



Université Mohamed Khider de Biskra
Faculté des sciences exactes et sciences de la nature et de
la vie
Département des sciences de la nature et de la vie

MÉMOIRE DE MASTER

Domaine : Sciences de la nature et de la vie
Filière : Sciences biologiques
Spécialité : Biochimie appliquée

Réf. :

Présenté et soutenu par :
Assassi Ferial , Amiri Nour elhouda

Le : dimanche 18 juin 2023

Etude de l'influence de la température sur quelques caractéristiques physico- chimiques de l'huile d'olive de la variété « Bouchouk la Fayette» de la région d'ElOutaya

Jury :

Mme. Nabila FETITI	MAA	Université de Biskra	Présidente
Mme. Chahrazed HALIMI	MAA	Université de Biskra	Rapporteur
M. Ahmed ATHAMNA	MCB	Université de Biskra	Examineur

Année universitaire : 2022-2023

Remerciements

Au nom d'ALLAH, le tout Miséricordieux et le très Miséricordieux

Nos remerciements vont tout d'abord à ALLAH tout puissant pour nous avoir donné la volonté, la patience et le courage de réaliser ce modeste travail. Dieu merci pour pouvoir achever ce modeste travail .

Nos sincères remerciements s'adressent à notre promoteur M^{me} HALIMI Chahrazed pour sa disponibilité, son encadrement ainsi que ses conseils et ses orientations , pour leurs conseils durant notre travail.

Nous remercions également les membres du jury, pour avoir donné de leur temps et de leur énergie afin de suivre les étapes de notre travail.

Nous remercions aussi l'équipe du laboratoire pédagogique de Biochimie de notre faculté chacun a son nom.

Nous exprimons nos sincères remerciement à tous les professeurs intervenants et toutes les personnes qui par leur paroles, leur conseils et leur critique ont guidé notre réflexion.

Enfin, nous remercions tous ceux et celles qui ont contribué de près ou de loin par leurs conseils et leurs compétences afin que notre travail puisse voir le jour.

Dédicaces

« Et ma réussite ne dépend que d'ALLAH. En lui je place ma confiance, et vers lui que je reviens repentant ». (Hood ,88)

Tout d'abord, je tiens à remercier le bon Dieu le tout puissant de m'avoir donné la force et le courage de mener à bien ce modeste travail.

Je remercie tous ceux et celles qui ont contribué de près ou de loin par leur conseils et leurs compétence afin que mon travail puisse voir le jour.

Et Tous ces remerciements ne seraient pas complets sans avoir remercié ma belle famille, dont le soutien permanent y est pour beaucoup dans l'achèvement de ce travail. Un très grand merci à mes chers parents pour tout ce qu'ils m'apportent et notamment pour m'avoir toujours encouragée.

J'exprime mes vifs remerciements à mes sœurs et mes frères pour leur soutien et leur amour.

Mes remerciements s'adressent également à tous mes amies dont mon binôme Nourelhouda. Chacune a contribué à sa manière à la réalisation de ce travail.

Feriel Assassi

Dédicace

Premièrement, nous remercions Allah, avec l'aide Du quel ce travail a été accompli

Je dédie mon travail à qui Allah a égalé leur satisfaction avec Son consentement, à mes honorables parents, que Allah prolonge leur vie et les protège.

A celui dont j'ai prononcé le nom par-dessus tout, à celui qui m'a porté ici dans la faiblesse, à celui qui a porté les fardeaux de mon éducation, à celui qui est la raison pour laquelle j'ai atteint ce que je suis, à celui dont les pieds sont le paradis, à ma chère mère Akila

A celui qui m a appris que la vie est sérieuse et assidue, à celui qui m'a soutenu, à celui qui m a accompagné dès le premier pas dans la vie, à ce que je suis maintenant, au tendre papa, à mon cher papa Seghir .

A tous les membres de ma famille, au remplacement de ma mère mon frère Ghania et à me sœur Ahlam Hamouma, rêves fébriles, à mon soutien, après papa Halim Mimo, à Abd Erraouf Dodo Achraf Pacha Younes Nousa, à Asma Souna, à mes neveux, de Sondos Abd Elhadi Bissane Inas Salsabile et Rimas, que Dieu vous protège et vous protège.

À ceux dont j'ai appris le sens de l'amitié et de la loyauté À mes chers amis Feriel Abir Samia Samah Marwa Aisha Souaad A tous mes chers collègues de la promotion 2023.

AMIRI Nour Elhouda

Table des matières

Liste des tableaux	I
Liste des figures	II
Liste des abréviations	III
Introduction générale.....	1

Première partie Synthèse bibliographique

Chapitre 1 Généralité sur l'olivier et l'huile d'olive

1.1 Aperçus historique et définition de l'huile d'olive	2
1.2 Classement des huiles d'olive.....	2
1.2.1 Les huiles d'olive vierges	2
1.2.2 L'huile d'olive raffinée	3
1.2.3 L'huile d'olive composée d'huile d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges.....	3
1.3 Les variétés d'olivier dans le monde	3
1.4 Les variétés d'olivier en Algérie	5
1.5 L'utilité d'huile d'olive	7

Chapitre 2 la composition chimique d'huile d'olive

2.1 Les composition chimique d'huile d'olive	8
2.1.1. Composition de la fraction saponifiable	8
2.1.2. Composition de la fraction insaponifiable	8
2.2 Les facteurs affectants la composition chimique de l'huile d'olive	10

Deuxième partie Partie expérimentale

Chapitre 3 Matériel et Méthodes

3.1 Matériel.....	11
3.1.1 Matériel végétal	11
3.1.2 Matériel de laboratoire	13
3.2 Méthodes	13
3.2.1 Traitement thermique d'échantillons	13
3.2.2 Méthodes d'analyses physicochimiques	13

Chapitre 4 Résultats et discussion

4.1. L'acidité libre et L'Indice d'acide (Ia)	21
4.1.1 Les normes	21
4.2.2. Les résultats	21
4.1.3. Interprétation des résultats	23
4.2. Indice de peroxyde (Ip)	23
4.2.1 Les normes	23
4.2.2 Les résultats	24
4.2.3 Interprétation des résultats	24
4.3 Indice de Saponification (Is)	25
4.3.1 Les normes	25
4.3.2 les résultats	25
4.3.3 Interprétation des résultats	26
4.4 Le dosage des teneurs en pigments dans l'huile d'olive.....	27
4.4.1 Les normes	27
4.4.2 Les résultats	27
4.4.3 Interprétation des résultats	28
4.5 Dosage des phénols totaux	28
4.5.1 Les normes	28
4.5.2 Les résultats	28
4.5.3 Interprétation des résultats	29
Conclusion.....	31
Réfèrence bibliographique	
Annexes	
Résumés	

Liste des tableaux

Tableau 1. Principales variétés d'olivier cultivée dans le monde (COI ,2013)	4
Tableau 2. Variétés d'olivier principales cultivées en Algérie (Mendil,2009)	6
Tableau 3. Matériel de laboratoire	13
Tableau 4. Gamme d'étalon de l'acide gallique.	19
Tableau 6. Normes d'acidité selon COI ,(2015).	21
Tableau 7. Normes d'indice de peroxyde selon COI (2015)	23
Tableau 8. Normes d'indice de saponification selon FAO/OMS,codex stan-1999,amendée en 2013.	25
Tableau 9. Normes des teneurs en pigments mises en oeuvre par le COI (2009) .	27

Liste des figures

Figure 1 . Carte oléicole d'Algérie (ITAFV, 2008).	12
Figure 2 .L'échantillon d'huile d'olive étudié	11
Figure 3 . Carte géographique de El-Outaya	12
Figure 4 .Variation d'acidités libre de l'huile d'olive étudié .	22
Figure 5 .Variation d'indice d'acide de l'huile d'olive étudié	22
Figure 6 .Variation d'indice de peroxyde de l'huile d'olive étudié.	24
Figure 7 .Variation de l'indice de saponification de l'huile d'olive étudié	26
Figure 8 .Variation des teneurs en pigments de l'huile d'olive étudié	27
Figure 9 . Variation des concentration des phénols totaux de l'huile d'olive étudié	29
Figure 10 . Préparation de la fraction polaire	
Figure 11 . Montage d'évaporation d'extraits méthanolique	
Figure 12 .courbe d'étalonnage d'acide gallique	

Liste des abréviations

A%	: Acidité libre
AG	: acide gras
AGMI	: acide gras mono insaturé
AGPI	: acide gras poly insaturé
°C	: Degré Celsius
COI	: Conseil Oléicole International
EAG	: équivalent d'acide gallique
FAO	: Food and Agriculture Organisation
FCR	: réactif folin– ciocalteu
HCl	: Acide Chlorhydrique
I_A	: Indice d'acide
I_P	: Indice de peroxyde
I_S	: Indice de Saponification
ISO	: Organisation Internationale de Normalisation
ITDAS	: institut technique et de développement d'agriculture saharienne
K₂₃₂	: coefficient d'extinction spécifique 232
K₂₇₂	: coefficient d'extinction spécifique 272
KOH	: Hydroxyde de potassium
Méq	: mili équivalent
N	: Normalité
OMS	: organisation mondiale de la santé
TAG	: triacylglycérole
α	: alpha
γ	: gamma
δ	: delta

Introduction générale

L'huile d'olive est l'huile provenant uniquement du fruit de l'olivier (*Olea europaea* L.) (CXFO, 2006) ; elle est très appréciée surtout pour son goût caractéristique et sa valeur socioculturelle, mais aussi, grâce à ses vertus thérapeutiques, diététiques et nutritionnelles (Ouedrhiri et *al.*, 2017). Son intérêt du point de vue nutritionnel c'est pour sa composition en acides gras et pour ses composés minoritaires tels que les polyphénols (veillet, 2010)

La qualité de l'huile d'olive selon le conseil oléicole international(C.O.I.) est un ensemble de caractéristiques physico-chimiques et organoleptiques permettant le classement des huiles en différentes catégories; tous ces paramètres nécessite une étude et maitrise approfondie afin d'aboutir à une huile de bonne qualité. (COI, 1996). Car ces dernières sont affectées par plusieurs facteurs tel que le degré de maturation des fruits, la lumière et la température, cette dernière Parmi les facteurs influençant l'oxydation des graisses, elle a été rapportée comme un agent intéressant, peut entrainer la dégradation thermique des aliments constituants l'huile d'olive.

Mais dans quelle mesure la température affecte la qualité d'huile d'olive ? et quels sont les paramètres qui l'influence ?

Dans ce cadre, l'objectif de cette modeste contribution est de déterminer les caractéristiques d'huile d'olive et on a choisi la variété « Bouchouk la Fayette » obtenue d'ITDAS de la région de L'Outaya comme échantillon .Afin de pouvoir mettre en évidence l'impact de température 250° C sur les caractères de cette variété et donc sa qualité.

La détermination de la qualité des huiles d'olive consiste à déterminer leur acidité libre l'indice d'acide, indice de peroxyde, indice de saponification, teneurs en chlorophylle et caroténoïdes ainsi que leur contenu en composés phénoliques

Notre manuscrit est composé de trois parties, nous apportons à la première une analyse bibliographique au sein de laquelle nous apportons des généralités sur l'huile d'olive et la seconde partie présente le matériel végétale et la méthodologie de travail. La troisième partie abordera les différents résultats et leur discussion. Enfin, nous achevons notre écrit par une conclusion générale qui résume l'ensemble des résultats obtenus.

Première partie
Synthèse
bibliographique

Chapitre 1

Généralité sur l'olivier et l'huile d'olive

1.1 Aperçus historique et définition de l'huile d'olive

L'huile d'olive est extraite principalement de la pulpe du fruit de l'olivier (*Olea europea*, *Oleaceae*). Cet arbre, caractéristique du pourtour méditerranéen, est connu depuis plus de 3000 ans en Europe mais doit son expansion à l'empire romain.

Selon le conseil oléicole international, elle accompagne typiquement les civilisations grecques, phéniciennes et romaines dans leurs expansions, que ce soit dans la culture de l'olivier, l'extraction de l'huile, sa conservation et son utilisation.

Dans la religion islamique, le coran cite l'olivier et l'huile d'olive à la sourate « les croyants, verset 20 » et sourate « la lumière, verset 35 » et sourate « la figue, verset 1 ».

