

*République Algérienne Démocratique et Populaire*  
*Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique*  
Université A. MIRA - Bejaia

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie  
Département des Sciences Alimentaires  
Spécialité Qualité des Produits et Sécurité Alimentaire



Mémoire de Fin de Cycle  
En vue de l'obtention du diplôme

**MASTER**

*Thème*

**Etude des effets de l'activité antioxydante d'huile  
d'olive macérée aux figes sèches**

Présenté par :

**BENNACER Radia & BOUCHARA Kenza**

Soutenu le : **30 Juin 2019**

Devant le jury composé de :

M<sup>me</sup>. TAFININE Z.

MCA

Présidente

M<sup>me</sup>. MADDI née SOUFI O.

MCB

Promotrice

M<sup>me</sup>. OUCHEMOUKHE N.

MCA

Examinatrice

## *Remerciements*

*Avant tout, nous tenons à remercier Dieu le tout puissant qui nous a donné la santé, la volonté, la patience et nous a guidé à réaliser ce modeste travail.*

*Au terme de ce modeste travail, nous tenons à exprimer nos vifs remerciements :*

*A notre promotrice Mme MADDI née SOUFI. Pour avoir toujours eu confiance en nous et pour son soutien, sa simplicité, sa collaboration, sa disponibilité ainsi à ses précieux conseils et pour nous avoir donné les moyens et l'assistance nécessaire tout le long de notre mémoire sans lesquels ce travail n'aurait pas vu le jour, qu'elle trouve ici l'expression de notre gratitude.*

*Nous remercions Mme TAFINNINE Z. d'avoir accepté de présider notre jury et qui a pris le temps de lire et de corriger ce mémoire. C'est un honneur pour nous de vous avoir dans notre jury.*

*Nous adressons également notre gratitude à Mme OUCHEMOUKHE N. qui nous a fait l'immense honneur d'accepter d'être examinatrice de ce modeste travail.*

*Un grand merci à Mme AKSAS A et au doctorant Mr ZEGHBIB W. pour leur aide précieuse.  
Nous leur en seront éternellement reconnaissant.*

*Nous exprimons nos reconnaissances à tous les enseignants du département sciences alimentaires pour avoir fortement contribué à enrichir nos connaissances.*

*Enfin, nos remerciement à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail, notamment l'ingénieur du laboratoire Mme SAADI-AHMED L.*

*Merci*

## *Dédicace*

*Je dédie ce travail,  
A mes chers parents,*

*A mon cher père :  
Je retrouve dans ce simple travail la force que tu m'as transmise et récoltes  
aujourd'hui le fruit du gain que tu as semé hier.*

*A ma très chère mère :  
A toi qui m'avais suivi et aidé tout au long de mes études avec ton amour et ta  
généreuse tendresse qui m'illuminent la vie.  
Toi qui seras et resteras pour moi symbole de courage, de sincérité et d'amour.  
Retrouves en ce modeste travail un des fruits de ton dévouement avec l'espoir  
de te satisfaire encore plus que  
Dieu te protège et te garde pour nous.*

*A mes très chères et adorables frères et sœurs :  
Omar Yamina Sonia et Nour.*

*A mes petits neveux Abd eldjilil Abd elillah et Miral.*

*A ma collègue Kenza et mon très chère ami Nabil pour son précieux aide.*

*A tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce modeste  
travail.*

*Que dieu vous protège tous.*

**RADIA**



*Je dédie ce mémoire*

*Aux êtres les plus chers : Mes parents,*

*A mon père,*

*Mon plus haut exemple et mon modèle de persévérance pour aller  
Toujours de l'avant et ne jamais baisser les bras. Pour son  
Enseignement continu à m'inculquer les vraies valeurs de la vie et  
Pour ses précieux conseils.*

*J'espère que ce mémoire sera à la hauteur de tes attentes et qu'elle  
Soit l'accomplissement de tous tes efforts.*

*A ma mère,*

*Pour son affection, sa patience, sa compréhension, sa  
Disponibilité, son écoute permanente et son soutien sans égal dans  
Les moments les plus difficiles de ma vie.*

