



République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Abdelhamid Ibn Badis -Mostaganem- Faculté des Sciences de la
Nature et de la Vie



DÉPARTEMENT DE SCIENCES ALIMENTAIRES

Mémoire de fin d'études

EN VUE DE L'OBTENTION DU

DIPLÔME DE MASTER ACADÉMIQUE

MASTER EN SCIENCES ALIMENTAIRES

Spécialité : Qualité des Produits et Sécurité Alimentaire

Présentée par : BENLATRECHE Abderachid Abdelkader et HAWA ALY
BARRY

Thème

Suivi de la stabilité physico-chimique et de la capacité antioxydante (pH, DPPH,
TBARS) de matrices alimentaires (yaourt nature, huile d'olive) au cours de 21

Soutenu le 01 /07/2026

Devant le jury composé de :

Présidente	DERMACHIA Nawel	M.C. A	U. Mostaganem
Encadrant	BENBOUZIANE Bouasria	PROFESSEUR	U. Mostaganem
Examineur	BOUFERKAS Youcef	M.C. A	U. Mostaganem
Co-encadrant	BENTAHAR Mohamed Chérif	Docteur	U. Mostaganem

Année université : 2025/2026

Remerciements

La capacité de réfléchir et d'écrire, la force de croire en nos aspirations et la patience d'aller jusqu'au terme de ce parcours : voilà ce qui a guidé nos pas.

Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude à toutes les personnes qui ont contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce mémoire.

Nos plus sincères remerciements s'adressent, en premier lieu, à notre encadrant, le Professeur BENBOUZIANE Bouasria, ainsi qu'à notre Co-encadreur, le Dr BENTAHAR Mohamed Chérif. Nous les remercions chaleureusement pour leur accompagnement bienveillant, leurs conseils avisés, leur disponibilité constante et leur rigueur scientifique, qui ont été d'un apport précieux à chaque étape de ce travail.

Nous remercions également les membres du jury pour l'honneur qu'ils nous font en acceptant d'évaluer ce mémoire. Leur regard critique et leurs remarques constructives contribueront, sans nul doute, à l'enrichissement de notre réflexion.

Nous exprimons notre reconnaissance à nos collègues et amis pour leur soutien moral et leurs encouragements constants tout au long de cette aventure académique.

Enfin, nos remerciements les plus affectueux vont à nos familles. Leur amour inconditionnel et leurs sacrifices ont été, et resteront, la clé de notre persévérance et de notre réussite.

Dédicaces

Au nom d'Allah, le Tout Miséricordieux, le Très Miséricordieux.

Nous rendons grâce à Allah pour Sa guidance, Son aide et Ses innombrables bienfaits, qui nous ont permis d'atteindre cette étape importante de notre parcours.

Nous dédions ce travail à nos chères mères, sources inépuisables d'amour, de sacrifices et de prières, dont le soutien a été la lumière qui a guidé chacun de nos pas.

À nos pères, modèles de courage, de sagesse et de persévérance, pour leur accompagnement constant et leur confiance indéfectible.

À nos frères et sœurs, avec une pensée toute particulière pour mon frère jumeau, compagnon de route et soutien précieux.

À nos collègues de la promotion de Master, ainsi qu'à toutes les personnes qui ont contribué à la réalisation de ce travail.

Résumé

Ce travail a pour objectif d'évaluer et de comparer la stabilité du yaourt nature et de l'huile d'olive, deux produits phares du bassin méditerranéen, sur une période de conservation de 21 jours. L'étude porte principalement sur le suivi de leur cinétique de dégradation et l'évolution de leur capacité antioxydante. Cette approche permet d'analyser la qualité des matrices à l'aide de trois indicateurs spectrophotométriques simples et accessibles : le pH, le test DPPH et l'indice TBARS.

Les résultats ont montré une diminution progressive du pH du yaourt de 5,37 à 4,72 en 21 jours, traduisant une post-acidification liée à l'activité résiduelle des ferments lactiques. L'analyse quantitative de sa capacité antioxydante a révélé un profil non monotone, avec une augmentation jusqu'à J14 due à la libération de peptides bioactifs issus de la protéolyse fermentaire, suivie d'une forte chute à J21, en parallèle d'une hausse de 50 % de l'indice TBARS signalant une oxydation lipidique secondaire. Pour l'huile d'olive, l'analyse a mis en évidence que la température est le facteur déterminant de la dégradation. À 40 °C, l'activité antioxydante s'effondre presque totalement tandis que l'indice TBARS augmente de manière exponentielle, contrairement à la conservation à 4 °C où la dégradation reste modérée. Les corrélations statistiques très fortes observées à 40 °C confirment la cohérence interne de ces trois indicateurs.

Il ressort de ces résultats que, dans les conditions expérimentales de notre étude, le triptyque pH-DPPH-TBARS valide son efficacité comme outil de routine simple et pertinent pour le contrôle comparatif de la qualité. Cette dynamique met en évidence une post-acidification microbienne progressive pour le yaourt et une sensibilité thermique critique pour l'huile d'olive. Cette étude souligne certaines limites liées au caractère semi-quantitatif du TBARS et au nombre restreint de points de mesure, ouvrant des perspectives pour enrichir l'approche avec l'indice de peroxyde et le dénombrement des ferments lactiques.

Mots-clés : huile d'olive, yaourt nature, stabilité physico-chimique, DPPH, TBARS, pH, post-acidification.

Abstract

This work aims to evaluate and compare the stability of plain yogurt and olive oil, two staple products of the Mediterranean basin, over a 21-day storage period. The study focuses primarily on monitoring their degradation kinetics and the evolution of their antioxidant capacity. This approach allows analyzing the quality of these matrices using three simple and accessible spectrophotometric indicators: pH, the DPPH assay, and the TBARS index.

The results showed a progressive decrease in yogurt pH from 5.37 to 4.72 within 21 days, reflecting a post-acidification linked to the residual activity of lactic ferments. Quantitative analysis of its antioxidant capacity revealed a non-monotonic profile, with an increase up to Day 14 due to the release of bioactive peptides from fermentative proteolysis, followed by a sharp drop at Day 21, in parallel with a 50% increase in the TBARS index signaling secondary lipid oxidation. For olive oil, the analysis highlighted that temperature is the determining factor in degradation. At 40 degrees Celsius, the antioxidant activity collapsed almost completely while the TBARS index increased exponentially, unlike storage at 4 degrees Celsius where degradation remained moderate. The very strong statistical correlations observed at 40 degrees Celsius confirm the internal consistency of these three indicators.

It emerges from these results that, under the experimental conditions of our study, the pH-DPPH-TBARS triptych validates its effectiveness as a simple and relevant routine tool for comparative quality control. This dynamic highlights a progressive microbial post-acidification for yogurt and a critical thermal sensitivity for olive oil. This study outlines certain limitations related to the semi-quantitative nature of TBARS and the limited number of measurement points, opening perspectives to enrich the approach with the peroxide value and lactic ferment enumeration.

Keywords : olive oil, plain yogurt, physicochemical stability, DPPH, TBARS, pH, post-acidification.

ملخص

يهدف هذا العمل إلى تقييم ومقارنة استقرار الياغورت الطبيعي وزيت الزيتون، وهما منتجان رئيسيان في حوض البحر الأبيض المتوسط، خلال فترة حفظ دامت 21 يوماً. تركز الدراسة بشكل أساسي على تتبع حركية تدهورهما وتطور قدرتهما المضادة للأكسدة. يتيح هذا النهج تحليل جودة المصفوفتين الغذائييتين باستعمال ثلاثة مؤشرات طيفية ضوئية بسيطة ومتاحة: الأس الهيدروجيني (pH)، واختبار DPPH، ومؤشر TBARS.

ظهرت النتائج انخفاضاً تدريجياً في pH الياغورت من 5.37 إلى 4.72 خلال 21 يوماً، مما يعكس تحمضاً بعدياً (post-acidification) مرتبطاً بالنشاط المتبقي للخمائر اللبنية. وكشف التحليل الكمي لقدرته المضادة للأكسدة عن تغير متذبذب؛ حيث ارتفعت حتى اليوم 14 نتيجة لتحرر ببتيدات نشطة بيولوجياً ناتجة عن التحلل البروتيني التخمر، قبل أن تنخفض بشدة في اليوم 21، بالتزامن مع زيادة بنسبة 50% في مؤشر TBARS مشيرة إلى حدوث أكسدة دهنية ثانوية. بالنسبة لزيت الزيتون، أوضح التحليل أن درجة الحرارة هي العامل الحاسم في التدهور؛ فعند درجة حرارة 40 درجة مئوية، انهارت الفعالية المضادة للأكسدة شبه كلياً بينما ارتفع مؤشر TBARS بشكل أسي، على عكس الحفظ عند 4 درجات مئوية حيث ظل التدهور معتدلاً. كما أكدت الارتباطات الإحصائية القوية جداً المرصودة عند 40 درجة مئوية الاتساق الداخلي لهذه المؤشرات الثلاثة.

يستخلص من هذه النتائج أنه، في ظل الظروف التجريبية لدراستنا، يثبت الثلاثي (pH-DPPH-TBARS) كفاءته كأداة روتينية بسيطة وملائمة للمراقبة المقارنة للجودة. وتبرز هذه الديناميكية تحمضاً بعدياً ميكروبياً تدريجياً للياغورت، وحساسية حرارية حرجية لزيت الزيتون. تشير هذه الدراسة إلى بعض الحدود المتعلقة بالطبيعة شبه الكمية لمؤشر TBARS ومحدودية نقاط القياس، مما يفتح أفقاً لإثراء هذا النهج مستقبلاً عبر قياس مؤشر البيروكسيد وتعداد الخمائر اللبنية.

الكلمات المفتاحية: زيت الزيتون، ياغورت طبيعي، الاستقرار الفيزيوكيميائي، DPPH، TBARS، pH، التحمض البعدي.