Donc le terme "huile d'olive" désigne exclusivement l'huile extraite de fruit de l'olivier. L'huile d'olive est la seule qui ne soit pas obtenue par raffinage mais seulement par des procédés mécaniques (Benhayoume et Lazzeri, 2006).

1.2 Classement des huiles d'olive

Selon COI (2019), il existe des catégories se basant particulièrement sur l'acidité d'huiles d'olive vierges. Ces dernières sont obtenues uniquement par des moyens mécaniques ou physiques. En outre, ces huiles d'olives sont obtenues sans avoir subi d'autres traitements que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration.

on distingue trois catégories :

1.2.1 Les huiles d'olive vierges

1.2.1.1 Les huiles d'olive vierges propres à la consommation en l'état

1.2.1.1.1 L'huile d'olive vierge extra

C'est l'huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,80 gramme pour 100 grammes et dont les autres caractéristiques physico-chimiques et organoleptiques correspondent à celles fixées pour cette catégorie.

1.2.1.1.2 L'huile d'olive vierge

C'est l'huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 2,0 grammes pour 100 grammes et dont les autres caractéristiques physico-chimiques et organoleptiques correspondent à celles fixées pour cette catégorie.

1.2.1.1.3 L'huile d'olive vierge courante

C'est l'huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 3,3 grammes pour 100 grammes et dont les autres caractéristiques physico-chimiques et organoleptiques correspondent à celles fixées pour cette catégorie.

1.2.1.2 Les huiles d'olive vierges qui doivent faire l'objet d'un traitement avant leur consommation

L'huile d'olive vierge lampante est destinée aux industries du raffinage ou à des usages techniques. Son acidité libre exprimée en acide oléique est supérieure à 3,3 grammes pour 100 grammes et/ou dont les caractéristiques physico-chimiques et organoleptiques correspondent à celles fixées pour cette catégorie.

1.2.2 L'huile d'olive raffinée

C'est l'huile d'olive obtenue des huiles d'olive vierges par des techniques de raffinage qui n'entraînent pas de modifications de la structure glycéridique initiale. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,30 gramme pour 100 grammes et ses autres caractéristiques physico-chimiques et organoleptiques correspondent à celles fixées pour cette catégorie.

1.2.3 L'huile d'olive composée d'huile d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges

C'est l'huile constituée par le coupage d'huile d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges propres à la consommation en l'état. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 1,00 gramme pour 100 grammes et ses autres caractéristiques physico-chimiques et organoleptiques correspondent à celles fixées pour cette catégorie.

1.3 Les variétés d'olivier dans le monde

En 1997, le COI a lancé un projet intitulé « Conservation, caractérisation, collecte et utilisation des ressources génétiques de l'olivier ». L'Algérie parmi 14 partenaires participe à ce projet suivant la coordination du COI et d'après Haouane (2012) des catalogues de variétés ont été établis dans différents pays : en Algérie (Mendil et Sebai, 2006), France (Moutier *et al*, 2004), Tunisie (Trigui et Msallem, 2002), Sicile (Cantint *et al*, 1999) Toscane en Italie(Barone *et al*, 1994).

Selon COI (2013) près de 95 % d'oliviers cultivés (parmi plus de 900 Millions d'oliviers cultivés à travers le monde) sont cultivées au bassin méditerranéen ; La production mondiale est estimée en 2012 à 3.408.500 tonne d'huile d'olive et 2.526.000 tonne d'olives de table et les dix premiers pays producteurs sont situés dans la zone méditerranéenne et fournissent 95% de la production mondiale (75% de la production mondiale est produite par l'Europe : Espagne, Italie, Grèce et Portugal) .

En vue de la consommation, les variétés d'olivier se divisent en trois catégories : variété à huile, variété de table , variété à double aptitude (Villa, 2003).

Tableau 1: Principales variétés d'olivier cultivée dans le monde (COI ,2013)

Pays	Principales variétés
Albanie	Kaliniot.
Algérie	Chemlal ; Sigoise ; Azeradj ; Limli ; Blanquette de Guelma.
Argentine	Arauco.
Chili	Azapa.
Croatie	Lastovka ; Levantinka ; Oblica.
Chypre	Ladoelia.
Egypte	Aggezi Shami ; Hamed ; Toffahi.
Espagne	Alfafara ; Aloreña ; Arbequina ; Bical ; Blanqueta ; Callosina ; Carasqueno de la Sierra ; Castellana ; Changlot Real ; Cornicabra ; Empiltre ; Farga ; Gordal de Granada ; Gordal Sevillana ; Hojiblanca ; Lechin de Granada ; Lechin de Sevilla ; Loaime ; Lucio ; Manzanilla cacereña ; Manzanilla Prieta ; Manzanilla de Sevilla ; Mollar de Ceiza ; Morisca ; Morona ; Morrut ; Palomar ; Picual ; Picudo ; Rapasayo ; Royal de Gazorla ; Sevillena ; Verdial de Badajoz ; Verdial de Huevar ; Verdial de Velez-Malaga ; Verdiell ; Villalonga.
France	Aglandau ; Bouteillan ; Grossane ; Lucques ; Picholine Languedoc ; Salonenque ; Tanche.
U.S.A	Mission
Grèce	Adramitini ; Amigadalolia ; Chalkidiki ; Kalamone ; Conservolia ; Koroneiki ; Mastoidis ; Megaritiki ; Valanlia.
Italie	Ascolana Tenera ; Biancolilla ; Bosana ; Canino ; Carolea ; Casaliva ; Cassanese ; Cellina di Nardo ; Coratina ; Cucco ; Dolce Agogia ; Dritta ; Frantoio ; Giarraffa ; Grignan ; Itrana ; Leccino ; Majatica di Ferrandina ; Maraiolo ; Nocellara del Belice ; Nocellara Etnea ; Oliarola Barese ; Oliva di Cerignola ; Ottobratica ; Pendolino ; Oisciottana ; Pizz'e Carroga ; Rosciola ; Sant Agostino ; Santa Caterina ; Taggiasca.
Jordanie	Rasi'i
Liban	Soury.
Maroc	Haouzia ; Menara ; Meslala ; Picholine Marocaine.
Palestine	Nabali Baladi
Portugal	Carrasquenha ; Cobrançosa ; Cordovil de Castelo Branco ; Cordovil de Serpa ; Galega Vulgar ; Maçanilha Algariva ; Redondal.
Slovénie	Bianchera.
Syrie	Abou-Satl ; Doebli ; Kaissy ; Sorani ; Zaity.
Tunisie	Chemlali de Sfax ; Chétoui ; Gerbouï ; Meski ; Oueslati.
Turquie	Ayvalik ; çekiste ; çebebi ; Domat ; Erkence ; Gemlik ; Izmir Sofralik ; Memecik ; Uslu.

1.4 Les variétés d'olivier en Algérie

En Algérie, de nombreux travaux ont été réalisés pour l'identification et la classification des variétés d'olivier, parmi lesquels le travail de Mendil et Sebai (2006) qui a permis d'établir au niveau national un catalogue des variétés algériennes d'olivier où 36 variétés ont été caractérisées. Ils ont pu donner un aperçu sur le patrimoine génétique autochtone sous la direction de l'Institut Technique de l'Arboriculture Fruitière et de la Vigne. La figure 1 présente la distribution d'olivier en Algérie.

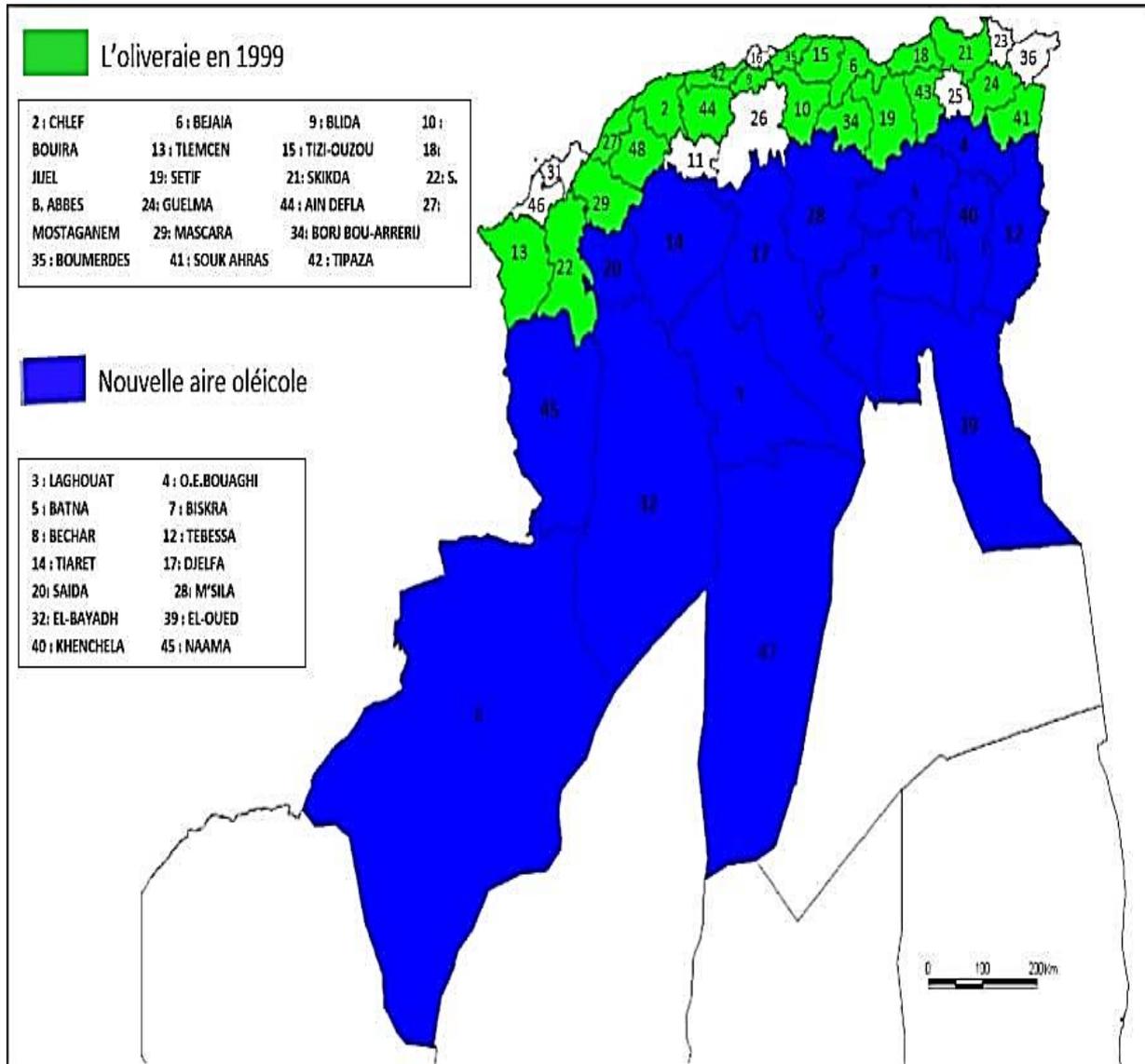


Figure 1. Carte oléicole d'Algérie (ITAFV, 2008).

Le tableau 2 montre que l'oléiculture algérienne est caractérisée par une large gamme de variétés et selon les travaux réalisés par Hauville (1953) cité par Boukhari (2014), il existe environ 150 variétés d'olivier plus au moins abondantes. En plus des variétés locales qui caractérisent chaque région, on a les variétés introduites qui viennent de différentes régions du monde.

Tableau 2: Variétés d'olivier principales cultivées en Algérie (Mendil,2009)

Variétés cultivées	Localisation	Proportion (du verger oléicole Algérien)	Maturité	Rendement en huile	Utilisation
Chemlal	Kabylie	40%	Tardive	18 à 20%	Huile
Azeradj	Kabylie (Sedouk)	10%	Précoce	24 à 28%	Double aptitude
Sigoise	Ouest du pays (Mascara)	25%	Précoce	18 à 22%	Double aptitude
Limli	Sidi-Aich (Béjaia)	8%	Précoce	20 à 24%	Huile
Aberkane	Akbou (Bejaia)	Restreinte	Précoce	16 à 20%	Double aptitude
Bouchouk la Fayette de Guergour	Sétif	Restreinte	Précoce	22 à 26%	Double aptitude
Blanquette de Guelma	Guelma (Nord-Est Constantinois)	Restreinte	Tardive	18 à 22%	Huile

1.5 L'utilité d'huile d'olive

L'huile d'olive est considéré comme un produit important dans les applications nutritionnelles et thérapeutiques, telles que le traitement des maladies cardiovasculaires. Il est également utilisé en cosmétique, en raison de la diversité de ses composants chimiques et leurs effets biologiques (Veillet , 2010).