*Là où je suis arrivée aujourd'hui c'est à vous mes chers  
Parents que je le dois, que Dieu vous garde.*

*A mes chers frères : Hadi et Islem.*

*A mes sœurs : Amina et Nadjet.*

*A ma collègue Radia et à tous mes amies.*

*kenza*



## Liste des abréviations

**A** : Acidité.

**Abs** : Absorbance.

**AlCl**: Chlorure d'aluminium.

**ANOVA** : Analysis of one variance (analyse d'une seul variance).

**C.E.E** : Communauté économique européenne.

**COI** : Conseil Oléicole International.

**Fcg** : Figue coupée en grands morceaux.

**Fcp** : Figue coupée en petits morceaux.

**H** : Humidité.

**Ip**: Indice de peroxyde.

**ITAFV** : Institut Technique de l'Arboriculture Fruitière et de la Vigne.

**MH** : Muller-Hinton.

**pH** : Potentiel d'hydrogène.

**ppm** : Partie par million.

**r** : Coefficient de corrélation.

**rpm** : Rotation par minute.

**UE** : Union européen.

**V** : Echantillon.

**V/V**: Volume/volume.

## Liste des figures

N°	Titre	Page
<b>1</b>	Representation schématique de l'olive	3
<b>2</b>	Structure chimique du squalène	6
<b>3</b>	Principaux composés phénoliques de l'huile d'olive	7
<b>4</b>	Structure chimique des tocophérols	9
<b>5</b>	Structure chimique du $\beta$ - carotène et lutéine	9
<b>6</b>	mécanisme d'action des antioxydants préventifs	10
<b>7</b>	mécanisme d'action des antioxydants secondaires	11
<b>8</b>	Coupe transversale d'une figue	12
<b>9</b>	Echantillons d'huile d'olive utilisées	14
<b>10</b>	Variété de figue sèche utilisée	14
<b>11</b>	Teneur en chlorophylles des huiles d'olive étudiées	24
<b>12</b>	Teneur en caroténoïdes des huiles d'olive étudiées	24
<b>13</b>	Teneur en polyphénols totaux des variétés étudiées	25
<b>14</b>	Teneur en flavonoïdes des variétés étudiées	26
<b>15</b>	Teneur en flavonols des variétés étudiées.	27
<b>16</b>	Teneur en <i>ortho diphénols</i> des variétés étudiées	27
<b>17</b>	Pouvoir réducteur des variétés étudiées	28
<b>18</b>	activité anti-radicalaire des variétés de l'huile d'olive étudiées	29
<b>19</b>	Pouvoir chélateur du fer des variétés de l'huile d'olives	30

## Liste des tableaux

N°	Titre	Page
<b>I</b>	Les souches microbiennes testées	20
<b>II</b>	analyses physico-chimiques des huiles d'olives étudiées	22
<b>III</b>	Résultats de l'activité antimicrobienne des échantillons	31



## SOMMAIRE

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

**Introduction** ..... 1

### Synthèse bibliographique

I. Définition de l'olive ..... 3

I.1. Epicarpe ..... 3

I.2. Mésocarpe ..... 3

I.3. Endocarpe... ..... 3

II. Définition de l'huile d'olive ..... 3

III. La production mondiale d'huile d'olive ..... 4

IV. Composition chimique de l'huile d'olive ..... 4

IV.1. Fraction saponifiable ..... 4

IV.1.1. Acides gras ..... 4

IV.1.2. Glycérides ..... 5

IV.2. Fraction insaponifiable ..... 5

IV.2.1. Stérols ..... 5

IV.2.2. Composés phénoliques ..... 5

IV.2.3. Tocophérols ..... 5

IV.2.4. Hydrocarbures ..... 6

IV.2.5. Pigments ..... 6

IV.2.6. Composés aromatiques ..... 6

V. Antioxydants de l'huile d'olive ..... 7

V.1. Composés phénoliques ..... 8

V.1.2 Tocophérols (vitamine E) ..... 8

V.1.3. Caroténoïdes ..... 9

V.1.4. Squalène ..... 10

V.2. Mécanisme d'action des antioxydants de l'huile d'olive ..... 10

VI. Propriétés thérapeutiques ..... 11



VII. Conservation et stockage de l'huile d'olive.....	11
VIII. Mélange huile d'olive-figues sèches .....	12
VIII.1.Figue.....	12
VIII.2. Macération.....	13