Liste des tableaux

Tableau 1 : Composition en acides gras de l'huile d'olive vierge extra.....	14
Tableau 2 : Principales variétés d'huile d'olive algériennes et leurs particularités.....	15
Tableau 3 : Principaux antioxydants naturels des deux matrices et leur rôle.....	17
Tableau 4 : Composition nutritionnelle du yaourt nature entier (pour 100 g)	17
Tableau 5 : Données de production oléicole et laitière en Algérie.....	18
Tableau 6 : Comparaison des trois mécanismes d'oxydation des lipides.....	20
Tableau 7 : Facteurs influençant la stabilité oxydative des matrices alimentaires.....	21
Tableau 8 : Cinétique de dégradation : modèles et applications.....	22
Tableau 9 : Comparaison des méthodes d'évaluation de la stabilité oxydative.....	23
Tableau 10 : Critères de qualité des catégories d'huile d'olive (Codex CXS 33-1981 / COI, 2024)	24
Tableau 11 : Synthèse des principaux textes réglementaires applicables aux matrices étudiées.....	25
Tableau 12 : Récapitulatif du plan expérimental.....	28
Tableau 13 : Paramètres comparatifs du protocole DPPH.....	29

Liste des figures

Figure 1 : Diagramme de fabrication du yaourt nature.....	16
Figure 2 : Mécanisme radicalaire de l'auto-oxydation des lipides.....	19
Figure 3 : Principe du test DPPH.....	24
Figure 4 : Diagramme général du protocole expérimental.....	27
Figure 5 : Évolution comparative du pH du yaourt nature et de l'huile d'olive au cours des 21 jours.....	32
Figure 6 : Histogramme comparatif de l'inhibition DPPH (%) aux quatre temps de mesure.....	33
Figure 7 : Évolution temporelle de la capacité antiradicalaire DPPH pour les trois conditions.....	34
Figure 8 : Évolution de l'indice TBARS — yaourt à 4 °C et huile d'olive à 4 °C / 40 °C....	35
Figure 9 : Relation inverse DPPH↓/TBARS↑ — huile d'olive à 40 °C (double axe Y, $r = -0,923$)	36
Figure 10 : Matrices de corrélation de Pearson entre pH, DPPH et TBARS.....	37

Liste des abréviations

ABTS : 2,2'-azino-bis (3-éthylbenzothiazoline-6-sulfonique acide)

AGL : Acides gras libres

AGMI : Acides gras mono-insaturés

AGP : Acides gras polyinsaturés

AGS : Acides gras saturés

ASLT : Accelerated Shelf Life Testing (test de vieillissement accéléré)

COI : Conseil oléicole international

DDM : Date de durabilité minimale

DLC : Date limite de consommation

DPPH : 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle

Ea : Énergie d'activation (kJ/mol)

EFSA: European Food Safety Authority

FRAP: Ferric Reducing Antioxidant Power

HOVE : Huile d'olive vierge extra

IANOR : Institut Algérien de Normalisation

JORA : Journal Officiel de la République Algérienne

MDA : Malondialdéhyde

MG : Matière grasse

MSLNG : Matière sèche laitière non grasse

ORAC: Oxygen Radical Absorbance Capacity

OSI: Oxidative Stability Index

Q10 : Facteur de température (rapport des vitesses pour +10°C)

R• : Radical lipidique

ROO• : Radical peroxyde

ROOH : Hydroperoxyde lipidique

SMSDA : Système de Management de la Sécurité des Denrées Alimentaires

SMQ : Système de Management de la Qualité

TBA : Acide 2-thiobarbiturique

TCA : Acide trichloroacétique

TBARS : Thiobarbituric Acid Reactive Substances

UA : Unités arbitraires (absorbance relative)

UFC/g : Unités formatrices de colonies par gramme

Table des matières

Avant-propos.....	2
Dédicaces	3
Résumé.....	4
Abstract.....	5
ملخص.....	6
Liste des tableaux.....	7
Liste des figures	8
Liste des abréviations.....	9
Table des matières.....	10-11
Introduction Générale	13
Chapitre I. Les matrices étudiées : composition, valeur nutritionnelle et contexte	13
I.1 L’huile d’olive	14
I.1.1 Définition et catégories.....	14
I.1.2 Composition physico-chimique	14
I.1.3 Les cultivars algériens	14-15
I.1.4 Valeur nutritionnelle et propriétés santé.....	15
I.2 Le yaourt nature	15
I.2.1 Définition et fabrication.....	15
I.2.2 Composition physico-chimique	16
I.2.3 Antioxydants naturels du yaourt.....	16-17
I.2.4 Valeur nutritionnelle et propriétés santé.....	17
I.3 Contexte de production en Algérie	18
Chapitre II. Mécanismes d’altération et stabilité au cours de la conservation.....	19
II.1 Voies de dégradation — vue générale.....	19
II.2 Oxydation des lipides : mécanismes et facteurs	19
II.2.1 Auto-oxydation.....	19
II.2.2 Photo-oxydation	20
II.2.3 Oxydation enzymatique.....	20
II.2.4 Facteurs influençant la stabilité oxydative	20-21
II.3 Altération spécifique de l’huile d’olive	21
II.4 Altération spécifique du yaourt	21
II.4.1 Post-acidification et pH.....	21
II.4.2 Oxydation lipidique et protéique.....	21
II.5 Cinétique de dégradation et prédiction de la durée de vie	21-22
Chapitre III. Méthodes d’évaluation de la stabilité oxydative et cadre normatif.....	23

III.1 Classification des méthodes	23
III.2 Méthodes directes	23
III.3 Test DPPH — principe	23-24
III.4 Le pH comme indicateur indirect	24
III.5 Cadre normatif	24
III.5.1 Normes internationales — Huile d'olive	24
III.5.2 Normes internationales — Yaourt	24
III.5.3 Cadre algérien	24-25
Chapitre IV. Matériels et méthodes	27
1. Vue d'ensemble du protocole expérimental	27
2. Site d'échantillonnage et présentation des matrices	27
3. Plan expérimental et échantillonnage	28
4. Matériel et réactifs	28
4.1 Équipements.....	28
4.2 Réactifs et solvants	28
5. Protocoles analytiques	28
5.1 Mesure du pH.....	28-29
5.2 Test DPPH — Activité antiradicalaire.....	29
5.3 Indice TBARS — Oxydation lipidique secondaire	29
6. Précautions analytiques et contrôle qualité.....	30
7. Traitement statistique.....	30
Résultats et Discussion	31
1. Évolution du pH.....	31
1.1 Yaourt nature	31
1.2 Huile d'olive	31
2. Capacité antioxydante : test DPPH.....	33
2.1 Huile d'olive	33
2.2 Yaourt nature	33
3. Indice TBARS : marqueur de l'oxydation secondaire	35
3.1 Yaourt nature	35
3.2 Huile d'olive	35
4. Cohérence interne et synthèse.....	36
4.1 Relation inverse DPPH / TBARS	36
4.2 Matrices de corrélation	36
Conclusion Générale	38
Annexe.....	39-42
Références bibliographie.....	43-48

PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE

Introduction Générale

Les produits laitiers, notamment le yaourt, et les corps gras tels que l'huile d'olive constituent des aliments de grande importance nutritionnelle, mais leur qualité peut évoluer au cours du stockage sous l'effet de phénomènes physico-chimiques, en particulier l'oxydation et les variations d'acidité (Iriondo-DeHond et al., 2020 ; Buniowska-Olejniak et al., 2025). Dans le yaourt, ces changements peuvent affecter l'équilibre acido-basique, l'activité antioxydante et certains constituants sensibles, ce qui justifie un suivi analytique régulier pendant la conservation (Cho et al., 2020 ; Pascariu et al., 2025). De même, l'huile d'olive voit sa stabilité dépendre fortement de sa composition en composés phénoliques et des conditions de stockage, qui influencent directement sa résistance à l'oxydation (Mancebo-Campos et al., 2022 ; Frontiers in Nutrition, 2024).

La problématique de cette étude réside dans la nécessité de mieux comprendre la cinétique de dégradation du yaourt et de l'huile d'olive durant le stockage, afin d'identifier les changements susceptibles d'altérer leur qualité finale et leur stabilité oxydative (Buniowska-Olejniak et al., 2025 ; Mancebo-Campos et al., 2022). Le suivi du pH, de l'activité antioxydante par DPPH et des TBARS constitue ainsi une approche pertinente pour évaluer l'évolution de la qualité de ces produits et mettre en évidence les effets du temps de conservation (Iriondo-DeHond et al., 2020 ; Cho et al., 2020).

L'objectif principal de ce travail est donc d'évaluer la stabilité physico-chimique et la réactivité antioxydante d'échantillons de yaourt et d'huile d'olive sur une période de 21 jours, à travers un suivi régulier de paramètres représentatifs de leur qualité (Pascariu et al., 2025 ; Mancebo-Campos et al., 2022). Cette démarche permettra de mieux comprendre le comportement de ces matrices alimentaires au cours du stockage et d'apprécier l'impact des conditions de conservation sur leurs propriétés finales (Frontiers in Nutrition, 2024 ; Cho et al., 2020).

L'étude se divise en deux parties complémentaires. La première partie, à caractère théorique, comprend deux chapitres : le premier présente les propriétés physico-chimiques du yaourt et de l'huile d'olive, tandis que le second traite des mécanismes d'oxydation et des méthodes de caractérisation de la stabilité alimentaire (Frontiers in Nutrition, 2024 ; Mancebo-Campos et al., 2022). La seconde partie, consacrée à l'étude expérimentale, décrit les matériels et méthodes utilisés, puis présente les résultats obtenus et leur interprétation avant de formuler les conclusions et recommandations scientifiques liées à cette recherche (Iriondo-DeHond et al., 2020 ; Pascariu et al., 2025).

Chapitre I. Les matrices étudiées : composition, valeur nutritionnelle et contexte

I.1 L'huile d'olive

I.1.1 Définition et catégories

Selon le Codex Alimentarius (CXS 33-1981, révisé en 2024), l'huile d'olive est un corps gras obtenu exclusivement à partir du fruit de l'olivier (*Olea europaea* L.) par des procédés mécaniques ou physiques dans des conditions thermiques normales, sans recours à des solvants ni à des méthodes chimiques. La classification distingue quatre catégories : vierge extra, vierge, vierge courante et huile de grignons. La catégorie vierge extra constitue la qualité supérieure : acidité libre $\leq 0,8$ % (en acide oléique), indice de peroxyde ≤ 20 méq O₂/kg et absence de défaut sensoriel (Codex Alimentarius, 1981).

I.1.2 Composition physico-chimique

L'huile d'olive est constituée à 98–99 % de triglycérides. Sa fraction saponifiable est dominée par l'acide oléique (C18:1, AGMI), représentant 60 à 83 % des acides gras totaux selon le cultivar (Ghanbari et al., 2012). Cette prédominance confère une résistance à l'oxydation supérieure aux huiles riches en AGP. La fraction insaponifiable (1–2 %) renferme polyphénols (50–1 000 mg/kg), tocophérols (100–579 mg/kg), squalène et phytostérols (Gharby, 2025).