Chapitre 2

La composition chimique d'huile d'olive

2.1 Les composition chimique de l'huile d'olive

Les types d'huiles d'olive diffèrent par les proportions de leurs composants chimiques, en raison des conditions climatiques de leur croissance et du degré de maturité des fruits (Granier, 2006). Les matériaux chimiques sont classés en deux catégories, saponifiables et non saponifiables (Plard, 2014)

Les substances saponifiables (triglycérides, acide gras, de 96 à 98 %)

Les substances insaponifiables (de 2 à 4% de l'huile) (Benrachou, 2013)

2.1.1. Composition de la fraction saponifiable

2.1.1.1. Acides gras (AG)

Les acides gras sont des molécules organiques constituées d'une chaîne carbonée terminée par un groupement carboxyle Les atomes de carbone des chaînes carbonées des acides gras sont liés entre eux par des liaisons simples ou doubles .La présence de doubles liaisons rend la chaîne insaturée, ce qui signifie qu'il existe deux types de chaînes carbonées saturées, c'est-à-dire exemptes de doubles liaisons, et chaînes insaturées contenant une seule double liaison (AGMI) ou plusieurs doubles liaisons (AGPI). (Lomenech, 2010)L'acide gras dans l'huile d'olive sous deux formes : d'ester de glycérol des acides lié au glycérol, ils se trouvent sous la forme de triesters entre des acides gras et du glycérol encore appelés triacylglycérols (TAG) (Cuvelier et Maillard, 2012).ou sous forme libre l'acide linoléique (oméga 6) et alpha-linolénique (oméga 3). Ces derniers sont dits « essentiels » car ils ne peuvent pas être synthétisés par l'homme et doivent donc être apportés par l'alimentation et nécessaire pour plusieurs activités biologiques (Veillet, 2010)

2.1.1.2 Triglycérides TG

Ce sont des esters d'acides gras et du glycérol. Les triglycérides constituent le principal à 98% composant de l'huile d'olive (Olivier *et al*, 2004).Les huiles d'olive sont constituées d'une vingtaine de triglycérides dont majoritaires acide oléique; acide linoléique; acide palmitique; acide stéarique.

2.1.2 Composition de la fraction insaponifiable

Ces composants dits «mineurs» sont structurellement très hétérogènes, leurs nature non glycéridique, présentes en faibles quantités; elles sont responsables du couleur du goût et du parfum unique de ce produit, ainsi que de sa stabilité (Gallina-Toschi *et al*, 2005 ; Velasco et Dobarganes, 2002). Ils sont également bénéfiques pour la santé humaine en prévenant des processus délétères (Bendini *et al*, 2007). On peut classifier les composants mineurs de l'huile d'olive en stérols, tocophérols, pigments, composés phénoliques, hydrocarbures terpéniques.

2.1.2.1 Stérols

La détermination de la composition et la teneur en stérols servent comme indicateur de qualité de la variété (Angerosa *et al.*, 2001 ; Ghedira, 2008). L'analyse de la fraction stérolique dans l'huile d'olive illustre la présence de 12 composés, le β -sitostérol est le composé le plus abondant à 70 à 90 % de stérols (Lazzeri, 2009)

2.1.2.2 Tocophérols

En tant qu'agent antioxydant vitaminique (vitamine E) (Burton *et al.*, 1986). L'huile d'olive contient des tocophérols α , γ , δ (Beltrán *et al.*, 2005). L'alpha-tocophérol représente à lui seul 90% de tous les tocophérols, tandis que le delta-tocophérol n'est présent qu'à l'état de traces (Veillet, 2010)

2.1.2.3 Pigments colorants

La couleur verte ou jaune de l'huile d'olive sont liée à la présence de pigments caroténoïdes et les chlorophylles qu'on retrouve naturellement dans les fruits d'olives (Ghalmi, 2012).

a) Pigments caroténoïdes

Les pigments caroténoïdes présent dans l'huiles d'olives est β -carotène présenté un provitamine A. Son taux varie de 0.3 à 0.37mg/kg d'huile.

Au cours de l'absorption intestinal la provitamine A se transforme en vitamine A à moyenne de 1mg de carotène =0.5 mg de vitamine A. le β - carotène, la lutéine et le lycopène sont les trois principaux caroténoïdes très importantes pour le corps humain (Mcdowell, 2000).

b) Pigments chlorophylliens

La chlorophylle a la capacité de remplir deux rôles opposés qui sont importants pour la stabilité oxydative de l'huile d'olive. Leur activité antioxydante dans l'obscurité et leur activité oxydante à la lumière, cette dernière affectant négativement la qualité de l'huile d'olive, sont considérées comme indésirables à des niveaux élevés dans l'huile (Tan *et al.*, 1994).

2.1.2.4 Composés phénoliques

Les composés phénoliques présents dans les olives contribuent à la couleur, au goût et à la texture des olives, en plus de leurs propriétés (Mannlah, 2012), dont les plus importantes sont les composés phénoliques simples tels que : le tyrosol et l'hydroxytyrosol. Acides phénoliques qui sont des dérivés des acides hydroxybenzoïque et hydroxycinnamique et autres produits de dégradation des glycosides : acide caféique, acide coumarique ou encore acide vanillique (Benracho, 2013)

2.2 Les facteurs affectants la composition chimique de l'huile d'olive

la norme commerciale du Conseil Oléicole International a défini les différentes catégories de classement d'une huile a partir de sa qualité reliée à ses caractéristiques physico-chimiques et sensorielles (COI, 2001).et d'après Kiralam et *al.* (2012) ; Ellis et Gámbaro, (2018) la qualité d'huile d'olive dépend au cultivar d'olive et ses localisations géographiques .

de plus, la qualité physico-chimique, mais aussi les caractéristiques sensorielles et organoleptiques de L'huile d'olive affectée par des facteurs peuvent être regroupés en quatre groupes :

- ✚ environnementaux (sol, climat).
- ✚ agronomiques (irrigation, fertilisation).
- ✚ cultureux (récolte, maturité) .
- ✚ technologiques (stockage post-récolte, système d'extraction et conditions de stockage de l'huile). (Arslan et *al.*, 2013 ; Noorali et *al.*, 2014).

Deuxième partie
Partie expérimentale

Chapitre 3

Matériel et Méthodes

3.1 Matériel

3.1.1 Matériel végétal

3.1.1.1 L'échantillonnage

L'huile d'olive étudiée issue de la variété locale Bouchouk la Fayette collectée au mois de Novembre 2023 au niveau de l'institut technique du développement de l'agronomie saharienne annexe El-Outaya (ITDAS) la région de « l'Outaya » la wilaya de Biskra .

L'huile est extraite manuellement à partir des olives ne présentant aucune trace d'infestation à un indice de maturité de 3,8 et conservé à l'abri de l'air et de la lumière .



Figure 2. L'échantillon d'huile d'olive étudié

3.1.1.2 Présentation de zone d'étude

La région de « l'Outaya » la wilaya de « Biskra » se situe au nord de wilaya , entouré d'un groupe de municipalités, Al Qantara, Jamurat Al Hajeb...

Les coordonnées géographiques de l'Outaya sont : Latitude : 35.0333, longitude : 5.6 35° 1' 60" N, 5° 36' 0" Est . Superficie d'El Outaya, 40 908 hectares 409,08 km².

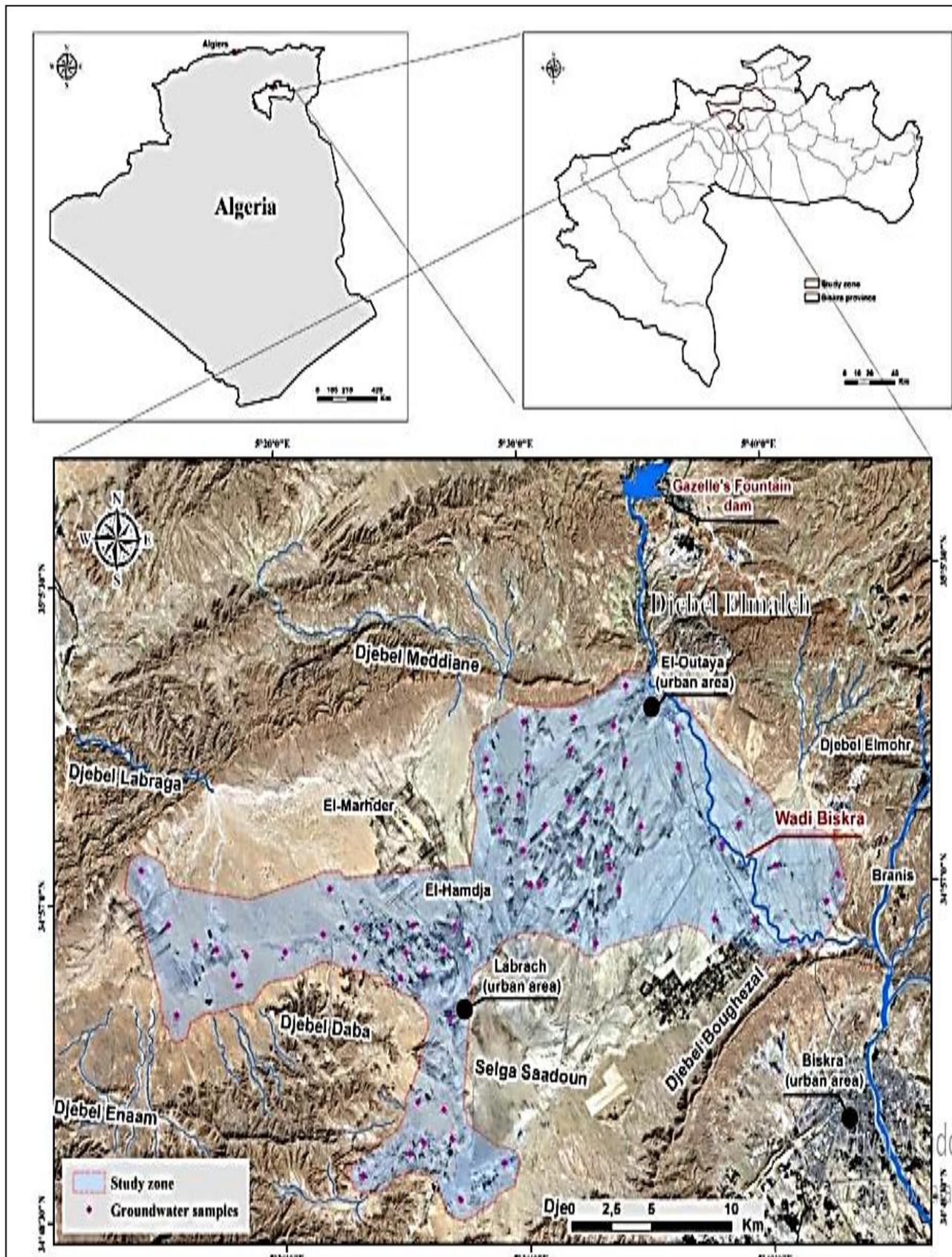


Figure 3. Carte géographique de El-Outaya (Boudibi, 2019)

3.1.2 Matériel de laboratoire

La liste des verreries, solvants, les réactifs, l'appareillage et d'autres équipements sont mentionnés dans le tableau 3 :

Tableau 3.Matériel de laboratoire

Produits chimiques et solvants	Appareillage	Verreries
Ethanol , méthanol	Etuve	Béchers (25 , 50 et 100ml)
Cyclohexane , Acide acétique	Spectrophotomètre	Erlenmeyer (25 ml)
Chloroforme , Hexane	Agitateur magnétique	Fioles , Eprouvette
Acide chlorhydrique 0.5N	Vortex	Réfrigérant , Ballons
Bicarbonate de sodium	Balance analytique	Tubes à essais,
Thiosulfate de sodium (0.01N)	Réfrigérateur	eppendorfs
Iodure de potassium	Bain marie bouillant	Mortier, Entonnoir
Empois d' Amidon	Rota vapeur	Pipettes graduées
Phénolphtaléine	Centrifugeuse	Micropipettes
Follin ciocalteu	Chauffe ballon.	Burette (50ml),
KOH , Acide Gallique		Flacons
		Portoir

3.2 Méthodes

3.2.1 Traitement thermique d' échantillons

La moitié de l'échantillon est chauffés sur une plaque chauffante d'acier. Le traitement thermique consiste à maintenir l'échantillon sous chauffage dans un erlenmeyer en verre pendant 15min. La températures à étudier est : 250 °C .