## **Matériel et méthodes**

I. Matériel Végétal .....	14
II. Caractéristiques physico-chimiques des huiles .....	14
II.1. Taux d'humidité des huiles .....	14
II.2. Acidité .....	15
II. 3. Indice de peroxyde.....	15
II.4. Absorbance dans l'UV .....	16
III. Dosage des pigments .....	17
IV. Composés phénoliques.....	17
IV.1. Préparation des extraits .....	17
IV.2. Dosage des composés phénoliques .....	17
IV.3. Dosage des flavonoïdes.....	18
IV.4. Dosage des flavonols .....	18
IV.5. Dosage des <i>Ortho</i> -diphénols.....	18
V. Activité anti-oxydante .....	18
V.1. Pouvoir réducteur .....	18
V.2. Activité anti radicalaire .....	19
V.3. Pouvoir chélateur du fer .....	19
VI. Activité antimicrobienne.....	19
VI.1. Les souches microbiennes.....	20
VI.2. Préparation du milieu de culture .....	20
VI.3. Préparation de l'inoculum .....	20
VI.4. Diffusion en puits.....	20
VII. Etude statistique.....	21

## **Résultats et discussion**

I. Analyses physico-chimiques .....	22
I.1. Humidité .....	22

I.2. Acidité.....	23
I.3. Indice de peroxyde.....	23
I.4. Absorbance dans l'UV.....	23
II. Dosage des pigments.....	23
II.1. Chlorophylles.....	23
II.2. Caroténoïdes.....	24
III. Composés phénoliques.....	25
III. 1. Composés phénoliques totaux.....	25
III.2. Flavonoïdes.....	26
III. 3. Flavonols.....	26
III.4. <i>Ortho</i> -diphénols.....	27
IV. Activité anti-oxydante.....	28
IV.1. Pouvoir réducteur.....	28
IV.2. Activité anti radicalaire.....	29
IV.3. Pouvoir chélateur du fer.....	29
V. Corrélation entre les teneurs en antioxydants et l'activité antioxydante.....	30
VI. Activité antimicrobienne.....	31
<b>Conclusion</b> .....	32
Références bibliographiques.....	34
Annexes	
Résumé	



# INTRODUCTION

### Introduction

L'huile d'olive est une huile aux qualités nutritionnelles reconnues. Parmi les propriétés saines de l'huile d'olive, la capacité d'abstenir les maladies qui peuvent être liées aux dégâts oxydatifs comme les inflammations, les insuffisances coronariennes et plusieurs types de cancers ; bien que ce soit la seule huile végétale qui peut être consommée dans son état brut (**Abdallah et al.,2018**).

L'huile d'olive est constituée, de divers composés phénoliques ayant des structures différentes, tels que les alcools phénoliques, les lignanes, les flavonoïdes et les sécoiridoïdes. Ces composés sont parmi les antioxydants les plus importants présents dans l'huile d'olive vierge, mais leur concentration n'est pas constante, elle varie en fonction de plusieurs facteurs, comme la variété, les conditions environnemental et agronomiques de la zone de culture et l'état de maturité du fruit (**Bajoub et al.,2015**).

L'oxydation des huiles modifie leurs propriétés organoleptiques (couleur, odeur et goût), leur durée de conservation et leur qualité nutritionnelle (**Iqbal et Bhanger, 2007**). Le rôle protecteur de l'huile d'olive est liée à sa composition spécifique comprenant une proportion élevée en acides gras mono-insaturés (acide oléique 65 à 80%), une présence équilibrée en acides gras polyinsaturés et des composants mineurs tels que les antioxydants (composés phénoliques, tocophérols et caroténoïdes) jouant le rôle de capteurs des radicaux libres (**Jacotot 1996 ; Baiano et al.,2009**).