Tableau 1. Composition en acides gras de l'huile d'olive vierge extra. Source : Ghanbari et al. (2012) ; Codex Alimentarius CXS 33-1981.

Acide gras	Classification	Teneur (%)
Acide oléique (C18:1)	AGMI	60 – 83
Acide palmitique (C16:0)	AGS	7 – 14
Acide linéoléique (C18:2)	AGP n-6	3 – 14
Acide stéarique (C18:0)	AGS	1 – 4
Acide α -linéolénique (C18:3)	AGP n-3	< 1

I.1.3 Les cultivars algériens

La variété Chemlal, dominante (environ 60 % du verger national), est riche en sécoiridoides (60–90 % des polyphénols), conférant une haute résistance à l'oxydation (Abdi et al., 2021).

La Sigoise (Mascara) se distingue par une teneur élevée en pigments. La composition varie selon le cultivar, la région et le procédé d'extraction (Benrachou et al., 2011 ; Allel et al., 2023).

Tableau 2. Principales variétés d'huile d'olive algériennes. Source : Abdi et al. (2021) ; Allel et al. (2023)

Variété	Région	Particularités
Chemlal	Grande Kabylie	Sécoiridoïdes 60–90 % des polyphénols ; haute stabilité
Sigoise	Mascara	Riche en pigments ; polyphénols plus faibles
Limli	Bejaïa	Profil équilibré ; qualité organoleptique appréciée
Blanquette de Guelma	Est algérien	Composition variable selon maturité
Azeradj	Sétif, Bouira	Teneur élevée en tocophérols

I.1.4 Valeur nutritionnelle et propriétés santé

L'huile d'olive vierge extra est un aliment fonctionnel majeur du régime méditerranéen. L'acide oléique réduit le cholestérol LDL sans diminuer le HDL et améliore la fonction endothéliale (Lu et al., 2024 ; Martini et al., 2025). Les polyphénols (hydroxytyrosol, oléocanthal) exercent des effets anti-inflammatoires en inhibant les voies COX-2 et NF-κB. L'EFSA a validé l'allégation de santé relative à la protection des lipides sanguins contre l'oxydation.

I.2 Le yaourt nature

I.2.1 Définition et fabrication

Le yaourt est un produit laitier fermenté obtenu par l'action de cultures symbiotiques de *Streptococcus thermophilus* et de *Lactobacillus delbrueckii* subsp. *bulgaricus*, qui doivent demeurer vivantes et actives dans le produit fini jusqu'à la date de durabilité (Codex Alimentarius, CXS 243-2003). La fermentation (≈ 43 °C) convertit le lactose en acide lactique, abaisse le pH jusqu'à 4,5–4,6 et provoque la gélification des protéines lactières.

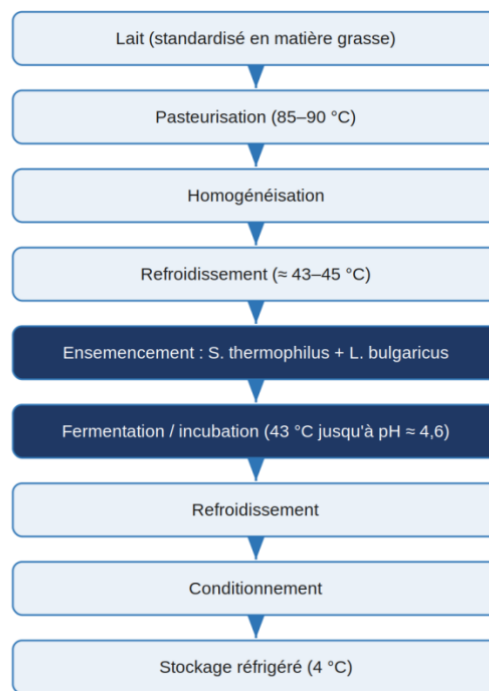


Figure 1. Diagramme de fabrication du yaourt nature. Adapté du Codex Alimentarius (2003).

I.2.2 Composition physico-chimique

Le lait contient environ 87 % d'eau, 3–4 % de matière grasse, 3–3,5 % de protéines, 4,7 % de lactose et des minéraux. Les caséines (≈80 % des protéines) forment le réseau de gel lors de la fermentation. La matière grasse laitière, composée à 70 % d'AGS et 30 % d'insaturés, constitue le principal substrat de l'oxydation lipidique dans le yaourt (Fardet & Rock, 2018).

I.2.3 Antioxydants naturels du yaourt

Le yaourt possède une capacité antioxydante intrinsèque issue de trois sources : les caséines chélatent les ions métalliques pro-oxydants ; la protéolyse fermentaire libère des peptides bioactifs piègeurs de radicaux ; les vitamines A et E de la matière grasse protègent contre l'oxydation (Fardet & Rock, 2018 ; Ogunyemi et al., 2021).

Tableau 3. Principaux antioxydants naturels des deux matrices. Sources : Ghanbari et al. (2012) ; Fardet & Rock (2018) ; Ogunyemi et al. (2021)

Antioxydant	Source	Rôle
Hydroxytyrosol, oléuropeïne	Huile d'olive	Piégeages radicaux ; inhibition COX-2 et NF-κB
α-Tocophérol	Huile d'olive + MG laitière	Rupture chaînes radicalaires
Squalène	Huile d'olive	Quencher d'oxygène singulet
Caséines / peptides	Yaourt	Chélation ions métalliques ; piégeage radicalaire
Protéines lactosérum	Yaourt	Piégeages radicaux via acides aminés réactifs
Vitamines A et E	MG laitière	Antioxydants liposolubles

I.2.4 Valeur nutritionnelle et propriétés santé

Le yaourt fournit des protéines de haute valeur biologique, du calcium biodisponible (120–150 mg/100 g), des vitamines du groupe B. Sa consommation est associée à une meilleure santé osseuse, une modulation du microbiote intestinal et une réduction du risque de diabète de type 2 (Hadjimbei et al., 2022). Ces bénéfices sont conditionnés au maintien de la viabilité des ferments ($\geq 10^7$ UFC/g) jusqu'à la DLC.

Tableau 4. Composition nutritionnelle du yaourt nature entier (pour 100 g). Source : Hadjimbei et al. (2022) ; Codex CXS 243-2003

Nutriment	Teneur pour 100 g
Énergie	60 – 80 kcal
Protéines	3,5 – 4,5 g
Lipides (MG laitière)	$\geq 3,0$ g
Glucides (lactose résiduel)	4,0 – 5,0 g
Calcium	120 – 150 mg
Riboflavine (B2)	0,15 – 0,20 mg
Ferments viables	$\geq 10^7$ UFC/g à la DLC

I.3 Contexte de production en Algérie

L’Algérie est le premier producteur laitier d’Afrique du Nord, avec plus de 5 milliards de litres par an dont environ 35 % transformés. Le verger oléicole dépasse 400 000 hectares et produit 60 000 à 90 000 tonnes d’huile par an (COI, 2024 ; Baziz & Naït Ouabbas, 2022).

Tableau 5. Données de production oléicole et laitière en Algérie. Sources : FAO (2023) ; COI (2024)

Indicateur	Valeur	Unité	Source
Production laitière nationale	≥ 5 milliards	L/an	FAO (2023)
Part produits transformés	≈ 35 %	Du total	FAO (2023)
Superficie oléicole	$> 400\,000$	Hectares	COI (2024)
Production huile d’olive	60 000 – 90 000	Tonnes/an	COI (2024)

Chapitre II. Mécanismes d'altération et stabilité au cours de la conservation

II.1 Voies de dégradation — vue générale

Les aliments se dégradent selon quatre voies principales : microbiologique, chimique (oxydation, hydrolyse), enzymatique et physique. Dans les matrices lipidiques, l'oxydation procède selon trois mécanismes : auto-oxydation, photo-oxydation et oxydation enzymatique (Abeyrathne et al., 2021 ; Domínguez et al., 2019).

II.2 Oxydation des lipides : mécanismes et facteurs

II.2.1 Auto-oxydation

L'auto-oxydation est une réaction radicalaire en chaîne en trois phases : initiation (formation de $R\bullet$ par arrachement d'H en position allylique), propagation ($R\bullet + O_2 \rightarrow ROO\bullet \rightarrow ROOH +$ nouveau $R\bullet$) et terminaison (recombinaison radicalaire). Les hydroperoxydes ($ROOH$), produits primaires instables, se décomposent en aldéhydes, cétones et MDA responsables du rancissement (Frankel, 2012 ; Wang et al., 2023).

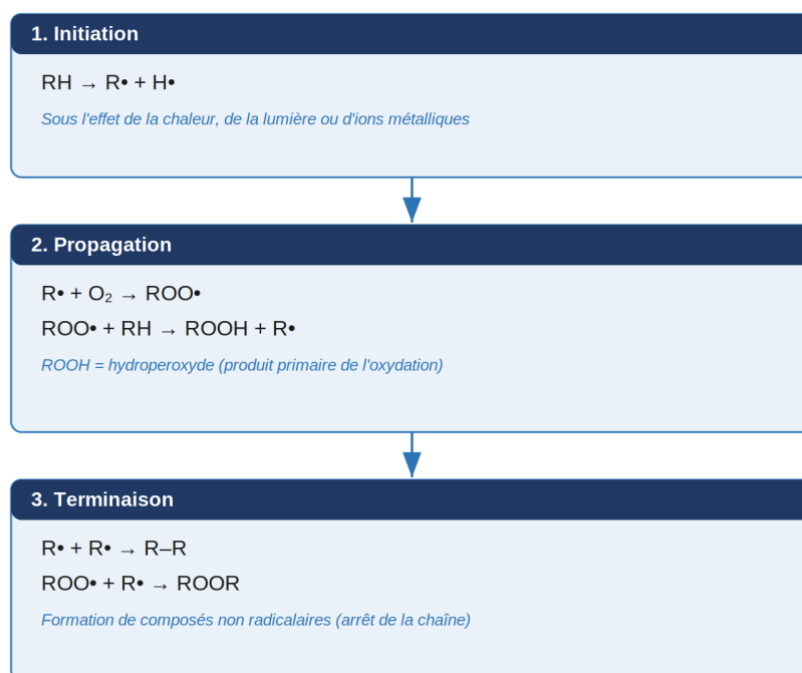


Figure 2. Mécanisme radicalaire de l'auto-oxydation des lipides. Adapté de Frankel (2012) et Wang et al. (2023).

