyenne des carrés	F	Pr> F
Modèle	2	678.449	339.225	213.483	< 0,0001
Erreur	12	19.068	1.589		
Total corrigé	14	697.517			

Modalité	Moyenne	Groupes
ech1	109.520	A
ech2	103.680	B
ech3	93.260	C

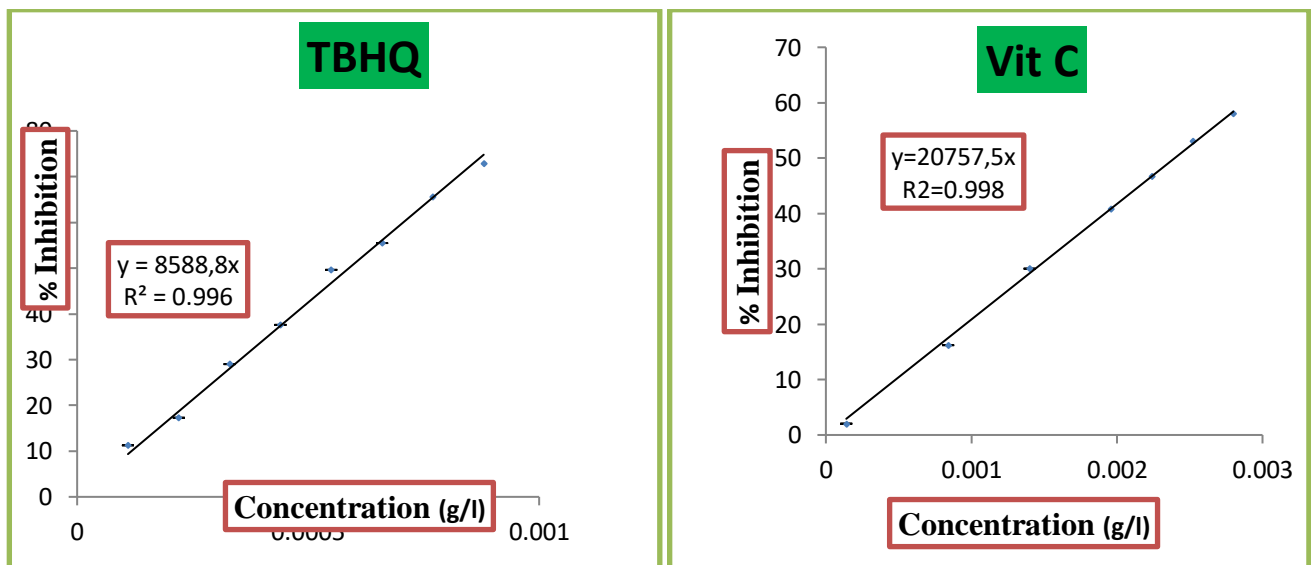


Figure 17: Les représentations graphiques ($PAR\% = f(C)$) du test de DPPH des extraits étudiés et de la vitamine C et du TBHQ.