La figue est un fruit nutritif, doté de propriétés thérapeutiques. Elle est riche en sucres, fibres, sels minéraux, composés phénoliques à propriétés antioxydantes et molécules volatiles responsables de son agréable arôme caractéristique (**Slatnar et al.,2011**). Le séchage de la figue lui confère une bonne capacité antioxydante (**Pellegrini et al.,2006**). Des études antécédentes on été menée sur la macération de l'huile d'olive avec des figes sèches, elles ont démontré l'intérêt nutritionnel de tel mélange (**Alileche, et al.,2015; debib et al.,2018**). Toutefois ce nombre d'étude est limité, d'où s'inscrit l'objet de ce présent travail qui est de déterminer les teneurs en divers antioxydants (polyphénols, flavonoïdes, orthodiphénols...) ainsi que l'activité biologique des extraits d'huile d'olive issues de deux variétés différentes de la région de Bejaia, cette étude est complétée par la détermination des effets de la macération de ces huiles avec des figes sèches (coupées en grands et petits morceaux) sur l'activité biologique.

Le document est organisé en deux parties : une première qui inclut la synthèse bibliographique et résume des généralités sur l'huile d'olive et la figue sèche. Tandis que la

deuxième partie est consacrée à la partie expérimentale qui présente le matériel et les méthodes utilisées pour : la préparation de la macération, détermination des caractéristiques physico-chimiques, des teneurs en composés phénoliques (composés phénoliques totaux, flavonoïdes, flavonols, ortho-diphénols) et en pigments (caroténoïdes et chlorophylles), et estimer ainsi l'activité biologique des extraits d'huiles d'olives analysées. Dans cette partie, les différents résultats obtenus sont présentés et interprétés.

# Synthèse

# BIBLIOGRAPHIQUE

### I. Définition de l'olive

L'olive est le fruit de l'olivier, arbre fruitier de la famille des oléacées. Sur le plan botanique, l'olive est une drupe à peau lisse (épicarpe), à enveloppe charnue (mésocarpe) riche en matière grasse, renfermant un noyau (endocarpe) (figure 1) (Garrido *et al.*,1997).

#### I.1. Epicarpe

C'est la couche externe de l'olive qui représente 1 à 3% du poids du fruit, sa couleur varie du vert en début de maturation au vert jaunâtre, rose, rose violacé, violé et noir a pleine maturité, ces variations de couleur sont liées a la composition en pigments dans l'olive (Bianchi, 2003).

#### I.2. Mésocarpe

Il représente la partie comestible de l'olive (70 à 80% du poids du fruit) et renferme divers constituants : eau, lipides, protéines, sucre, minéraux, etc.

#### I.3. Endocarpe

Il représente 18 à 22% du poids du fruit. Chaque variété d'olive est caractérisée par la taille du noyau, son poids, sa forme et son degré de détachement de la pulpe. Ces paramètres déterminent la qualité du produit fini (Bianchi, 2003 ; Rodriguez *et al.*,2008).

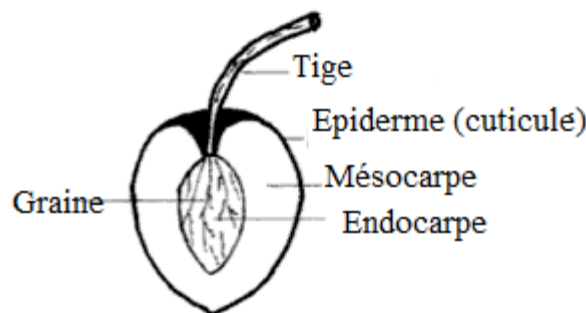


Figure 1 : Représentation schématique de l'olive (Garrido *et al.*,1997).

### II. Définition de l'huile d'olive

L'huile d'olive est l'huile provenant uniquement du fruit de l'olivier (*Olea europaea L.*), à l'exclusion des huiles obtenues par solvant ou par des procédés de réestérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature (COI, 2003).