Après refroidissement à température ambiante, l'échantillon traité et l'autre (non traité) sont conservés à l'abri de la lumière, pour la suite d'étude.

3.2.2 Méthodes d'analyses physicochimiques

3.2.2.1 L'Indice d'acide (Ia) et l'acidité libre

a-Définition

la neutralisation des acides libres contenus dans un gramme de corps gras nécessite un nombre de mg d'hydroxyde de potassium (KOH) ,c'est l'indice d'acide (Lion, 1995).

L'acidité est le pourcentage d'acides gras libres (l'acide oléique résultant par l'hydrolyse du triglycéride) présentes dans l'huile.

b-Principe

Le principe est de neutraliser les acides libres par une solution alcoolique d'hydroxyde de sodium titrée.

c- Protocole expérimental

- ✚ On mélange 0.1 g d'huile d'olive avec 5 ml d'éthanol dans un erlenmeyer.
- ✚ On ajoute des gouttes de phénophtaléine, comme indicateur coloré.
- ✚ On agite et tire avec la solution d'hydroxyde de potassium (0,1N) jusqu'à l'obtention d'une couleur rose .
- ✚ On fait 3 essais avec 3 essais à blanc .
- ✚ On calcule l'indice d'acide selon la formule suivante :

Dont:

$$I_A = 56,1. N (V_1 - V_0) / m \quad (\text{mg de KOH} / \text{g})$$

IA : Indice d'acide (mg de KOH /g).

56,1 : Masse molaire en g/mol de KOH.

N : Normalité de la solution titrée d'hydroxyde de potassium (KOH) utilisée.

V₁ : Volume en millilitre de la solution de KOH utilisée pour l'échantillon.

V₀ : Volume en millilitre de la solution de KOH utilisée pour l'essai à blanc.

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

L'acidité libre a ensuite été exprimée en pourcentage d'acide oléique libre selon la formule :

$$A \% = (282 \times V \times N \times 100) / (P \times 100)$$

Dont :

282 : est le poids moléculaire de l'acide oléique.

V: est le volume, en milliliters (ml), de la solution titrée d'hydroxyde de potassium utilisé.

N : est la normalité de la solution de potasse (0,1 N).

P : est la masse, en grammes (g), de la prise d'essai

3.2.2.2 Indice de peroxyde (IP)

a-Définition

C'est l'estimation de la quantité de peroxyde contenu dans une matière grasse. Les peroxydes constituants caractéristiques de l'oxydation des acides gras insaturés sont déterminés en se basant sur leur propriété de libérer l'iode de l'iodure de potassium dans les milieux acides. L'iode libéré est mesuré par la réaction avec le thiosulfate (Lion, 1955).

b-Principe

Cet indice nous indique sur le degré d'oxydation des huiles, dont le principe est de titrer par une solution de thiosulfate de sodium l'iode libéré dans la solution contient de prise d'essai avec un mélange d'acide acétique et de chloroforme traitée par la suite par une solution d'iodure de potassium en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré.

c- Protocole expérimental

- ✚ dans un erlenmeyer , On Ajoute 0.5 ml du chloroforme, 0.75 ml d'acide acétique à 0.1g d'huile d'olive pesé précédemment .
- ✚ on ajoute 0.05 ml de la solution d'iodure de potassium.
- ✚ On bouche l'erlenmeyer l'agite et le laisse 5 min à l'abri de la lumière.
- ✚ On ajoute 3.75 ml d'eau distillée.
- ✚ On ajoute 1 à 2 gouttes d'empois d'amidon.
- ✚ On titre avec la solution de thiosulfate de sodium en agitant vigoureusement
- ✚ On fait 3 essais avec 3 essais à blanc .
- ✚ L'indice de peroxyde est donné par la formule suivante :

$$I_p \text{ (meq d'O}_2 \text{ / Kg)} = N (V - V_0) \times 1000 / m$$

Dont :

I_p : indice de peroxyde en milliéquivalent par kilogramme

N : normalité de Na₂ S₂ O₃ (0,01).

V₀ : Volume (ml) de Na₂ S₂ O₃ (0,01N) nécessaire pour titrer l'essai à blanc.

V : Volume (ml) de Na₂ S₂ O₃ (0,0 1N) nécessaire pour titrer l'échantillon.

m : masse en gramme de la prise d'essai

3.2.2.3 Indice de Saponification (I_s)

a-Définition :

C'est la quantité en mg de KOH nécessaire pour saponifier les acides gras libres

b-Principe :

Ebullition à reflux échantillon avec une solution éthanolique de KOH, puis titrage de l'excès de KOH par HCl.

c- Protocole expérimental :

- ✚ 5 ml de potasse alcoolique de concentration 0,5 N ont été ajoutés à 2g d'huile d'olive dans un ballon conique.
- ✚ Le ballon est maintenu dans un chauffe ballon pendant 45 à 60 minutes et le réfrigérant à reflux est relié au ballon puis placé sur le dispositif de chauffage.
- ✚ Après refroidissement par l'eau de robinet, 2 à 3 gouttes de phénolphthaléine à 2% ont y été ajoutées.
- ✚ L'ensemble a été titré par l'acide chlorhydrique à 0.5 N en agitant constamment jusqu'à disparition complète de la couleur rose.
- ✚ 3 essais et deux essais à blanc sont préparés en suivant le même mode opératoire.
- ✚ L'indice de saponification est donné par la formule:

$$I_s = ((V_t - V_e) * C * M) / m$$

dont :

V_t : Volume en ml de HCL utilisé pour l'essai à blanc.

V_e : Volume en ml de HCL utilisé pour l'échantillon à analyser.

C : concentration de la solution d'acide chlorhydrique (0.5N).

M : masse molaire du KOH en g/mol (56.1g/mol).

m : prise d'essai en g.

3.2.2.4 Le dosage des teneurs en pigments dans l'huile d'olive

a-Définition

Les chlorophylles contenant dans l'huile d'olive possèdent une activité antioxydant dans l'obscurité et pro-oxydante dans la lumière. donc elles sont considérées comme étant non désirables à des teneurs élevées dans l'huile (TAN *et al*, 1994).

La méthode de dosage des caroténoïdes est basée sur l'existence d'une bande d'absorption pour ce composé donné par le spectrophotomètre visible (Van den berg *et al*, 2000).

b-Principe

Le principe consiste en la mesure de l'absorbance à 670 nm pour les chlorophylles et 470 nm pour les caroténoïdes, d'un échantillon d'huile en solution dans le cyclohexane (Douzane *et al*, 2023).

c- Protocole expérimental

selon La méthode décrite par Miguez-Mosquera et Gandul-Rojas (1990) modifiée :

- ✚ Une prise de 1.2 grammes d'huile à analyser est introduite dans une fiole .
- ✚ 4 ml du solvant cyclohexane est ajouté .
- ✚ La lecture se fait dans spectrophotomètre UV
- ✚ L'absorbance de la solution de la matière grasse obtenue est mesurée par rapport à celle du solvant cyclohexane à 470/670 nm.
- ✚ Les teneurs en pigments dans l'huile d'olive sont déterminée par les formule suivant :

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

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

Dont :

A : absorbance à la longueur d'onde indiquée .

D : épaisseur de la cuve en cm.

3.2.2.5 Dosage des composés phénoliques

a-Définition

C'est la détermination par spectrophotométrie Le dosage des composés phénoliques , selon la méthode colorimétrique utilisant le réactif de décrite par Singleton et Rossi (1965)

b-Principe

Le principe de cette méthode est basé sur l'oxydation des composés phénoliques par le réactif folin– ciocalteu qui entraîne la formation d'un nouveau complexe d'oxyde métallique

de tungstène et de molybdène de couleur bleue , la quantité de polyphénols présente dans les extraits végétaux est proportionnelle à la coloration bleue produite dont l'absorption maximale est comprise entre 750 et 765 nm.

c- Protocole expérimental

1/préparation de la fraction polaire

d'après Pirisi et *al* .(2000) , pour préparer la fraction polaire de l'huile d'olive il est nécessaire de :

- ✚ Mélanger 2 g de l'huile d'olive avec 1 ml de n-hexane et 2 ml de méthanol/eau (3/2, v/v) Dans un tube à centrifugeuse.
- ✚ Le mélange doit être homogénéiser dans un appareil vortex pendant 2 minutes puis centrifuger à 3000 tours pendant 5 min dans un centrifugeuse .
- ✚ Le surnageant contenant les polyphénols est alors récupéré et On répète L'extraction 2 fois pour épuiser toute l'huile.
- ✚ On combine Les trois extraits puis les lavés 2 fois avec 2ml de n-hexane qui est par la suite éliminé.
- ✚ L'extrait méthanolique a été ensuite évaporé à 40 °C en utilisant un rotavapeur jusqu'à l'obtention d'un résidu sec, qui sera dissout dans le méthanol a 50%.

2/Dosage des composés phénoliques

Selon la méthode colorimétrique de Folin-Ciocalteu établie par Singleton et Rossi ,(1965) :

- ✚ Une quantité de 200 µl d'extrait a été ajoutée à 1000 µl de FCR (dillue 10 fois).
- ✚ Après 4 min , 800 µl de bicarbonate de sodium (7,5%) sera ajouté .
- ✚ Ensuite le mélange a été mis à l'obscurité pendant 2h.
- ✚ Les absorbances seront lues à 760 nm avec un spectrophotomètre UV-Visible contre un blanc préparé par la même manière précédente en remplaçant l'extrait par 200 µl d'eau distillée.
- ✚ la concentrations en composés phénoliques sont calculées à l'aide d'une courbe d'étalonnage réalisée avec de l'acide gallique comme standard.

3/Préparation de la gamme d'étalon de l'acide gallique

✚ Des dilutions d'étalon de l'acide gallique ont été préparées à partir d'une solution mère d'une concentration de 0,1mg/ml. Cette dernière a été obtenue par le mélange d'une prise de 0,5 mg de l'acide gallique et 5 ml de méthanol.

- ✚ Dans une microplaque à 96 puits ;un volume de 100 µl du réactif FC dilué 10 est ajouté à 20µl de chaque dilution et suivi par l'addition d'un volume de 75µl du Na₂CO₃ à 7,5%.
- ✚ La microplaque est incubée pendant 2h .
- ✚ la lecture est réalisée à la longueur d'onde 760 nm.
- ✚ La préparation de la solution étalon est réalisée dans 10 tubes éppendorfs différents en combinant les solutions secondaires comme suit :

Tableau 4. Gamme d'étalon de l'acide gallique.

Tubes	Concentration d'acide gallique (µg/ml)	Solution mère (µl)	Méthanol (µl)
1	10	50	450
2	20	100	400
3	30	150	350
4	40	200	300
5	50	250	250
6	60	300	200
7	70	350	150
8	80	400	100
9	90	450	50
10	100	500	/

4/ Méthode de calcul

La concentration des composés phénoliques est calculée à partir de l'équation de régression de courbe étalonnage d'acide gallique ($y = a x + b$) . les résultats sont exprimés en milligramme d'équivalent d'acide gallique par gramme d'huile d'olive (mg EAG/g).

- ✚ l'équation de la courbe d'étalonnage :

$$(y = 0.007 X + 0.091 ; R^2 = 0.9935)$$

- ✚ La teneur est calculée selon Hamadou *et al.* (2018) :

$$C = (C_1 \times V) / m$$

dont :

C : la teneur des composés phénoliques exprimée en mg équivalent d'acide gallique /g de matière sèche

C₁ : la concentration d'acide gallique établie à partir de la courbe d'étalonnage en mg/l

V : le volume d'extrait en L

m : le poids de l'extrait de la pâte de l'huile d'olive

Chapitre 4

Résultats et discussion

Comme notre but est de mise en évidence l'effet de température sur la qualité d'huile d'olive , nous avons effectué une analyse physicochimique a l'huile d'olive de variété « Bouchouk la Fayette » avant et après son traitement thermique à 250°C , en déterminant l'indice d'acide et l'acidité libre , l'indice de peroxyde et de saponification, les teneurs en pigments chlorophylliens et caroténoïdes et finalement les teneurs des polyphénols totaux .