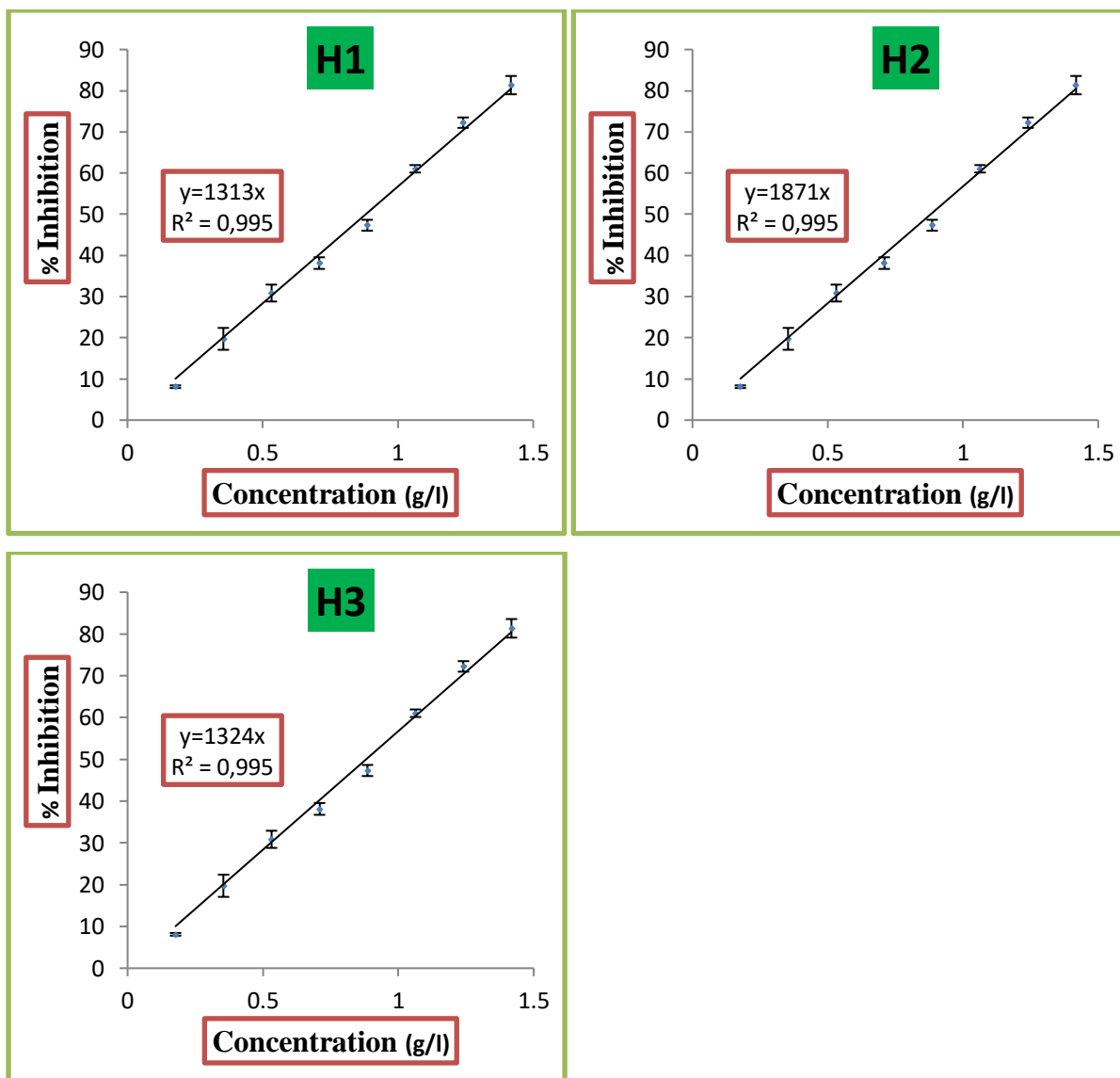


Figure 18: Les représentations graphiques ($PR\% = f(C)$) du test de CUPRAC des extraits étudiés et de H1 H2 H3.

Annexes

Tableau 10 : correspondance entre degré de brix et l'indice réfractomètre à 20°C.

%	n_D^{20}	%	n_D^{20}	%	n_D^{20}	%	n_D^{20}	%	n_D^{20}
0	1.33299	20	1.36384	40	1.39986	60	1.44193	80	1.49071
1	1.33442	21	1.36551	41	1.40181	61	1.44420	81	1.49333
2	1.33586	22	1.36720	42	1.40378	62	1.44650	82	1.49597
3	1.33732	23	1.36889	43	1.40576	63	1.44881	83	1.49862
4	1.33879	24	1.37060	44	1.40776	64	1.45113	84	1.50129
5	1.34026	25	1.37233	45	1.40978	65	1.45348	85	1.50398
6	1.34175	26	1.37406	46	1.41181	66	1.45584	86	1.5067
7	1.34325	27	1.37582	47	1.41385	67	1.45822	87	1.5094
8	1.34477	28	1.37758	48	1.41592	68	1.46061	88	1.5122
9	1.34629	29	1.37936	49	1.41799	69	1.46303	89	1.5149
10	1.34782	30	1.38115	50	1.42009	70	1.46546	90	1.5177
11	1.34937	31	1.38296	51	1.42220	71	1.46790	91	1.5205
12	1.35093	32	1.38478	52	1.42432	72	1.47037	92	1.5234
13	1.35250	33	1.38661	53	1.42647	73	1.47285	93	1.5262
14	1.35408	34	1.38846	54	1.42863	74	1.47535	94	1.5291
15	1.35568	35	1.39032	55	1.43080	75	1.47787	95	1.5320
16	1.35729	36	1.39220	56	1.43299	76	1.48040		
17	1.35891	37	1.39409	57	1.43520	77	1.48295		
18	1.36054	38	1.39600	58	1.43743	78	1.48552		
19	1.36218	39	1.39792	59	1.43967	79	1.48811		

Annexes



Figure 19: matériel utilisé pour l'analyse physicochimique d'huile d'olive.