### III. Production mondiale de l'huile d'olive

La production mondiale d'huile d'olive de la campagne 2017/2018 était estimée à 2,8 millions de tonnes, dont 1,89 million de tonnes sont produits par les pays de l'Union européenne, ce qui représente 70 % de la production mondiale d'huile d'olive.

La production d'huile d'olive est concentrée autour du bassin méditerranéen. Selon l'organisation des nations unies pour l'alimentation et l'agriculture, l'Espagne, l'Italie et la Grèce sont les principaux pays européens producteurs d'huile d'olive. Ces pays produisent 97% de la production totale de l'U.E. et 75% de la production mondiale d'huile d'olive.

L'Algérie fait partie des pays du pourtour méditerranéen dont le climat est le plus favorable à la culture de l'olivier. Elle se positionne après l'Espagne, l'Italie, la Grèce et la Tunisie qui sont, par ordre d'importance, les principaux producteurs au monde d'huile d'olive.

Les principaux pays producteurs sont également les pays consommateurs. En effet, les pays du pourtour méditerranéen représentent 77% de la consommation mondiale. Les autres pays consommateurs sont les Etats-Unis, le Canada, l'Australie et le Japon (Anonyme 1, 2018)

### IV. Composition chimique de l'huile d'olive

L'huile d'olive vierge est constituée de plusieurs composés. La composition de l'huile d'olive varie selon la variété, les conditions climatiques et l'origine géographique (Kiritsakis, 1993 ; Angerosa *et al.*,2004). Ces composés peuvent être classés en deux groupes :

- Les substances saponifiables (triglycérides et acides gras) (de 98 à 99% de l'huile) ;
- Les substances insaponifiables (2 à 4% de l'huile).

#### IV.1 Fraction saponifiable

##### IV.1.1. Acides gras

La composition en acides gras de l'huile d'olive joue un rôle important dans sa qualité nutritionnelle. Parmi les huiles végétales, l'huile d'olive est réputée pour l'abondance de l'acide oléique qui est un acide gras mono-insaturé (Perrin, 1992). L'huile d'olive vierge se compose en moyenne de 72% d'acides gras mono insaturés, de 14% d'acides gras polyinsaturés et de 14% d'acides gras saturés (Jacotot, 1997).

La composition en acide gras est très variable, elle dépend de la variété d'olive, la région de production, l'année de la récolte (conditions environnementales) et du degré de maturation des olives au moment de la récolte (**Ryan *et al.*,1998**).

### IV.1.2. Glycérides

Ce sont des esters d'acides gras et du glycérol. L'huile d'olive est constituée de 98 à 99% de triglycérides, de 1 à 2% de diglycérides et de 0,1 à 0,25% de monoglycérides (**Cimato, 1990; Ryan *et al.*,1998**). Les principaux triglycérides de l'huile d'olive sont : la trioléine « OOO » (40 à 60 %), la dioléopalmitine « POO » (10 à 20 %), la dioléolinoléine « OOL » (10 à 20 %), la palmitooléolinoléine « POL » (5 à 7 %) et la dioléostéarine « SOO » (3 à 7 %) (**Ryan *et al.*,1998; Boskou *et al.*,2006**).

### IV.2. Fraction insaponifiable

La fraction insaponifiable joue un rôle important dans la qualité de l'huile d'olive, elle est constituée d'un mélange complexe de composés, et représente 0,5 à 1,5 % de l'huile d'olive vierge (**Ryan *et al.*,1998**).

#### IV.2.1. Stérols

Ils représentent environ 15 % de la fraction insaponifiable. La quantité totale de stérols varie selon la variété d'olive et leur degré de maturité (**Haddam *et al.*,2014**). Selon **Uzzan, (1992)**, les principaux stérols dans l'huile d'olive sont le  $\beta$ -sitosterol ; le  $\Delta$ -5 avenasterol ; le campesterol ; le stigmasterol et le cholestérol (annexe I, tableau II)

#### IV.2.2. Composés phénoliques

L'huile d'olive contient des composés phénoliques simples et complexes qui améliorent sa stabilité et lui confèrent des propriétés antioxydantes et modulent sa saveur (**Fedeli, 1977**). Les composés phénoliques contribuent fortement au goût piquant, à l'astringence et à l'amertume des huiles (**Brenes *et al.*,2000**).