Ce chapitre a pour objectif de se présenter les résultats correspondants. La discussion de ces résultats pour établir l'influence de température sur les caractéristiques physicochimique de l'huile étudié .

4.1. L'acidité libre et L'Indice d'acide (Ia)

4.1.1 Les normes

Tableau 5. Normes d'acidité selon COI ,(2015).

Type d'huile	Norme de l'acidité en %	Norme de IA
Huile d'olive vierge extra	$\leq 0,8$	$\leq 6,6$
Huile d'olive vierge	$\leq 2,0$	
Huile d'olive vierge courante	$\leq 3,3$	
Huile d'olive vierge lampante	Non limité	

4.2.2. Les résultats

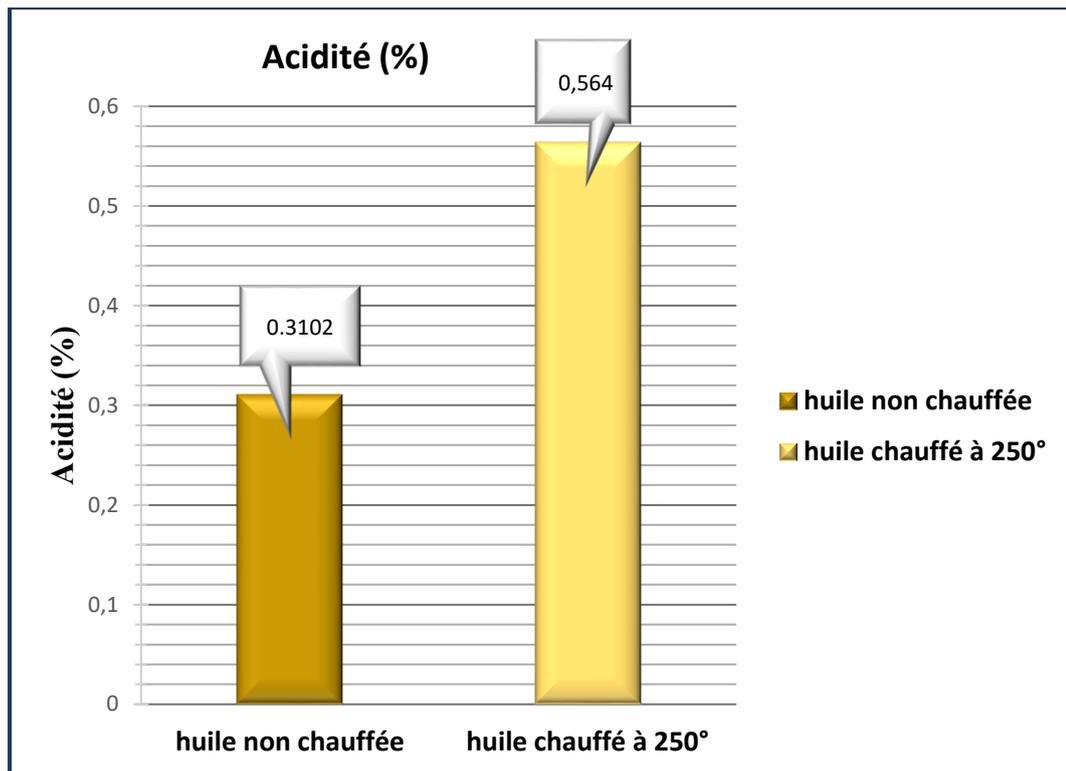


Figure 4. Variation d'acidités libre de l'huile d'olive étudié .

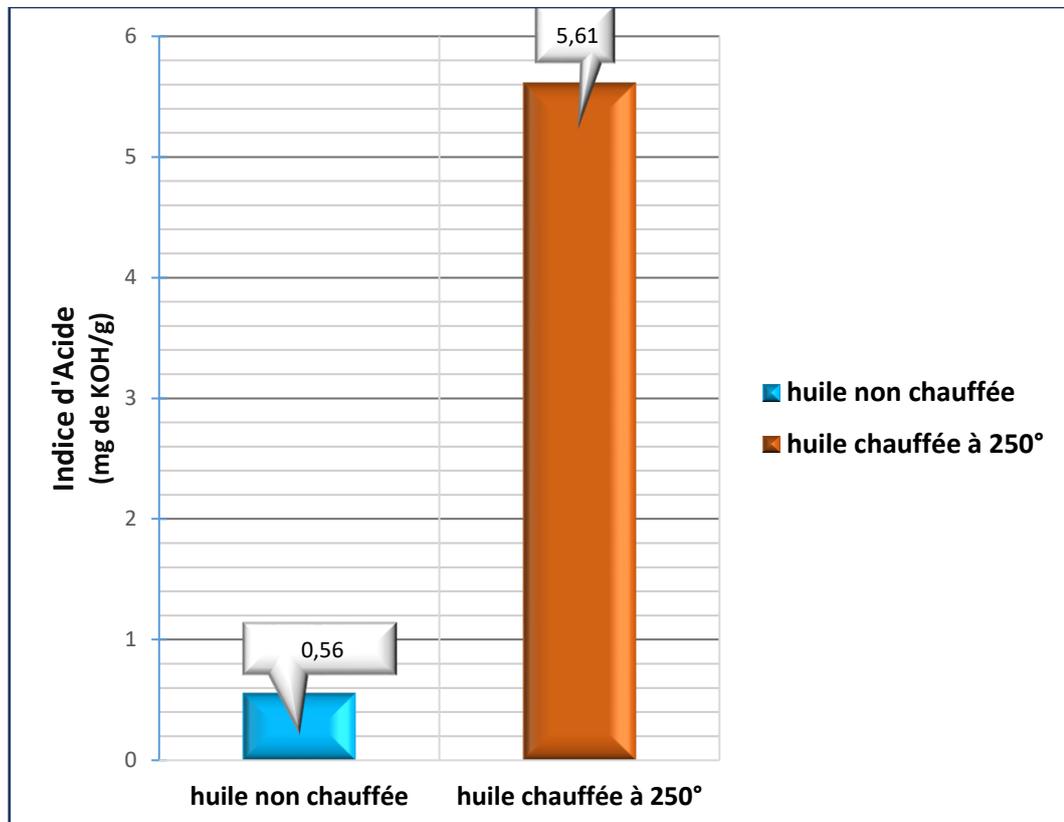


Figure 5. Variation d'indice d'acide de l'huile d'olive étudié

4.1.3. Interprétation des résultats

L'acidité libre, exprimée en acide oléique, est une mesure importante pour évaluer la pertinence des huiles végétales pour la consommation humaine, corrélée avec la perception globale de l'acidité (Santos *et al.*, 2013).

Avant le chauffage, l'huile d'olive étudiée est présentée un niveau d'acidité inférieur à 0,8% (COI, 2015) avec un indice d'acidité inférieure à 6.6 mg de KOH/g comme présenté dans les figures 4 et 5. Après traitement thermique à 250° C pendant 15 min, la valeur d'acidité et d'indice d'acidité augmentent avec des valeurs finales 0.564 % et 5.61 mg de KOH /g respectivement et malgré cette variation elles restent conformes aux normes de (COI, 2015) indiquées dans le tableau 6.

Alors que Douzane *et al.* (2022) qui ont travaillé sur des variétés différentes d'huiles d'olive, ils ont trouvé des résultats presque similaires ou supérieurs aux valeurs signalées dans notre étude, mais les travaux réalisés par Bouaoudia (2009) sur des variétés Bouchouk Sidi Aïch et Aaleh qui présentent une acidité supérieure à 0,8% ne concordent pas avec nos résultats. Comme notre huile de la variété Bouchouk la Fayette présente une acidité faible, contribuerait non seulement à une meilleure qualité mais aussi à une meilleure résistance à l'hydrolyse spontanée au cours du stockage. Selon COI (2015) la variété étudiée sera classée parmi les huiles d'olives vierge-extra, et pour l'augmentation notée après le traitement thermique à l'acidité et l'indice d'acidité revient principalement de l'hydrolyse des triglycérides en acides gras à cause de choc thermique (Casal *et al.*, 2010). Cette température « 205° C » n'est pas vraiment affectante à l'acidité tant qu'elle reste dans les normes (COI, 2015) peut être à cause de la courte durée d'échauffement qui est de l'ordre de 15 min seulement mais elle est prise en compte.

4.2. Indice de peroxyde (Ip)

4.2.1 Les normes

Tableau 6. Norme d'indice de peroxyde selon COI (2015)

Type d'huile	Norme de l'indice de peroxyde en meq d'O ₂ /kg
Huile d'olive vierge extra	≤ 20
Huile d'olive vierge	≤ 20
Huile d'olive vierge courante	≤ 20
Huile d'olive vierge lampante	Non limité

4.2.2 Les résultats

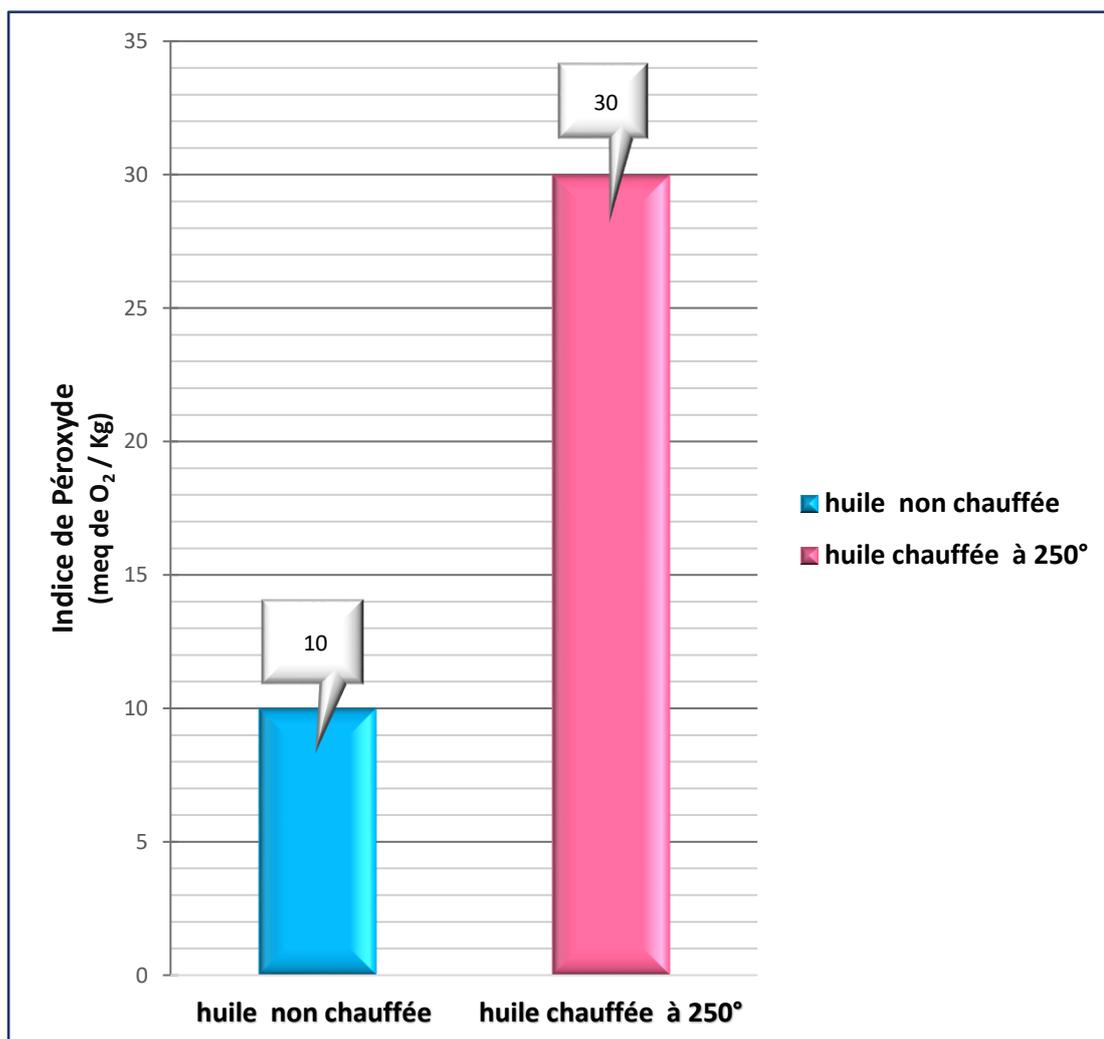


Figure 6. Variation d'indice de peroxyde de l'huile d'olive étudié.