II.2.2 Photo-oxydation

La photo-oxydation est initiée par la lumière en présence de photosensibilisateurs (chlorophylle dans l'huile, riboflavine dans le yaourt), générant de l'oxygène singulet ($^1\text{O}_2$) qui attaque directement les doubles liaisons. La cinétique est nettement plus rapide qu'en auto-oxydation.

II.2.3 Oxydation enzymatique

Les lipoxygénases catalysent l'insertion régiosélective de l'oxygène sur les AGP. Bien que moins déterminante dans l'huile d'olive et le yaourt, elle peut initier l'oxydation lors de la transformation (Domínguez et al., 2019).

Tableau 6. Comparaison des trois mécanismes d'oxydation des lipides. Sources : Frankel (2012) ; Domínguez et al. (2019).

Mécanisme	Initiateur	Produits	Spécificité
Auto-oxydation	Chaleur, ions Fe/Cu, radicaux	ROOH $\rightarrow$ aldéhydes, cétones, MDA	Accélérée par T° et O_2
Photo-oxydation	Lumière + photosensibilisateur	ROOH spécifiques	Indépendante de T° ; très rapide
Oxydation enzymatique	Lipoxygénases	ROOH régiosélectifs	Substrat : AGP uniquement

II.2.4 Facteurs influençant la stabilité oxydative

L'oxydation est gouvernée par des facteurs intrinsèques (degré d'insaturation, ions métalliques, antioxydants naturels) et extrinsèques (température, lumière, oxygène, emballage). Pour un écart de 10°C , la vitesse d'oxydation peut doubler à quadrupler ($Q_{10} = 2-4$) (Wang et al., 2023).

Tableau 7. Facteurs influençant la stabilité oxydative. Source : Wang et al. (2023) ; Gharby (2025).

Facteur	Type	Effet
Degré d'insaturation (AGP > AGMI)	Intrinsèque	Susceptibilité proportionnelle au nb. de doubles liaisons
Ions Fe ²⁺ , Cu ²⁺	Intrinsèque	Catalyse radicalaire (réactions de Fenton)
Polyphénols, tocophérols	Intrinsèque	Inhibition pendant la période d'induction
Température élevée	Extrinsèque	Accélère toutes les réactions (Q10 = 2–4)
Lumière	Extrinsèque	Initie la photo-oxydation
Emballage non opaque	Extrinsèque	Favorise photo-oxydation et autoxydation

II.3 Altération spécifique de l'huile d'olive

L'huile d'olive se dégrade principalement par auto-oxydation et hydrolyse des triglycérides libérant des AGL. Les polyphénols et l' α -tocophérol établissent une période d'induction ; une fois épuisés, l'oxydation s'emballe (Gharby, 2025 ; Crupi et al., 2025).

II.4 Altération spécifique du yaourt

II.4.1 Post-acidification et pH

Le yaourt demeure biologiquement actif après fabrication. La poursuite de la production d'acide lactique par les ferments résiduels (post-acidification) abaisse progressivement le pH, accentue la synérèse et modifie la texture (Citta et al., 2017 ; Ben Tekaya & Hassouna, 2005).

II.4.2 Oxydation lipidique et protéique

L'oxydation lipidique génère des composés volatils responsables de défauts de flaveur. L'oxydation des protéines, médiatisée par les radicaux libres, altère la structure du gel et la valeur nutritionnelle (Citta et al., 2017 ; Geng et al., 2023). Les ferments jouent un double rôle : pro-oxydant (H₂O₂) et antioxydant (peptides bioactifs) (Fardet & Rock, 2018).

II.5 Cinétique de dégradation et prédiction de la durée de vie

L'évolution de la qualité obéit à des cinétiques d'ordre 0 ou 1. La vitesse de dégradation augmente avec la température selon la loi d'Arrhenius : $k = k_0 \cdot \exp(-E_a/RT)$. Le Q10 simplifie cette relation pour un écart de 10 °C (Steele, 2007).

Tableau 8. Cinétique de dégradation : modèles et applications. Source : Steele (2007).

Modèle	Formule	Applications
Ordre 0	$Q(t) = Q_0 - k \cdot t$	Perte de vitamines, décoloration
Ordre 1	$\ln[Q(t)] = \ln(Q_0) - k \cdot t$	Oxydation lipidique, croissance microbienne
Arrhenius	$k = k_0 \cdot \exp(-E_a/RT)$	Prédiction à température variable
Q10	$(k_2/k_1)^{(10/(T_2-T_1))}$	Accélération pour $\pm 10^\circ\text{C}$

Chapitre III. Méthodes d'évaluation de la stabilité oxydative et cadre normatif

III.1 Classification des méthodes

L'évaluation de la stabilité oxydative fait appel à trois catégories : mesure directe des produits d'oxydation (indice de peroxyde, K232/K270, TBARS) ; tests de stabilité accélérée (Rancimat/OSI) ; méthodes de capacité antioxydante (DPPH, ABTS, FRAP, ORAC). Ces approches sont complémentaires (Abeyrathne et al., 2021 ; Wojdylo et al., 2022).

Tableau 9. Comparaison des méthodes d'évaluation. Sources : Abeyrathne et al. (2021) ; Wojdylo et al. (2022).

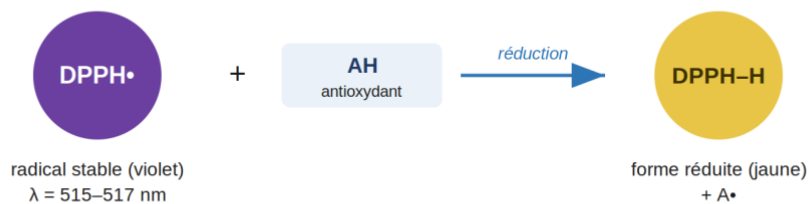
Méthode	Principe	Avantages	Limites
DPPH	Décoloration DPPH• à 517 nm	Rapide, peu coûteux	Sensible lumière ; mécanisme atypique
TBARS	TBA-MDA à 532 nm	Applicable huile + yaourt	Semi-spécifique sans standard
Indice peroxyde	Titration hydroperoxydes	Référence normative	Oxydation primaire seulement
K232/K270	Spectrophotométrie UV	Normalisé (Codex)	Corps gras uniquement
pH	Potentiométrie	Simple, rapide	Indicateur indirect

III.2 Méthodes directes

L'indice de peroxyde quantifie les hydroperoxydes (produits primaires) ; limité à ≤ 20 méq O₂/kg pour l'HOVE (Codex CXS 33-1981). Les coefficients K232 et K270 mesurent respectivement les diènes et triènes conjugués. L'indice TBARS quantifie le MDA à 532 nm (Botsoglou et al., 1994).

III.3 Test DPPH — principe

Le radical DPPH• (violet, $\lambda = 515$ nm) est réduit par les antioxydants en sa forme non radicalaire (jaune). La décoloration est proportionnelle au pouvoir antiradicalaire. $\% I = [(A_0 - A_{\text{éché}}) / A_0] \times 100$ (Brand-Williams et al., 1995).



La décoloration est proportionnelle au pouvoir antiradicalaire de l'échantillon

Figure 3. Principe du test DPPH. Adapté de Brand-Williams et al. (1995).

III.4 Le pH comme indicateur indirect

Dans les produits fermentés, le pH reflète la post-acidification. Dans l'huile d'olive, la référence normative est l'acidité libre par titrage (Codex CXS 33-1981) ; le pH de la phase aqueuse extraite sert d'indicateur comparatif de l'hydrolyse (Benrachou et al., 2011).

III.5 Cadre normatif

III.5.1 Normes internationales — Huile d'olive

Tableau 10. Critères de qualité des huiles d'olive. Source : Codex CXS 33-1981 (rév. 2024) ; COI (2024).

Catégorie	Acidité libre (%)	IP (még O ₂ /kg)	K270	ΔK
Vierge extra	≤ 0,8	≤ 20	≤ 0,22	≤ 0,01
Vierge	≤ 2,0	≤ 20	≤ 0,25	≤ 0,01
Vierge courante	≤ 3,3	≤ 20	≤ 0,30	—
Lampante	> 3,3	Libre	—	—

III.5.2 Normes internationales — Yaourt

Le Codex CXS 243-2003 (amendé 2024) impose pour le yaourt entier : MG laitière ≥ 3,0 % (m/m), MSLNG ≥ 8,2 %, acidité lactique libre ≥ 0,8 g/100 g, ferments viables ≥ 10⁷ UFC/g jusqu'à la DLC, coliformes fécaux absents dans 1 g, Salmonelles absentes dans 25 g.

III.5.3 Cadre algérien

L'IANOR (décret n° 98-69 du 21 février 1998) élabore les normes nationales, dont la NA 1166 pour les huiles d'olive. Pour le yaourt, l'arrêté du 7 octobre 1998 (JORA n° 86) constitue le texte de référence, complété par le JORA n° 06/2021. La loi n° 09-03 du 25 février 2009 (modifiée en 2018) constitue le cadre législatif général. Le décret n° 17-140 du 11 avril 2017 impose la mise en œuvre du système HACCP.

Tableau 11. Synthèse des principaux textes réglementaires applicables aux matrices étudiées.

Niveau	Texte	Objet
International	Codex CXS 33-1981 (rév. 2024)	Critères huile d'olive
International	Codex CXS 243-2003 (amend. 2024)	Laits fermentés
International	COI (2024)	Norme commerciale huile d'olive
International	ISO 22000 :2018	Sécurité alimentaire (SMSDA)
National	Loi n° 09-03 (2009, modif. 2018)	Protection consommateur
National	Décret n° 17-140 (2017)	Hygiène ; obligation HACCP
National	JORA n° 86 (1998) + JORA n° 06 (2021)	Spécifications yaourt
National	NA 1166 (IANOR)	Huiles d'olive algériennes

PARTIE EXPÉRIMENTALE

Chapitre IV. Matériels et méthodes

1. Vue d'ensemble du protocole expérimental

La stratégie analytique adoptée repose sur le suivi de trois indicateurs physico-chimiques complémentaires — pH, DPPH et TBARS — appliqués à deux matrices alimentaires sur 21 jours. L'architecture générale du protocole est représentée dans la Figure 4.