Annexes

Les résultats des paramètres physicochimiques de huile d'olive son représentée dans le tableau :

Tableau 11: caractéristiques physicochimiques d'huile d'olive.

Les caractères	H1	H2	H3	Bejaia	Bouira	Biskra	Normes (CODEX1981)
IA	0.78±0,04	0.36±0.08	1.1±0.13	0.11	0.19	1.20	≤3.3
IPmèq d'O2/Kg	7.15	8.65	11.65	10	4.5	4.50	≤20
IR (degré de brix %)	1.470	1.470	1.472	1.471	1.471	1.472	A1.4705
Densité relative	0.789	0.773	0.760	0.972	0.878	0.878	A0.961
Indice d'iode	88.83	72.84	85.27	81.2	80.96	8.96	A94
IS	126.22	87.65	66.61	193.54	186.53	186.53	A196
Normes(CODEX2015)	IA≤0.8 EXTRA VIERGE	IA≤0.8 EXTRA VIERGE	IA≤0.8 EXTRA VIERGE	IA≤0.8 EXTRA VIERG E	IA≤0.8 EXTRA VIERGE	IA≤2 vierge	

IA : indice d'acide ; IP : indice de peroxyde ; IR : indice de réfraction ; IS : indice de saponification.

Tableau 12: Liste des matériels utilisés dans ce travail

Produit chimiques et réactifs	
Produits	Marque
Acide chlorhydrique (HCl)(37%), Hydroxyde de sodium (NaOH), Phosphate de sodium dibasique dodécahydraté (Na ₂ HPO ₄ .12H ₂ O), 2,2-diphényl1-picrylhydrazyl (DPPH, Acétate d'ammonium (C ₂ H ₇ NO ₂),), Chlorure de sodium (NaCl), Réactif Folin-Ciocalteu ,Acide gallique (C ₇ H ₆ O ₅), Acétone(C ₃ H ₆ O), l'acide sulfurique (H ₂ SO ₄), acetate d'éthyle (C ₄ H ₈ O ₂), Iode(I), Iodure de potassium(KI), Thiosulfate de sodium,	SIGMA-ALDRICH

Annexes

solution titrée 0.1 N, Tétrachlorure de carbone.	
Méthanol absolu(CH ₄ O), Ethanol absolu (C ₂ H ₅ OH).	Riedel-de Haen
Chloroforme (CHCl ₃),	Fluka
Carbonate de sodium (Na ₂ CO ₃).	Pearce
Cyclohexane(C ₆ H ₁₂), Hexane (C ₆ H ₁₄), Sulfate de sodium anhydre (Na ₂ SO ₄), hydroxyde de potassium à 5% (KOH), hydroxyde de sodium (NaOH),	Biochem
, Réactif de wijs. Empois d'amidon	Prolabo
Verrerie	
Béchers, Fioles jaugées classe A et B (5, 10, 25, 100, 250, 500, 1000 ml), Tube à essai en verre, Eprouvette graduée de classe A (5ml), Porte tube, Spatule, Verre de montre.	
Appareillage et d'autres équipements	
Balance analytique (KERN, ABS 220-4), Spectrophotomètre UV/Visible (Shimadzu 1800), Spectrophotomètre UV/Visible (Shimadzu 1601), pH-mètre (WTW:inoLab® pH 7110), Micropipette 20-200µl (ISOLAB), Micropipette 100-1000µl (SOCOREX), Micropipette 10-100µl (Accumax), Cuvette en quartz, Cuvette UV/visible à usage unique en plastique. Etuve (Mettler), Bain marie (Mettler). Nacelles en verre, de capacité appropriée la prise d'essai. Flacons col large, munis de bouchons rodés de capacité environ chauffage électrique. Dessiccateur.	