4.2.3 Interprétation des résultats

La détermination de l'indice de peroxyde des huiles d'olives est un moyen pour prévoir une détérioration intérieure des qualités organoleptiques de l'huile (Perrin, 1992). Il sert d'évaluer le stade d'oxydation de l'huile par l'oxygène atmosphérique ou pendant le déroulement de cette réaction des composés sont formés affectent non seulement la qualité de l'huile mais ils représentent aussi la cause principale de l'altération de son goût et de son odeur (Cheftel, 1992).

Pour l'huile non chauffée la valeurs d'indice de peroxyde obtenue (10 meq de O₂ / Kg) est conforme à celle de la norme commerciale (COI, 2003), ce qui permet de classer ce huile dans la catégorie des huiles extra-vierges ($IP \leq 20$). par contre, l'huile chauffée représente un

niveau de IP supérieur à 20 meq de / Kg ce qui montre l'influence de choc thermique (250° C) sur la qualité de l'huile étudié.

Un indice de peroxyde élevé est le résultat d'une dégradation thermo oxydative des acides gras insaturés (plus favorablement les polyinsaturés) due par la température, ces réactions en chaîne, une fois amorcées, s'amplifient très fortement (Djouadi, 2016) ce qui montre que plus d'échauffement, la durée de 15 min est suffisante pour crée cette variation.

4.3 Indice de Saponification (I_s)

4.3.1 Les normes

Tableau 7. Normes d'indice de saponification selon FAO/OMS, codex stan-1999, amendée en 2013 .

Type d'huile	IS
Huile d'olive vierge extra	184-196
Huile d'olive vierge	
Huile d'olive vierge courante	
Huile d'olive vierge lampante	

4.3.2 Les résultats :

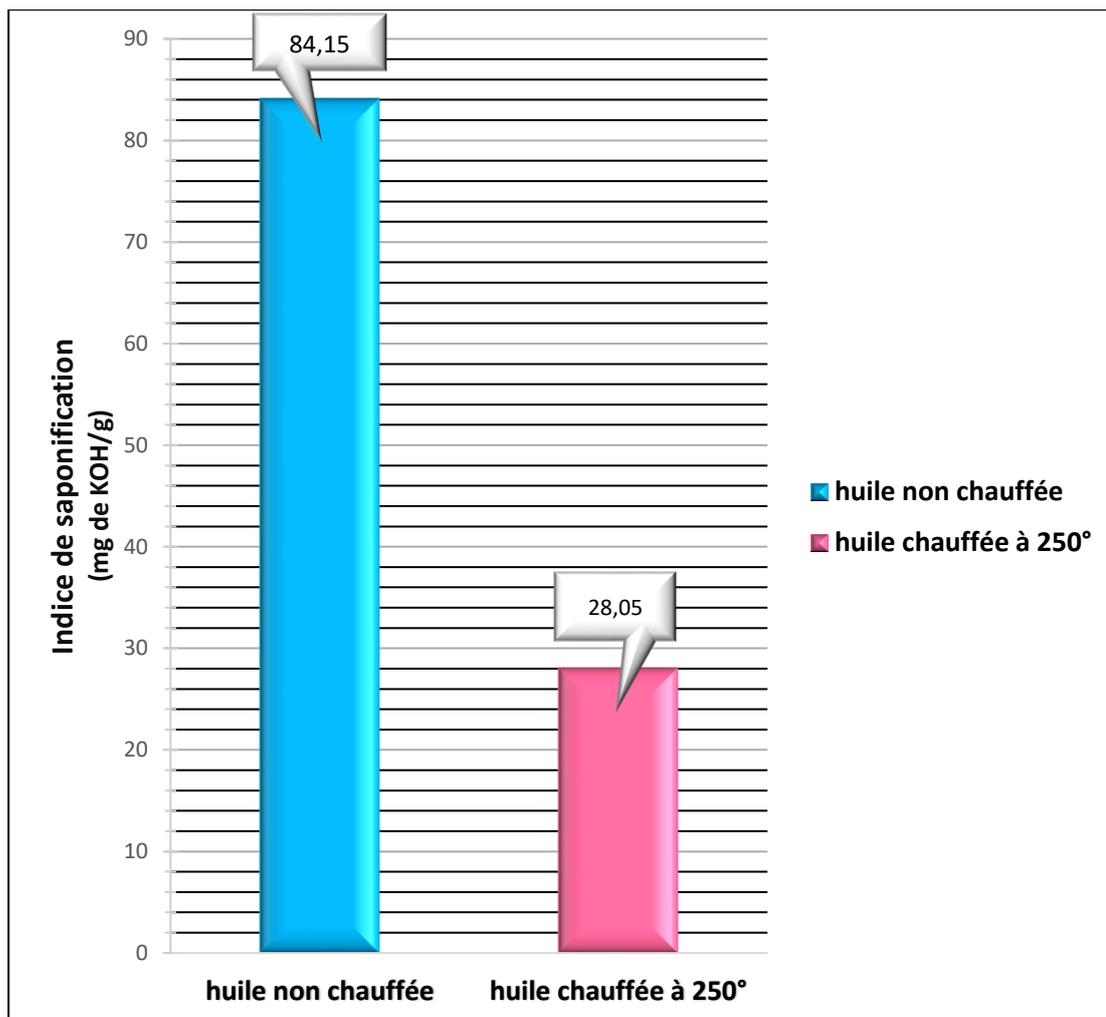


Figure 7. Variation de l'indice de saponification de l'huile d'olive étudié

4.3.3 Interprétation des résultats

Selon le journal officiel de la république Algérienne (2011), l'indice de saponification est le nombre en milligrammes d'hydroxyde de potassium KOH nécessaire pour transformer en savon un gramme de matière gras dans conditions spécifiées.

Pour l'échantillon non chauffée Le résultat obtenu est trois fois supérieurs au celle corresponde à l'huile chauffée, et les deux sont très inférieure à la prescription (présenté dans le tableau 8) de la norme recommandée par (FAO, 2013).

Selon Harbone (1977) ce paramètre est inversement proportionnel à la longueur de la chaîne carbonée. Ce qui montre que notre huile est pauvre en acide gras à longue chaîne.

La diminution de valeur IS après le traitement thermique s'explique par le fait de destruction des chaînes longues en chaînes courtes.

4.4 Le dosage des teneurs en pigments dans l'huile d'olive

4.4.1 Les normes

Tableau 8. Normes des teneurs en pigments mises en oeuvre par le COI (2009) .

les chlorophylles	entre 2 à 14 mg/kg,
les caroténoïdes	entre 2,71 à 13,4 mg/kg

4.4.2 Les résultats

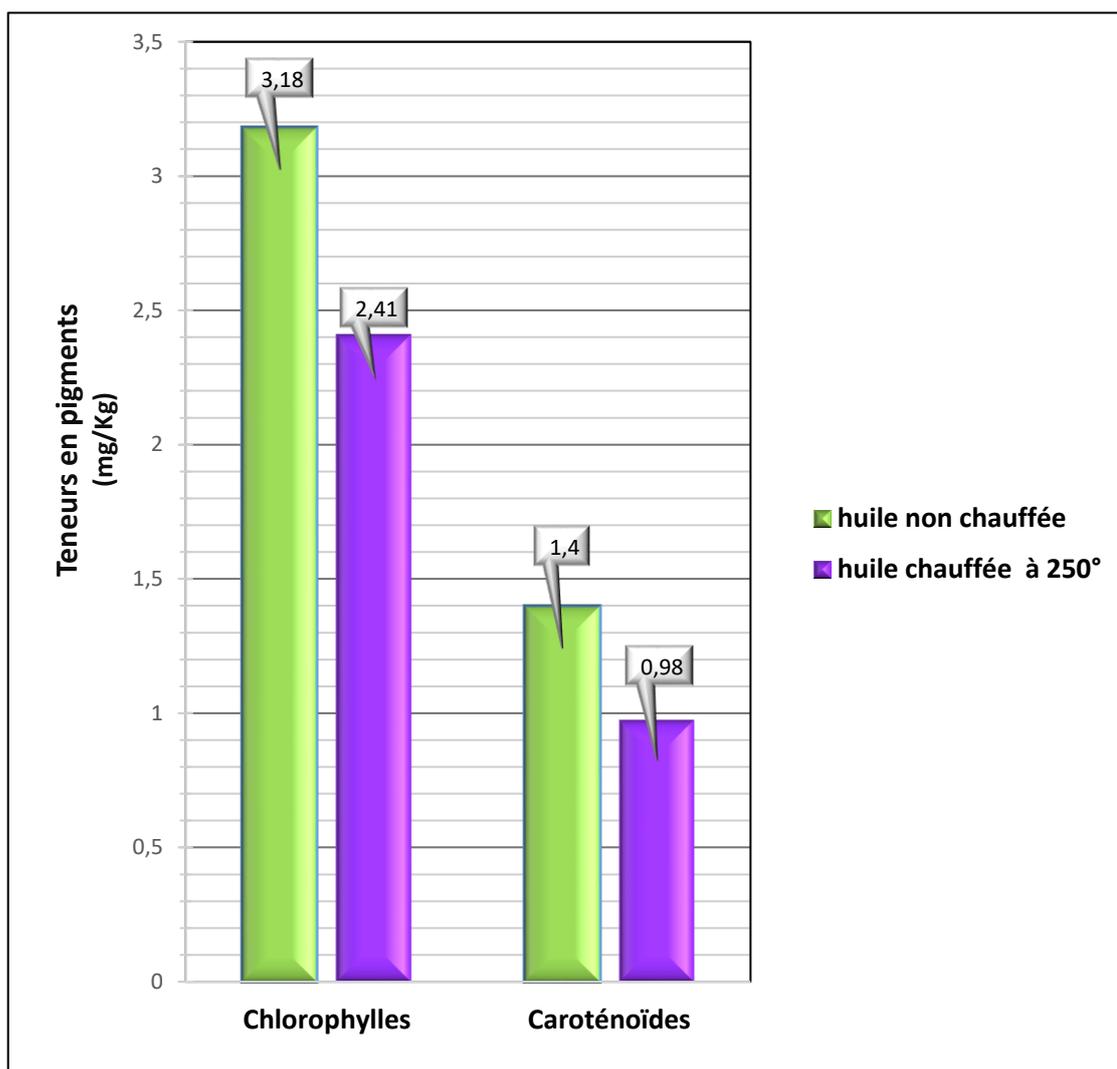


Figure 8 . Variation des teneurs en pigments de l'huile d'olive étudié

4.4.3 Interprétation des résultats

Comme la figure 8 montré, l'huile préchauffée présente des teneurs en pigments chlorophylliens et caroténoïdes à l'ordres de 3.18 et 2.41mg/ Kg respectivement , ceux de chlorophylles ont été dans les limites de celles fixées par le COI (2009) (les chlorophylles entre 2-14 mg/kg), par contre les caroténoïdes sont inférieur à 2,71 mg/kg . Tout cela dépend ainsi de la variété, du stade de maturité du fruit, le mode d'extraction d'huile et des conditions de stockage (Psomiadou et Tsimidou, 2001).

Mais après le chauffage, nous constatons une diminution des teneurs avec des valeurs finals :1.4 et 0.98 mg/Kg respectivement, et dans les deux cas on note que la teneur en chlorophylle est plus élevé que la teneur en caroténoïdes; ce dernier est presque similaire à ce trouvé par Gherib (2015) de l'huile de l'oléastre estimé à (2,2mg/kg)

Après traitement thermique a 250° C, la diminution de teneur en chlorophylle observée est due à la dégradation de la chlorophylle en phéophytines qui confèrent à l'huile sa couleur jaune (Psomiadou *et al.*, 2001 ; Ait Yacine, 2001) et la diminution de caroténoïdes est peut être causée par la dégradation des pigments caroténoïdes due facilement en présence de la température élevé et de la lumière (Marty et Berset, 1988 ; Miguez-Mosquera *et al.*, 1990)

4.5 Dosage des phénols totaux

4.5.1 Les normes

A ce jour, la détermination de la teneur en composés phénoliques des huiles d'olive devient une analyse importante bien que non réglementaire. Cependant, elle fait partie du cahier des charges de quelques huiles italiennes de dénomination d'origine protégée avec une teneur minimale en phénols totaux à respecter (Denis *et al.* , 2004) .