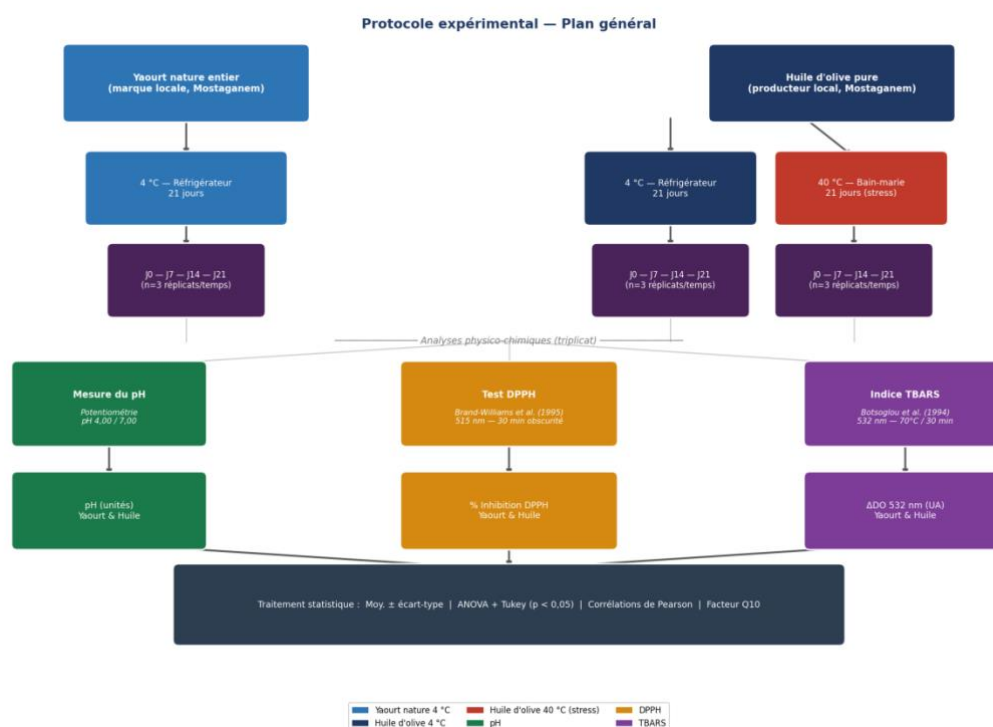


Figure 4. Diagramme général du protocole expérimental : matrices, conditions de conservation, fréquence de prélèvement, méthodes d'analyse et traitement des données.

2. Site d'échantillonnage et présentation des matrices

Les échantillons ont été collectés dans la ville de Mostaganem (nord-ouest de l'Algérie). L'huile d'olive pure, acquise auprès d'un producteur local identifié, a été conservée en flacons de verre ambré fermés hermétiquement à 4 °C (conditions optimales) et à 40 °C (stress thermique, test de vieillissement accéléré). Le yaourt nature entier de marque commerciale locale a été conservé à 4 °C conformément aux exigences réglementaires (JORA n° 86, 1998).

3. Plan expérimental et échantillonnage

Le suivi a été conduit sur 21 jours avec des prélèvements à J0, J7, J14 et J21. Pour l'huile d'olive, six échantillons indépendants ont été utilisés (trois par condition), analysés en triplicat. Pour le yaourt, quatre pots distincts ont été affectés (un par temps de suivi), également en triplicat.

Tableau 12. Récapitulatif du plan expérimental. Adapté de Botsoglou et al. (1994) ; Brand-Williams et al. (1995).

Matrice	Condition	Nb. éch.	Points de mesure	Répliques
Huile d'olive	4 °C — conservation optimale	3	J0, J7, J14, J21	Triplicat (n = 3)
Huile d'olive	40 °C — stress thermique	3	J0, J7, J14, J21	Triplicat (n = 3)
Yaourt nature	4 °C — réfrigération	4	J0, J7, J14, J21	Triplicat (n = 3)

4. Matériel et réactifs

4.1 Équipements

Spectrophotomètre UV-Vis (cuves 1 cm), pH-mètre à électrode combinée, centrifugeuse (jusqu'à 6 000 rpm), bain-marie thermostaté (± 1 °C), vortex, micropipettes étalonnées (100–1 000 μ L), balance analytique (précision 0,001 g), tubes Eppendorf (1,5 et 2 mL), cuves spectrophotométriques en polystyrène.

4.2 Réactifs et solvants

TBA 0,6 % (m/v) dans eau distillée (préparé extemporanément, protégé de la lumière) ; TCA 25 % (m/v) ; DPPH 0,1 mM dans méthanol (extemporane, à l'abri de la lumière) ; acétate d'éthyle et méthanol grade analytique ; eau distillée et ultrapure ; solutions tampons pH 4,00 et 7,00.

5. Protocoles analytiques

5.1 Mesure du pH

Calibration bi-point (pH 4,00 et 7,00) avant chaque séance. Pour le yaourt, l'électrode a été introduite directement dans 20 g de produit homogénéisé à température ambiante (20 °C $\pm$ 2 °C) ; lecture après stabilisation (≤ 2 min). Pour l'huile, 2,5 g d'huile ont été agités dans 10 mL

d'eau distillée chaude (50–60 °C) pendant 2 min, puis décantés ; l'électrode a été introduite dans la phase aqueuse inférieure. Cette mesure est un indicateur indirect non normalisé, utilisé à des fins comparatives (Benrachou et al., 2011).

5.2 Test DPPH — Activité antiradicalaire

Méthode de Brand-Williams et al. (1995) en cuve spectrophotométrique. Pour l'huile : 0,25 g extraits dans 2,5 mL d'acétate d'éthyle (vortex 2 min, centrifugation si nécessaire) ; 50 µL d'extrait + 950 µL de DPPH 0,1 mM ; incubation 30 min à l'obscurité ; lecture à 515 nm. Pour le yaourt : 1 g extrait dans 5 mL de méthanol (5 000 rpm, 10 min) ; même protocole de réaction. $\% I = [(A_0 - A_{\text{éch}}) / A_0] \times 100$.

Tableau 13. Paramètres comparatifs du protocole DPPH. Méthode : Brand-Williams et al. (1995).

Paramètre	Huile d'olive	Yaourt	Unité
Masse d'échantillon	0,25	1,00	g
Solvant d'extraction	Acétate d'éthyle	Méthanol	(2,5 mL / 5 mL)
Volume d'extrait (cuve)	50	50	µL
Volume DPPH 0,1 mM	950	950	µL
Rapport extrait : DPPH	1 : 19	1 : 19	—
Incubation	30 min, obscurité	30 min, obscurité	—
Longueur d'onde	515 nm	515 nm	nm

5.3 Indice TBARS — Oxydation lipidique secondaire

Méthode de Botsoglou et al. (1994). Pour l'huile : 0,5 g + 2,5 mL eau chaude + 1 mL TCA 25 % ; centrifugation (3 000–5 000 g, 15 min) ; 1 mL surnageant + 1 mL TBA 0,6 % ; bain-marie 70 °C / 30 min ; lecture à 532 nm. Pour le yaourt : 0,3 g + 1 mL eau + 250 µL TCA 25 % ; centrifugation (6 000 rpm, 15 min) ; 350 µL surnageant + 150 µL TBA 0,6 % ; même protocole thermique. Résultats exprimés en ΔDO 532 nm (UA).

Les résultats TBARS sont exprimés en absorbance relative (ΔDO 532 nm, UA) en l'absence de standard MDA/TEP. Cette approche semi-quantitative est valide pour la comparaison cinétique intra-étude (Botsoglou et al., 1994 ; Papastergiadis et al., 2012).

6. Précautions analytiques et contrôle qualité

Toutes les solutions DPPH et les extraits ont été protégés de la lumière. Le TBA et le DPPH ont été préparés extemporanément. Chaque mesure a été réalisée en triplicat analytique par le même opérateur sur le même spectrophotomètre. Un blanc réactif soumis au même traitement thermique a été systématiquement inclus. La calibration bi-point du pH-mètre a été réalisée avant chaque séance (Abeyrathne et al., 2021).

7. Traitement statistique

Les résultats sont exprimés en moyenne $\pm$ écart-type ($n = 3$). Les évolutions temporelles ont été évaluées par ANOVA à un facteur ($p < 0,05$) suivie d'un test de Tukey. La cinétique a été modélisée par régression linéaire (ordre 0) ou exponentielle (ordre 1). Les corrélations de Pearson ont été calculées entre les trois indicateurs pour chaque matrice et condition. Le facteur Q10 a été estimé selon : $Q10 = (k_{40}/k_4)^{10/36}$, où k_4 et k_{40} sont les pentes de régression aux deux températures (Steele, 2007).

Résultats et Discussion

Le présent chapitre expose les résultats obtenus pour les trois indicateurs de stabilité — pH, capacité antioxydante (DPPH) et indice TBARS — sur les deux matrices étudiées, au cours de 21 jours de conservation. Pour chaque indicateur, les tendances observées sont d’abord décrites et discutées en référence à la littérature, puis illustrées graphiquement.

1. Évolution du pH

1.1 Yaourt nature

Le pH du yaourt nature conservé à 4 °C diminue progressivement de 5,37 à J0 à 4,72 à J21, soit une baisse totale de 0,65 unité pH sur 21 jours. Ce phénomène traduit la post-acidification : la production d’acide lactique par les ferments résiduels se poursuit durant le stockage réfrigéré. La valeur initiale (5,37) est supérieure à la plage 4,4–4,6 décrite en sortie de fermentation (Citta et al., 2017 ; Ben Tekaya & Hassouna, 2005). La cinétique est rapide entre J0 et J7 (–0,58 unité pH) puis se stabilise entre J7 et J21 (–0,07 unité pH), cohérent avec l’inhibition des ferments par leur propre acidité (Benzineb et al., 2023).

1.2 Huile d’olive

Pour l’huile d’olive, la diminution du pH de la phase aqueuse extraite est modérée à 4 °C (–0,35 unité pH sur 21 jours), et 4,6 fois plus importante à 40 °C (–1,60 unité pH). Ce gradient thermique reflète l’accélération de l’hydrolyse des triglycérides libérant des AGL, conformément à la loi d’Arrhenius (Crupi et al., 2025). À ce rythme de dégradation, le produit conservé à 40 °C serait susceptible de dépasser la limite réglementaire d’acidité libre ($\leq 0,8$ % en acide oléique, Codex CXS 33-1981).

Le pH de la phase aqueuse extraite est un indicateur indirect et non normalisé pour l’huile d’olive, utilisé à des fins de comparaison cinétique intra-étude uniquement (Benrachou et al., 2011).

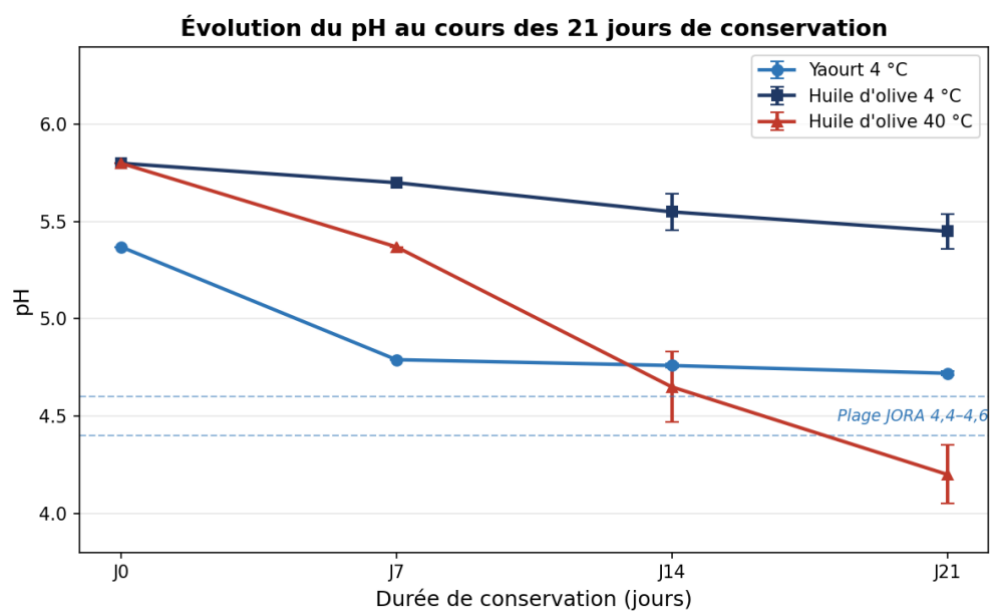


Figure 5. Évolution du pH du yaourt nature (4 °C), de l'huile d'olive à 4 °C et à 40 °C au cours de 21 jours ($n = 3$, moy. $\pm$ écart-type). Tirets : plage normative JORA 4,4-4,6 pour le yaourt.

2. Capacité antioxydante : test DPPH

2.1 Huile d'olive

La capacité antioxydante initiale de l'huile (à J0 : 37,00 % d'inhibition) décroît de manière monotone et continue dans les deux conditions : -19,0 points de % à 4 °C (valeur finale 18,00 %) et -35,0 points de % à 40 °C (valeur finale 2,00 %). La valeur résiduelle quasi-nulle à J21 à 40 °C signale l'épuisement des réserves en polyphénols et tocophérols, exposant le produit à une auto-oxydation non inhibée (Gharby, 2025). Crupi et al. (2025) rapportent des pertes de 15–35 % sur 12 mois à température ambiante ; des pertes équivalentes sont ici atteintes en 21 jours seulement à 40 °C.

2.2 Yaourt nature

Le yaourt présente un profil non monotone : augmentation de J0 à J14 (+6,87 points de %) attribuée à la libération de peptides bioactifs antiradicalaires par la protéolyse fermentaire résiduelle (Cho et al., 2020 ; Fardet & Rock, 2018) ; chute brutale à J21 (-38,10 % par rapport à J0, valeur finale 29,00 %). La valeur initiale (46,85 %) est compatible avec l'intervalle 30–60 % rapporté pour les yaourts entiers (Fardet & Rock, 2018 ; Ogunyemi et al., 2021).

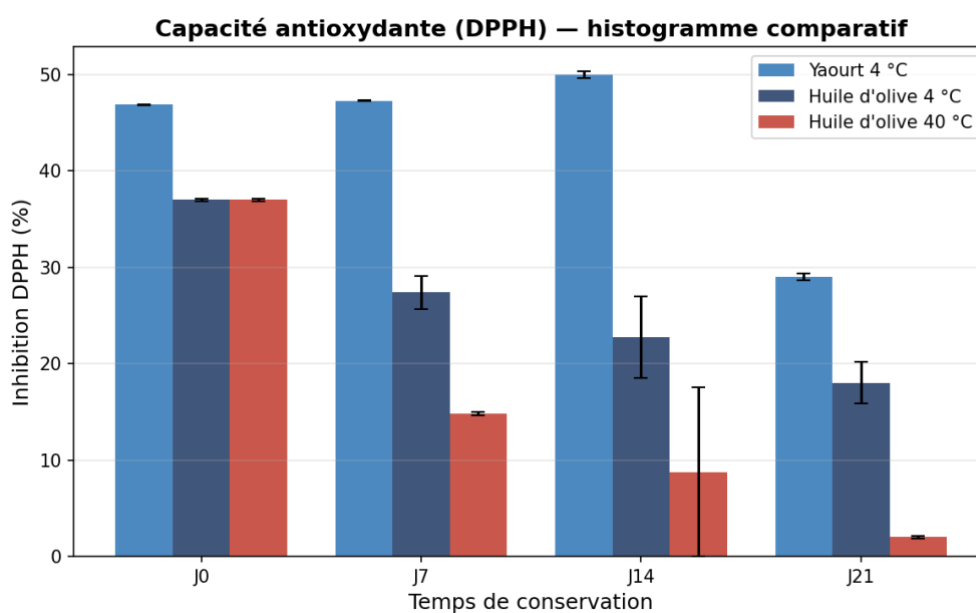


Figure 6. Histogramme comparatif de l'inhibition DPPH (%) aux quatre temps de mesure pour les trois conditions de conservation ($n = 3$, moy. $\pm$ écart-type).

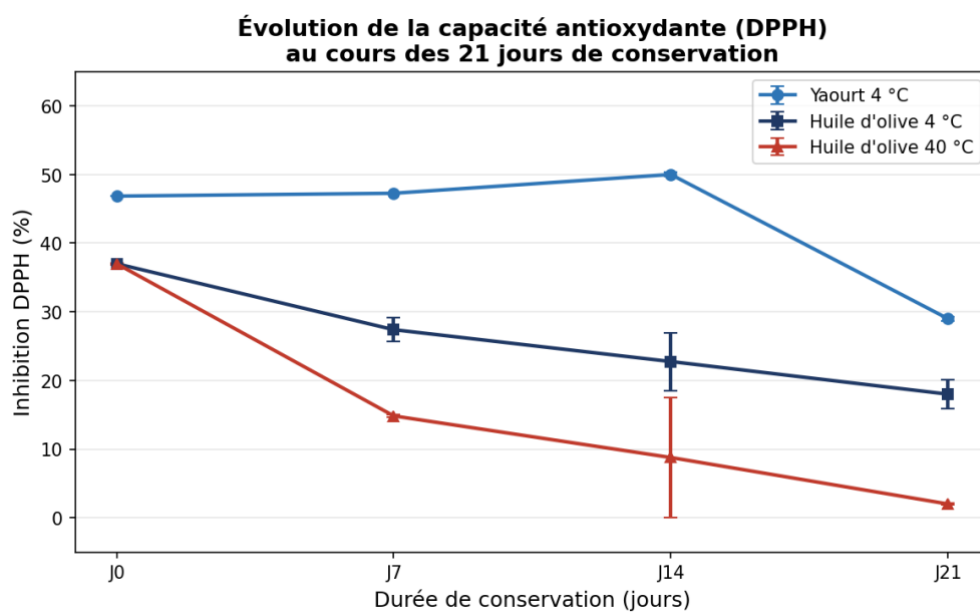


Figure 7. Évolution temporelle de la capacité antiradicalaire DPPH pour les trois conditions de conservation ($n = 3$, moy. $\pm$ écart-type).

3. Indice TBARS : marqueur de l'oxydation secondaire

3.1 Yaourt nature

L'indice TBARS du yaourt augmente progressivement de 0,0108 UA à J0 à 0,0162 UA à J21 (+50,0 %). Cette accumulation de malondialdéhyde traduit la progression de la peroxydation lipidique secondaire, concordante avec les données de Citta et al. (2017) (hausse de MDA de 20–50 %). La quasi-stabilité entre J0 et J7 (+1,85 %) suggère une période d'induction durant laquelle les défenses antioxydantes limitent encore l'accumulation des produits d'oxydation (Botsoglou et al., 1994).

3.2 Huile d'olive

L'évolution de l'indice TBARS de l'huile met en évidence une divergence saisissante entre les deux conditions : progression linéaire et modérée à 4 °C (+217 %, de 0,030 à 0,095 UA) et cinétique exponentielle à 40 °C (+1 167 %, de 0,030 à 0,380 UA). L'inflexion nette à partir de J7 à 40 °C coïncide avec l'épuisement des antioxydants observé par le DPPH : une fois les tocophérols et polyphénols épuisés, la décomposition des hydroperoxydes en MDA s'emballe (Wang et al., 2023 ; Gharby, 2025).

Résultats TBARS exprimés en absorbance relative (ΔDO 532 nm, UA) ; approche semi-quantitative valide pour la comparaison cinétique intra-étude (Papastergiadis et al., 2012).