4.5.2 Les résultats

La concentrations en composés phénoliques est déterminée par la méthode absorptiométrique de Folin-Ciocalteu ,et calculées à l'aide d'une courbe d'étalonnage réalisée avec de l'acide gallique comme standard dont la quantité est exprimée en milligramme d'équivalent d'acide gallique par gramme d'huile d'olive (mg EAG/ ml huile). L'absorbance est étroitement corrélée à la concentration de l'acide gallique utilisée dans la gamme d'étalonnage avec un R² de 0,9935.

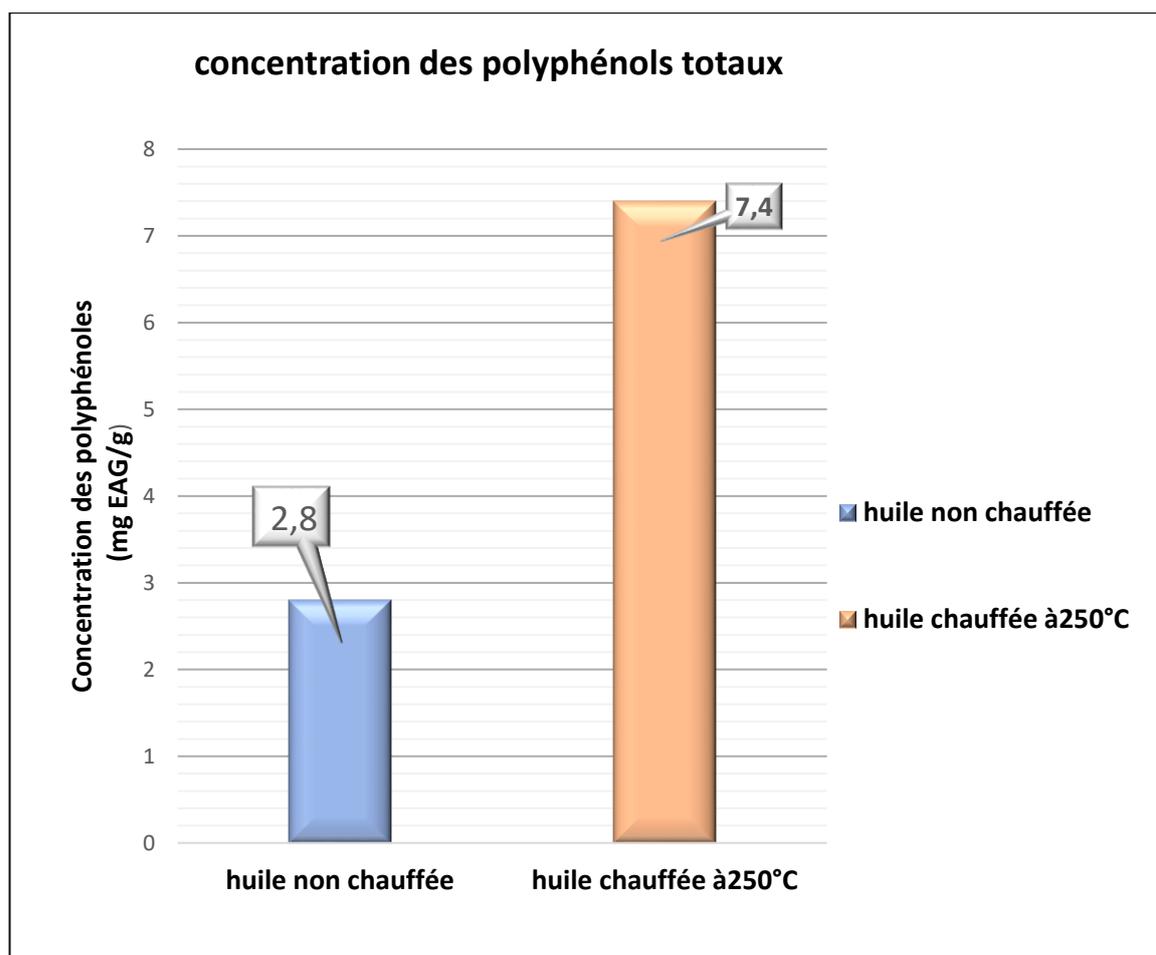


Figure 9 . Variation des concentration des phénols totaux de l'huile d'olive étudié

4.5.3 Interprétation des résultats

La qualité de l'huile d'olive est fortement liée à teneur en composés phénoliques (Benlemlih et Ghanam, 2016) puisqu' ils sont responsables de la bonne stabilité à l'oxydation des huiles d'olive vierges. Ils possèdent d'intéressantes propriétés nutritionnelles et organoleptiques En plus de leur propriété antioxydante (Denis *et al.*, 2004).

La valeurs obtenue des composés phénoliques pour l'échantillon préchauffé est de l'ordre de 2.8 mg EAG/ g, une augmentation est observée après chauffage à 250 ° C pendant 15 min avec une valeur à l'ordre de 7.4mgEAG/g , Les résultats obtenues (2800 mg EAG/Kg et 7400 mg EAG/Kg) montrent que l'huile d'olive étudiée renferme une quantité très élevée et appréciable de composés phénoliques et supérieure à 800mg /Kg (COI ,2017). Alors que les résultats obtenues par (Denis *et al.*,2004) sont inférieur à celles de notre étude et ne concordent pas avec ces derniers, par contre l'étude faite par Visioli et Galli en 1992, supérieures à 500mg/Kg elle peut concorde avec nos résultats car la teneur en composés phénoliques des huiles d'olive vierges dépend de la variété de l'olive, du degré de maturité des olives (la teneur

baisse avec la sur-maturation des olives), du niveau d'infestation des olives par la mouche *Dacus oleae*, du climat, de la qualité du sol, du procédé d'extraction utilisé pour séparer la phase huileuse de la phase aqueuse et des conditions de conservation de l'huile... (Rannali *et al.*, 1999)

Conclusion

L'objectif de cette modeste contribution est de déterminer les caractéristiques de variété « Bouchouk la Fayette » d'huile d'olive obtenue d'ITDAS de la région de L'Outaya. Afin de pouvoir mettre en évidence l'impact de température (250° C) sur les caractères de cette variété, pour cela nous avons effectué des analyses sur deux échantillons de la même variété, l'un des deux est naturel et l'autre a été traité thermiquement à 250° C pendant 15 minutes. En outre, nous avons cerné les paramètres et les indices qui induisent une influence directe sur les caractères de qualité des huiles d'olive pour les deux échantillons qui ont subi des dosages pour déterminer l'indice d'acide, l'acidité libre, l'indice de peroxyde, l'indice de saponification, la teneur en pigments et en composés phénoliques, et on a suivi l'évolution de ces paramètres avant et après le traitement thermique. Toutes les analyses réalisées en se basant sur les méthodes standards décrites par le Conseil Oléicole International (COI, 2013) et ISO (2017).

Les résultats obtenues pour l'échantillon non chauffé, les indices de qualité l'acidité libre, l'indice d'acide et l'indice de peroxyde se rétablissent aux normes du COI (2015) pour les huiles d'olives et bien plus au classement de l'huile obtenu. L'indice de saponification est nettement inférieur aux normes du COI (2015).

Pour l'échantillon chauffé à 250° C, une augmentation a été enregistré d'acidité libre et d'indice d'acide revient de l'hydrolyse des triglycérides en acides gras à cause de choc thermique (Casal et *al.*, 2010) et cet augmentation n'est pas vraiment significative tant que l'acidité libre et le I_A restent aux normes. L'augmentation d'indice de peroxyde induite par la dégradation thermo oxydative des acides gras insaturés (plus favorablement les polyinsaturés) due par la température (Djouadi, 2016). Et la diminution d'indice de saponification s'explique par le fait de destruction des chaînes longues en chaînes courtes.

Les résultats montrent que notre échantillon présente naturellement une teneur très importants en composés phénoliques et en pigments chlorophylliens et moins pour les caroténoïdes, mais ces teneurs sont affectés par le traitement thermique, la teneur en composés phénoliques augmentes. Au contraire pour les pigments, ils se diminuent à cause de ces dégradations dues par le choc thermique.

Alors, le traitement thermique à 250°C pendant 15 minutes affecte quelques critères physico-chimique de huile étudiée ce que montre l'effet de choc thermique sur celle-ci. Il est indispensable de déterminer les conditions de traitement de l'huile d'olive afin de pouvoir le

contrôler et notre étude a permis d'orienter des futurs travaux à réaliser pour évaluer l'influence des températures moins ou plus de celle étudiée sur les caractères de qualité d'huile d'olive .

Références bibliographiques

A

- Arslan D., Karabekir Y., Schreiner M., 2013. Variations of phenolic compounds, fatty acids and some qualitative characteristics of Sariulak olive oil as induced by growing area. *Food Research International*, 54: 1897-1906.

B

- Benlemlih M., Ghanam J., 2016. Polyphénols d'huile d'olive. *Trésors Santé*, 2e éd. Ed : Médicatrix, 208 p.
- Bouaoudia A. 2009. Etude Comparative du point de vue physicochimique et organoleptique de plusieurs variétés d'huile d'olive . *Université Abderrahmane Mira Bejaia* .pp.32-36.
- Boudibi S., Sakaa B., Zapata-Sierra A. 2019. Ground water quality assessment using GIS, ordinary kriging and WQI in an arid area. *Ponte Int SciRes J*.

C

- Casal S., Malheiro R., Sendas A., Oliveira B.P.P., Pereira J.A., Olive oil stability under deep-frying conditions, *Food Chem. Toxicol.*, 2010, 48 (10), 2972–2979.
- COI/T.15/NC N° 3/ rev. 14 novembre 2019
- Conseil oléicole international (COI). (2001). Norme commerciale applicable à l'huile d'Olive et à l'huile de grignons d'olive. COI /T. 15/NC n°2/Rev.10.
- Conseil oléicole international, 2009. Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. COI/T.15/NC N° 3/ Rév.
- Conseil oléicole international, 2015. Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. COI /T. 15/NC n°3/Rev.8.

D

- Djuoadi A. 2016. Étude de l'effet de température sur les teneurs en oméga-3 et -6 dans les graisses alimentaires et l'huile d'olive par la voltammétrie impulsionnelle différentielle. Thèse de Doctorat en Sciences de la matière de l'Université Kasdi Merbah Ouargla. 107-115.

E

- Ellis A.C., Gámbaro A., 2018. Caracterisation of Arbequina Extra Virgin Olive Oil from Uruguay. *Journal of Food Research*, 7(6), 79.

F

- Frénot M., Vierling E., *Biochimie des aliments : Diététique du sujet bien portant*. 2^{ème} Ed. Aquitaine, France: doin éditeurs, 2001, 301 p.

I

- ISO 3960. 2001. Corps gras d'origines animale et végétale, détermination de L'indice de peroxyde.
- ISO 3966, 2007.
- ISO 659-1988 (E), International Organization for Standardization (ISO), Geneva, 1988.
- ISO 660. 2003. Corps gras d'origines animale et végétale, détermination de L'indice d'acide et de l'acidité.

J

- Journal Officiel de la République Algérienne (JORA). 2011. Méthode de détermination de l'indice de saponification des corps gras d'origine animale et végétale, N°64,p. 26-27.

K

- Kiralan M., Ozkan G., Koyluoglu F., Ugurlu HA., Bayrak A., Kiritsakis A., 2012. Effect of cultivation area and climatic conditions on volatiles of virgin olive oil. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 114: 552-557

L

- Lion PH. 1955. *Travaux pratiques de chimie organique*. Ed. Dunod, Paris.

M

- M. Douzane ,M.S. Daas1, A. Ait Ouazou, C. Anane, S. Moussi, A. Abdi , F.I. Amrani, Y.

Kaidi, S. Amrani .2022. Étude de la variabilité physico-chimique de l'huile d'olive de différents cultivars introduits et un cultivar local . Recherche Agronomique, 2023 .Vol. 21, N° 1, pp. 5-23

- M'baye B. K., Alouemine S. O., Lô B., Bassene E. 2012. Etude de l'effet de la température sur les huiles alimentaires en mauritanie: Dosage des indices de peroxyde. Revue Ivoirienne des Sciences et Technologie, 19 : 26-33.
- Mannllah A. 2012. Activité antioxydante et anticoagulante des polyphénols de la pulpe d'olive *Olea europaea L*, Faculté des sciences de la nature et de la vie. *Université Ferhat Abbas-Setif*, p. 85.
- Mendil M., Sebai, A. 2006. L'olivier en Algérie : Aperçu sur le patrimoine génétique autochtone. *ITAF*, Algérie, p. 99.
- Minguez –Mosquera M.I,Gandul-Rojas B.Garrido –Fernandez J., and Gallardo-Guerrero L.1990. Pigments present in virgin olive oil. Journal of American oil chemist's Society, 67(3):192-196.

N

- Noorali M., Barzegar M., Sahari MA., 2014. Sterol and Fatty Acid Compositions of Olive Oil as an Indicator of Cultivar and Growing Area.

O

- Ouedrhiri M., Benismail C., El Mohtadi F., Achkari-Begdouri A. Évaluation de la qualité de l'huile de pulpe d'olive vierge de la variété Picholine marocaine. Rev. Mar. Sci. Agron. Vét. (2017). 5 (2) : 142-148

P

- PERRIN J.L.1992.Analyse des corps gras. In. « Manuel des cops gras ». Ed : Tec et Doc, Lavoisier .Vol 2. P : 1198-1202. ISBN 2-85206.

R

- Ranalli A, Ferrante ML, DeMattia G, Costantini N. 1999. Analytical evaluation of virgin olive oil of first and second extraction. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 47: 417–424.

S

- Santos C. S.P., Cruz R., Cunha S. C., Casal S., Effect of cooking on olive oil quality attributes, Food Res. Int., 2013, 1–9.

T

- Tan Y et al. 1994. Rapid determination of olive oil carotenoids by HPLC. J. Micronutr Anal. N°3. P.97-106.

V

- Van den berg H., Faulks R., Grando., Hirschberg J., Olmedilla B., Sandmann G., Southon S., Stahli W. 2000. The potential for improvement of carotenoid levels in food and likely systemic effects. Journal of food Agriculture 80:880-912"
- Veillet Sébastien (2010). Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : Entre Tradition et Innovation. Thèse de Doctorat en Sciences de l'Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse.

Annexes

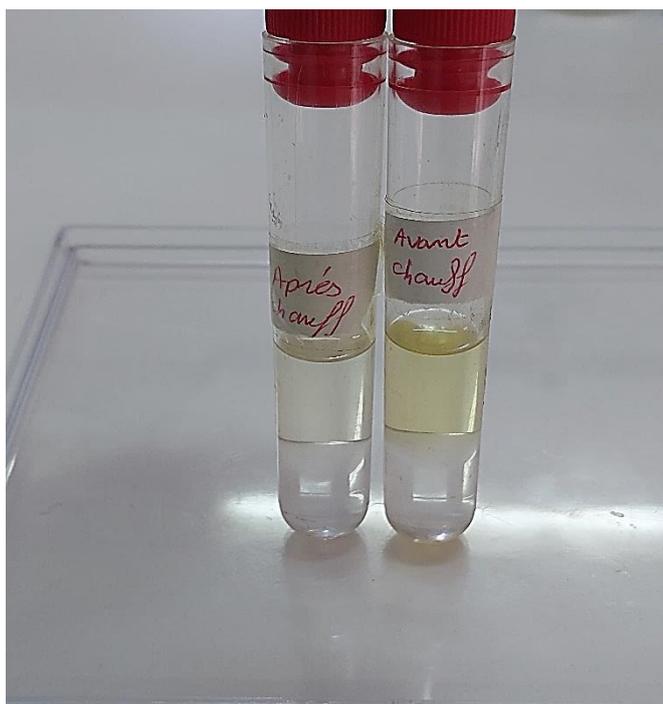


Figure 10 . Préparation de la fraction polaire



Figure 11 . Montage d'évaporation d'extraits méthanolique

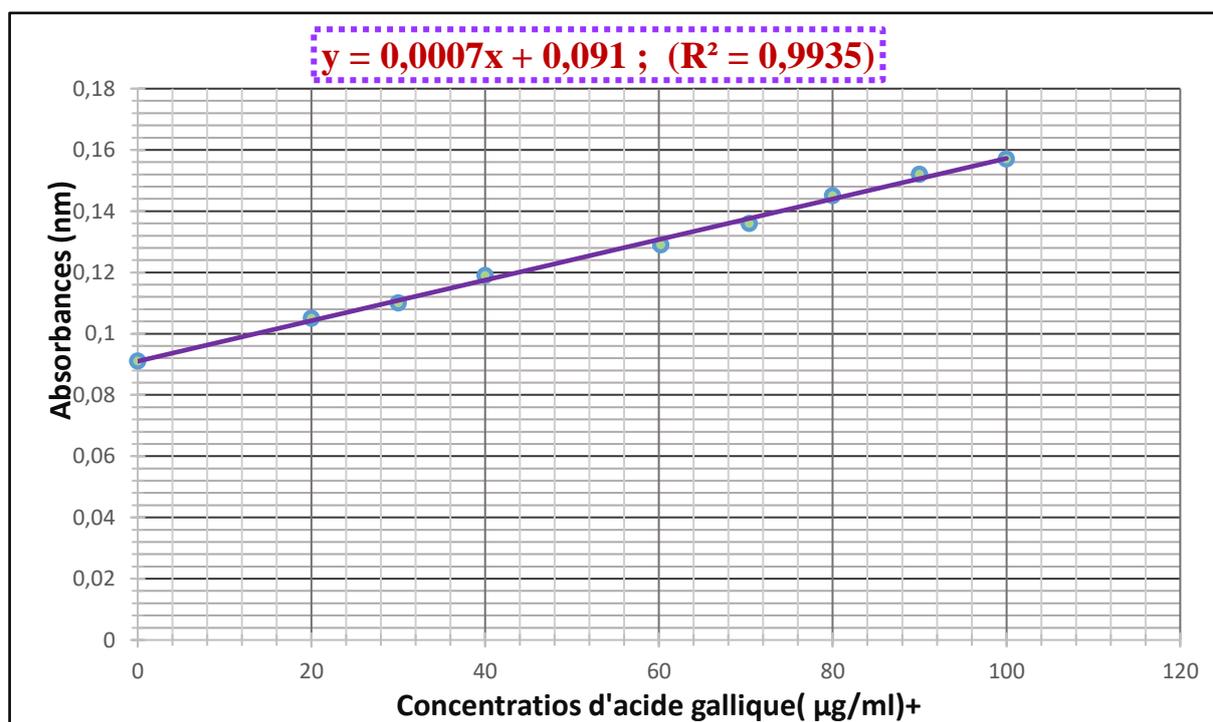


Figure 12 .courbe d'étalonnage d'acide gallique

Résumés

الملخص

الهدف من هذه الدراسة هو تحديد خصائص صنف "بوشوك لافيات" من زيت الزيتون الذي تم الحصول عليه من المعهد الوطني لتنمية الفلاحة الصحراوية لمنطقة لوطايا بسكرة . بغرض التمكن من إبراز تأثير درجة الحرارة 250 ° م على خصائص هذا الصنف.

بالنسبة للعينة الطبيعية ، فإن مؤشرات الجودة تلك الخاصة بالحموضة الحرة وقرينة الحموضة وقرينة البيروكسيد تتوافق مع المعايير الدولية إذ قدرت ب 0.3102 % ، 0.56 مغ /كغ و 10 و إ على الترتيب ، وعلى أساس هذه الخصائص الفيزيوكيميائية تصنف العينة المدروسة ضمن زيت الزيتون البكر الممتاز ، أما ما يتعلق بقرينة التصبن فإنها أقل بكثير من المعايير الدولية ، كما يحتوي هذا الصنف من الزيوت على نسبة عالية من المركبات الفينولية بشكل طبيعي و صبغة اليخضور ونسبة أقل من الجزرين .

بعد المعالجة الحرارية للعينة في 250 ° م سجلنا زيادة في الحموضة الحرة وقرينة الحموضة حيث أصبحت القيم 0.564 % و 5.61 مغ/كغ على الترتيب ونفس الأمر فيما يتعلق بقرينة البيروكسيد ونسبة المركبات الفينولية و صبغة اليخضور و الجزرين التي تزايدت بدورها أيضا .

من جهة أخرى سجلنا تناقصا ملحوظا في قرينة التصبن و نسبة صبغة اليخضور و الجزرين . ومنه فإن درجة الحرارة 250 ° م تؤثر سلبا وبشكل ملحوظ على جل الخصائص الفيزيوكيميائية لزيت الزيتون لهذا الصنف عدا قرينة الحموضة فإنها رغم التأثير تبقى متناسبة مع المعايير الدولية

الكلمات المفتاحية: زيت الزيتون ، المركبات الفينولية ، الأكسدة الحرارية ، صنف "بوشوك" ، الخصائص الفيزيائية والكيميائية.

Résumé

L'objectif de cette étude est de déterminer les caractéristiques de variété « Bouchouk la Fayette » d'huile d'olive obtenue d'ITDAS de la région de L'Outaya Biskra. Afin de pouvoir mettre en évidence l'impact de température 250° C sur les caractères de cette variété.

Pour l'échantillon non chauffé les indices de qualité l'acidité libre, l'indice d'acide et l'indice de peroxyde se rétablissent aux normes du COI (2015) ils sont à l'ordre de 0.3102% ; 0.56 mg de KOH /g ; 10 meq de O₂ / Kg respectivement. Ces caractères physicochimiques obtenus classent l'huile d'olive étudié dans la catégorie d'huile d'olive vierges-extra selon la norme internationales (COI, 2015). l'indice de saponification est nettement inférieur aux normes, il est à l'ordre de 84.15 mg de KOH / g . la variété étudiée présente naturellement un teneur très importants en composés phénoliques (2800 mg EAG/Kg) et en pigments chlorophylliens (3.18 mg/ kg) et moins pour les caroténoïdes (2.41 mg/kg).

Après le traitement thermique, une augmentation a été enregistré d'acidité libre et d'indice d'acide qui sont a l'ordre de 0.564 % et 5.61 mg de KOH /g et l'indice de peroxyde est 30 meq de / Kg et au teneur en composés phénoliques est 7400mgEAG/Kg. par contre les autre paramètres se diminuent, l'indice de saponification est a l'ordre de 28.05 mg de KOH /g , les teneurs en pigment chlorophylliens et caroténoïdes sont 1.4 et 0.98 mg/ kg respectivement , on conclue que cette température affect la qualité de l'huile étudié sauf que l'acidité libre malgré sa variation reste selon les normes international .

Mots clé : huile d'olive, composés phénoliques, thermo-oxydation, variété « Bouchouk la Fayette » , caractéristiques physicochimique .

Abstract

The purpose of this study is to determine the characteristics of the "Bouchouk la Fayette" variety of olive oil obtained from ITDAS in l'Outaya region in Biskra . In order to be able to highlight the impact of temperature 250° C on the characters of this variety.

For the unheated sample, the quality indices of free acidity, acid number and peroxide number recover to COI standards (2015) they are around 0.3102%; 0.56 mg of KOH /g ; 10 meq of / Kg respectively. These physicochemical characteristics obtained classify the olive oil studied in the category of extra-virgin olive oils according to the international standard (COI, 2015). the saponification index is significantly lower than the standards, it is around 84.15 mg of KOH / g . the variety studied naturally has a very high content of phenolic compounds (2800 mg EAG/Kg) and chlorophyll pigments (3.18 mg/kg) and less for carotenoids (2.41 mg/kg).

After the heat treatment, an increase was recorded in free acidity and acid index which are around 0.564% and 5.61 mg of KOH / g and the peroxide index is 30 meq of / Kg and the content of phenolic compounds is 7400mgEAG/Kg. on the other hand, the other parameters are reduced, the saponification index is around 28.05 mg of KOH / g , the chlorophyll and carotenoid pigment contents are 1.4 and 0.98 mg / kg respectively, it is concluded that this temperature affects the quality oil studied. except that the free acidity despite its variation remains according to international standards

Key words: olive oil, phenolic compounds, thermooxidation, "Bouchouk la Fayette" variety, physicochemical characteristics.