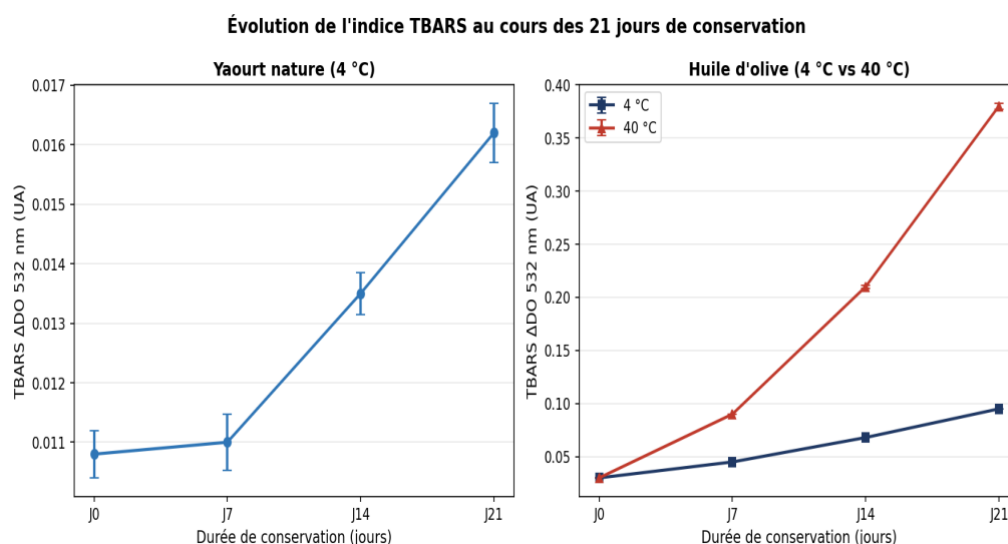


Figure 8. Évolution de l'indice TBARS (ΔDO 532 nm, UA). Panneau gauche : yaourt à 4 °C (échelle fine). Panneau droit : huile d'olive à 4 °C et 40 °C — divergence exponentielle à 40 °C à partir de J7.

4. Cohérence interne et synthèse

4.1 Relation inverse DPPH / TBARS

L'analyse croisée des indicateurs DPPH et TBARS révèle la relation inverse attendue : à mesure que les antioxydants naturels s'épuisent (DPPH décroissant), les produits secondaires d'oxydation s'accumulent (TBARS croissant). Le coefficient $r = -0,923$ entre DPPH et TBARS à 40 °C confirme ce couplage fort. Le croisement des deux courbes entre J7 et J14 délimite le point de basculement cinétique : au-delà, les antioxydants sont trop épuisés pour contenir la propagation radicalaire (Frankel, 2012 ; Abeyrathne et al., 2021).

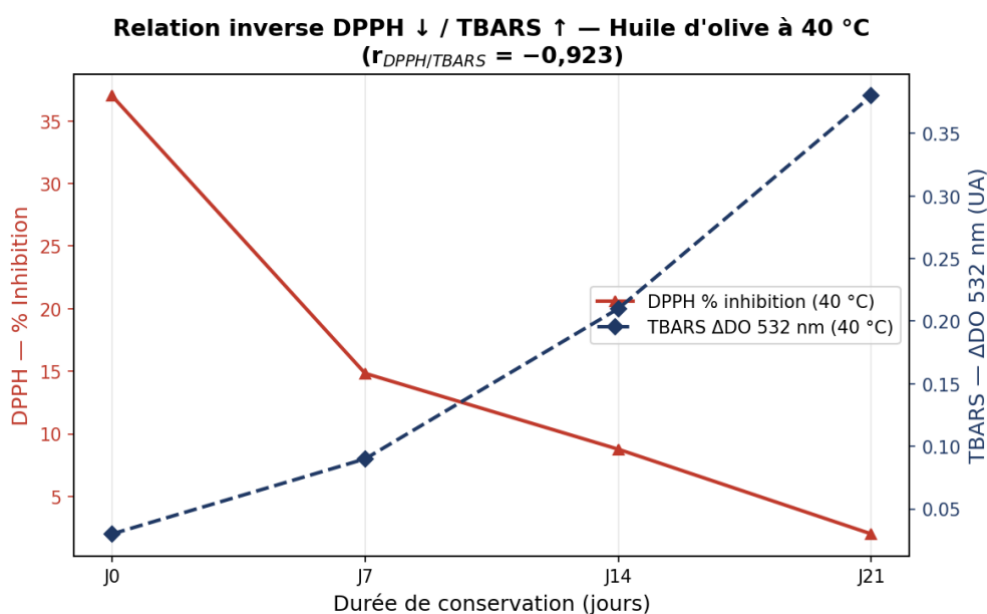


Figure 9. Relation inverse DPPH/TBARS↑ pour l'huile d'olive à 40 °C (double axe Y, $r = -0,923$). Le croisement entre J7 et J14 marque le point de basculement cinétique.

4.2 Matrices de corrélation

La Figure 10 synthétise les corrélations de Pearson entre les trois indicateurs. Pour l'huile à 40 °C (panneau droit), les corrélations sont quasi-parfaites ($r = -0,995$ entre pH et TBARS ; $r = -0,923$ entre DPPH et TBARS), signe d'un couplage fort. Pour le yaourt (panneau gauche), les corrélations sont faibles en raison du profil non monotone du DPPH (Cho et al., 2020 ; Fardet & Rock, 2018). Ces résultats valident la cohérence interne des mesures et la pertinence de l'approche pH–DPPH–TBARS (Abeyrathne et al., 2021 ; Citta et al., 2017).

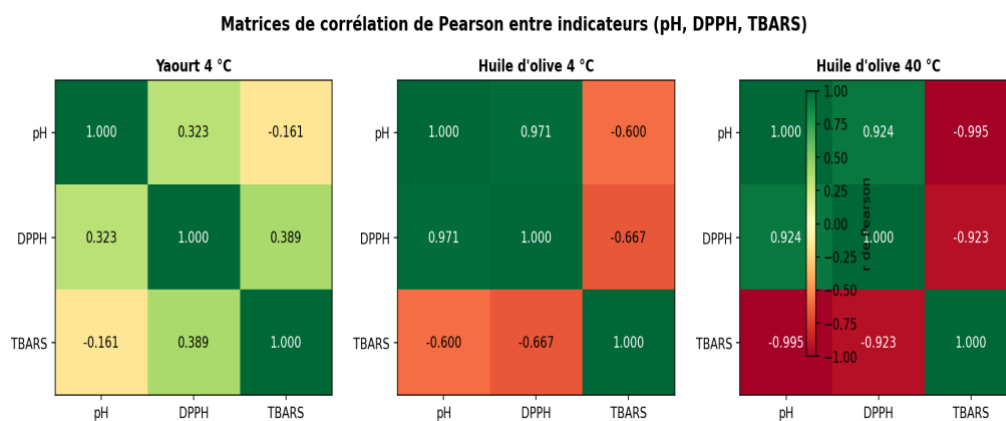


Figure 10. Matrices de corrélation de Pearson entre pH, DPPH et TBARS. Vert : corrélation positive forte ; rouge : corrélation négative forte.

Conclusion Générale

Ce travail avait pour objectif de suivre la stabilité physico-chimique et la capacité antioxydante du yaourt nature et de l'huile d'olive sur 21 jours de conservation, au moyen de trois indicateurs spectrophotométriques accessibles : pH, DPPH et TBARS.

Pour le yaourt nature conservé à 4 °C, le suivi du pH a mis en évidence une post-acidification progressive (diminution de 0,65 unité pH entre J0 et J21), cinétique cohérente avec les données de Citta et al. (2017) et Ben Tekaya & Hassouna (2005). La capacité antioxydante (DPPH) a présenté un profil non monotone attribué à la double dynamique pro- et antioxydante des ferments lactiques résiduels (Cho et al., 2020 ; Fardet & Rock, 2018). L'indice TBARS a progressé de +50 %, confirmant l'avancement de la peroxydation lipidique secondaire.

Pour l'huile d'olive, la comparaison des conditions 4 °C et 40 °C met en évidence l'effet accélérateur majeur de la température : chute de la capacité antioxydante de 37,00 à 2,00 % d'inhibition à 40 °C, accumulation exponentielle de produits d'oxydation (TBARS +1 167 % à 40 °C vs +217 % à 4 °C). Ces résultats sont cohérents avec Crupi et al. (2025) et Gharby (2025).

La cohérence interne des mesures, confirmée par les coefficients de corrélation de Pearson ($r = -0,995$ entre pH et TBARS et $r = -0,923$ entre DPPH et TBARS pour l'huile à 40 °C), valide l'approche méthodologique retenue. Les limites principales sont : le caractère semi-quantitatif du TBARS en l'absence de standard MDA/TEP (Papastergiadis et al., 2012) ; le faible nombre de points temporels ($n = 4$) ; et le recours au pH de la phase aqueuse extraite comme approximation de l'acidité de l'huile.

En perspective, l'ajout de méthodes complémentaires (indice de peroxyde, K232/K270, dénombrement des ferments) renforcerait la portée des conclusions. Néanmoins, les résultats obtenus démontrent que le triplet pH–DPPH–TBARS constitue un outil de suivi comparatif efficace et accessible pour évaluer la cinétique de dégradation des matrices alimentaires en conditions de routine de laboratoire.

Annex

Annexe A 1. L'échantillon utilisé.

Milieu	Photo
L'huile d'Olive 4 c °	
L'huile d'Olive 40 c °	
Yaourt nature 4 c °	

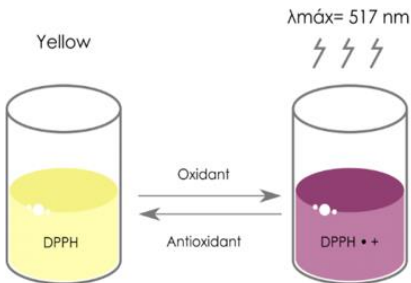
Annexe A 2. Les appareils utilisés

Nom	Photo (originale)
Les micropipettes (100µl - 1000µl)	
Spectrophotomètre	
Etuve	
Balance de précision (KERN Ew)	

pH-mètre	
Vortex	

Réactifs et solvants

TBA 0,6 % (m/v) dans eau distillée (préparé extemporanément, protégé de la lumière) ; TCA 25 % (m/v) ; DPPH 0,1 mM dans méthanol (extemporane, à l'abri de la lumière) ; acétate d'éthyle et méthanol grade analytique ; eau distillée et ultrapure ; solutions tampons pH 4,00 et 7,00.

DPPH	
--------------------	--

TBRAS



Références bibliographiques

- Abdi, N., Mokrani, S., Nezamoddini, L., Merabti, Z., Dif, M. M., Rebiai, A., & Allem, R. (2021). Changes in secoiridoids content and chemical characteristics of cultivated and wild Algerian olive oil in term of fruit maturation. *PLOS ONE*, 16(11), e0260182.
- Abeyrathne, E. D. N. S., Nam, K., & Ahn, D. U. (2021). Analytical methods for lipid oxidation and antioxidant capacity in food systems. *Antioxidants*, 10(10), 1587.
- Allel, D. (2023). Qualité physico-chimique et bactériologique de l'huile d'olive [Mémoire de master, Université de Guelma].
- Arrêté interministériel du 7 octobre 1998 relatif aux spécifications techniques des yaourts. *Journal officiel de la République algérienne démocratique et populaire*, n° 86, 18 novembre 1998.
- Arrêté interministériel du 25 juin 2020 portant règlement technique relatif aux spécifications des types de lait fermenté. *Journal officiel de la République algérienne démocratique et populaire*, n° 06, 24 janvier 2021.
- Averbuch, N. C., Silva, L. T., Cavalcante, L. S., Machado, I. C. K., dos Santos, S. O., Nogueira, J. L., Scheid, C., Merib, J., & Garavaglia, J. (2023). Evolution of the quality and sensory characteristics of extra virgin olive oil as affected by phenolic content during long-time storage at room temperature. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 103(12), 5812–5824.
- Barden, L., & Decker, E. A. (2016). Lipid oxidation in low-moisture food: A review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 56(15), 2467–2482.
- Baziz, L., & Naït Ouabbas, D. (2022). État des lieux sur le marché algérien de deux produits laitiers. *Agrobiologia*, 12(1).
- Benrachou, N., Henchiri, C., & Djeghaba, Z. (2011). Caractérisation de trois huiles d'olive issues de trois cultivars de l'Est algérien. *Synthèse*, 17(1), 15–26.

- Benzineb, Z., Bekada, A. M. A., Dahou, A. A., Ait Saada, D., Tabet Aoul, F., Bekada, M. A., & Arab, R. (2025). Production and quality evaluation of a natural yoghurt enriched with phenolic extracts of *Curcuma longa*. *Asian Journal of Dairy and Food Research*, 44(1), 33–41.
- Botsoglou, N. A., Fletouris, D. J., Papageorgiou, G. E., Vassilopoulos, V. N., Mantis, A. J., & Trakatellis, A. G. (1994). Rapid, sensitive, and specific thiobarbituric acid method for measuring lipid peroxidation. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 42(9), 1931–1937.
- Brand-Williams, W., Cuvelier, M. E., & Berset, C. (1995). Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *LWT – Food Science and Technology*, 28(1), 25–30.
- Brzezińska, R., Górka, A., Gotowicka, K., Bryś, J., Ostrowska-Ligęza, E., & Wirkowska-Wojdyla, M. (2020). Quality assessment of avocado pulp oils during storage. *Proceedings*, 70(1), 14.
- Cho, W.-Y., Hwa, S.-H., Yang, F., & Lee, C.-H. (2020). Quality characteristics and antioxidant activity of yogurt containing raw omija and sugared omija during storage. *Journal of Food Quality*, 2020, 1274591.
- Citta, A., Folda, A., Scalcon, V., Scutari, G., Bindoli, A., Bellamio, M., Feller, E., & Rigobello, M. P. (2017). Oxidative changes in lipids, proteins, and antioxidants in yogurt during the shelf life. *Food Science & Nutrition*, 5(6), 1079–1087.
- Codex Alimentarius. (2024). Standard for olive oils and olive-pomace oils (CXS 33-1981, rev. 2024). FAO/OMS.
- Codex Alimentarius. (2024). Standard for fermented milks (CXS 243-2003). FAO/WHO.
- Crupi, P., Clodoveo, M. L., Desantis, A., Zupo, R., & Corbo, F. (2025). Effect of long-term storage temperature on the quality of extra-virgin olive oil (Coratina cv.). *Antioxidants*, 14(11), 1379.

Décret exécutif n° 13-378 du 9 novembre 2013. Journal officiel de la République algérienne démocratique et populaire.

Décret exécutif n° 14-366 du 15 décembre 2014. Journal officiel de la République algérienne démocratique et populaire.

Décret exécutif n° 17-140 du 11 avril 2017. Journal officiel de la République algérienne démocratique et populaire, n° 24.

Domínguez, R., Pateiro, M., Gagaoua, M., Barba, F. J., Zhang, W., & Lorenzo, J. M. (2019). A comprehensive review on lipid oxidation in meat and meat products. *Antioxidants*, 8(10), 429.

FAO/OMS. (2020). Principes généraux d'hygiène alimentaire (CXC 1-1969, rev. 2020). Codex Alimentarius.

Fardet, A., & Rock, E. (2018). In vitro and in vivo antioxidant potential of milks, yoghurts, fermented milks and cheeses. *Nutrition Research Reviews*, 31(1), 52–70.

Fki, I., Allouche, N., & Sayadi, S. (2005). The use of polyphenolic extract from olive mill-waste water for the stabilization of refined oils. *Food Chemistry*, 93(2), 197–204.

Frankel, E. N. (2012). *Lipid oxidation* (2e éd.). Woodhead Publishing.

Geng, L., Liu, K., & Zhang, H. (2023). Lipid oxidation in foods and its implications on proteins. *Frontiers in Nutrition*, 10, 1192199.

Ghanbari, R., Anwar, F., Alkharfy, K. M., Gilani, A. H., & Saari, N. (2012). Valuable nutrients and functional bioactives in different parts of olive. *International Journal of Molecular Sciences*, 13(3), 3291–3340.

Gharby, S. (2025). Vegetable oil oxidation: Mechanisms, impacts on quality, and approaches to enhance shelf life. *Food Chemistry: X*, 28, 102541.

Hadjimbei, E., Botsaris, G., & Chrysostomou, S. (2022). Beneficial effects of yoghurts and probiotic fermented milks. *Foods*, 11(17), 2691.

Hassouna, M., & Ben M'Rad, M. (2005). Étude de la conservation des yaourts : influence des conditions de stockage sur la qualité physico-chimique et microbiologique. *Sciences des aliments*, 25, 321–334.
https://bibliotheque.ensv.dz/index.php?lvl=notice_display&id=14528&utm_source=perplexity

IANOR. (2024). Plus de 11 000 normes développées en Algérie. www.ianor.dz

International Olive Council. (2024). Trade standard applying to olive oils and olive-pomace oils (COI/T.15/NC No 3/Rev.20/2024).

Iriondo-DeHond, M., Blázquez-Duff, J. M., Del Castillo, M. D., & Miguel, E. (2020). Nutritional quality, sensory analysis and shelf life stability of yogurts containing inulin-type fructans and winery byproducts for sustainable health. *Foods*, 9(9), 1199.

ISO. (2015). ISO 9001:2015 — Systèmes de management de la qualité.

ISO. (2018). ISO 22000:2018 — Systèmes de management de la sécurité des denrées alimentaires.

Khoo, H. E., Azlan, A., Tang, S. T., & Lim, S. M. (2025). Comparative study on antioxidant capacity of diverse food matrices. *Antioxidants*, 14(3), 317.

Koprivnjak, O., et al. (2020). Storage of olive oil: A review of the effect of storage conditions on the quality of virgin olive oil. *Food Science and Technology International*, 26(8), 695–706.

Kumar, S., & Pandey, A. K. (2013). Chemistry and biological activities of flavonoids: An overview. *The Scientific World Journal*, 2013, 162750.

Loi n° 09-03 du 25 février 2009 relative à la protection du consommateur. Journal officiel de la République algérienne démocratique et populaire, n° 15.

Loi n° 18-09 du 10 juin 2018 modifiant la loi n° 09-03. Journal officiel de la République algérienne démocratique et populaire.

Lozano-Castellón, J., et al. (2022). Extra virgin olive oil: A comprehensive review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 21(3), 2617–2649.

Lu, Y., Zhao, J., Xin, Q., et al. (2024). Protective effects of oleic acid and polyphenols in extra virgin olive oil on cardiovascular diseases. *Food Science and Human Wellness*, 13(2), 529–540.

Mahmoud, M. A., et al. (2023). Mechanisms of degradation of sensory and nutritional properties in food. *International Journal of Food Science & Technology*, 58(11), 5890–5905.

Marmouzi, I., et al. (2024). Thermal degradation kinetics and antioxidant potential of cold-pressed oils: A focus on Mediterranean cultivars. *Journal of Food Engineering*, 375, 112015.

Martini, N., et al. (2025). Exploring the cardiovascular benefits of extra virgin olive oil. *Nutrients*, 17(5), 878.

Ogunyemi, O., et al. (2019). Antioxidant properties of milk and dairy products. *Lipids in Health and Disease*, 18(1), 41.

Papastergiadis, A., Mubiru, E., Van Langenhove, H., & De Meulenaer, B. (2012). Malondialdehyde measurement in oxidized foods. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 60(38), 9589–9594.

- Pascariu, O.-E., Estevinho, L. M., Seixas, N. L., Dopcea, I., Boiu-Sicuia, O. A., Geicu-Cristea, M., & Israel-Roming, F. (2025). Antioxidant properties and microbiological stability of yogurt enriched with elderberry extract. *Foods*, 14(7), 1251.
- Pisoschi, A. M., & Negulescu, G. P. (2011). Methods for total antioxidant activity determination: A review. *Biochemistry & Analytical Biochemistry*, 1(1), 106.
- Salsano, J. E., Digiacomo, M., Cuffaro, D., Bertini, S., & Macchia, M. (2022). Content variations in oleocanthalic acid and other phenolic compounds in extra-virgin olive oil during storage. *Foods*, 11(9), 1354.
- Santos-Silva, J., Bessa, R. J. B., & Santos-Silva, F. (2002). Effect of genotype, feeding system and slaughter weight on the quality of light lambs. *Livestock Production Science*, 77(2-3), 187–194.
- Steele, R. (Ed.). (2007). *Understanding and measuring the shelf-life of food*. Woodhead Publishing.
- Ullah, R., Nadeem, M., Khalique, A., Imran, M., Mahmood, S., Javid, A., & Hussain, I. (2017). Nutritional and quality attributes of dairy products during storage: A review. *Lipids in Health and Disease*, 16(1), 1–12.
- Wang, D., Xiao, H., Lyu, X., Chen, H., & Wei, F. (2023). Lipid oxidation in food science and nutritional health. *Oil Crop Science*, 8(1), 35–44.
- Wojdylo, A., et al. (2022). Evaluation of the antioxidant capacity of food products. *Processes*, 10(10), 2031.
- Xiao, F., Xu, T., Lu, B., & Liu, R. (2020). Guidelines for antioxidant assays for food components. *Food Frontiers*, 1(1), 60–69.
- Zhang, L., et al. (2026). Revolutionizing fresh food quality control in supply chains with machine learning: Current advances and future challenges. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 25(1), e70360.