#### IV.2.3. Tocophérols

La teneur totale en tocophérols dans les huiles d'olive est très variable. L'alpha-tocophérol représente à lui seul 90% de la totalité des tocophérols, la bêta et gamma tocophérols sont présentes à de faible quantité, alors que le delta tocophérol n'est présent qu'à l'état de traces (**Sherwin, 1976 ; Psomiadou *et al.*,2000**).

#### IV.2.4. Hydrocarbures

Ce sont les principaux composants de la fraction insaponifiable. L'hydrocarbure majeur de l'huile d'olive est le squalène (figure 2) (30 à 50 %), c'est un triterpène qui apparaît dans la voie de biosynthèse de cholestérol et autres stérols (Assman et Wahburg, 2000).

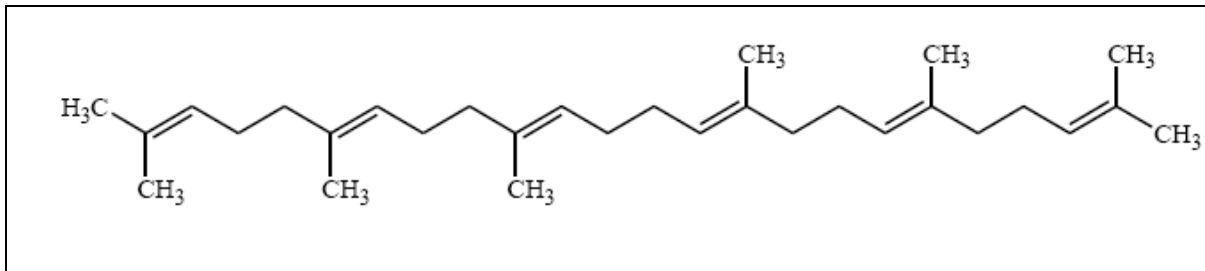


Figure 2 : Structure chimique du squalène (Samaniego et al.,2010).

#### IV.2.5. Pigments

La coloration de l'huile d'olive vierge est due essentiellement à la présence de deux types de pigments : les caroténoïdes et chlorophylles. Dans les huiles d'olive, la concentration des caroténoïdes est de 0,5 à 1 mg/100g. Cependant, la teneur en chlorophylles varie entre 1 et 20 ppm (Karleskind, 1992). Les principaux pigments de l'huile d'olive appartenant aux caroténoïdes et aux chlorophylles sont la lutéine et la phéophytine, respectivement. La phéophytine «a» est le constituant majeur de l'huile d'olive (36-49%) suivi du  $\beta$ -carotène (16-30%), phéophytine «b», lutéine (5-8%) et néoxanthine (3-4%) (Guirda et al.,2005).

#### IV.2.6. Composés aromatiques

Les composés aromatiques confèrent aux huiles d'olive leurs goût et arômes, grâce à la présence de plus de 70 molécules qui représentent globalement 250 à 300 ppm de la fraction volatile de l'huile d'olive (Fedeli, 1997). Ces composés proviennent majoritairement de l'oxydation des acides gras insaturés. D'une manière générale, les enzymes endogènes présentes dans l'olive, dégradent les acides gras par la voie de lipoxygénases et les produits obtenus sont liés aux perceptions positives des arômes de l'huile d'olive (Venkateshwarlu et al., 2004).

## V. Antioxydants de l'huile d'olive

L'huile d'olive contient plusieurs antioxydants naturels à des concentrations qui varient selon leur degré de maturité et la variété des olives. Ces substances sont capables de protéger l'organisme contre les effets du stress oxydatif (Beirao *et al.*,2006). Par ailleurs, l'huile d'olive est particulièrement riche en antioxydants tels que la vitamine E ( $\alpha$ -tocophérol), les caroténoïdes et les composés phénoliques (l'hydroxytyrosol et l'oleuropéine) (figure 3) (Owen *et al.*,2000 ; Candan *et al.*,2003 ; COI, 2011).

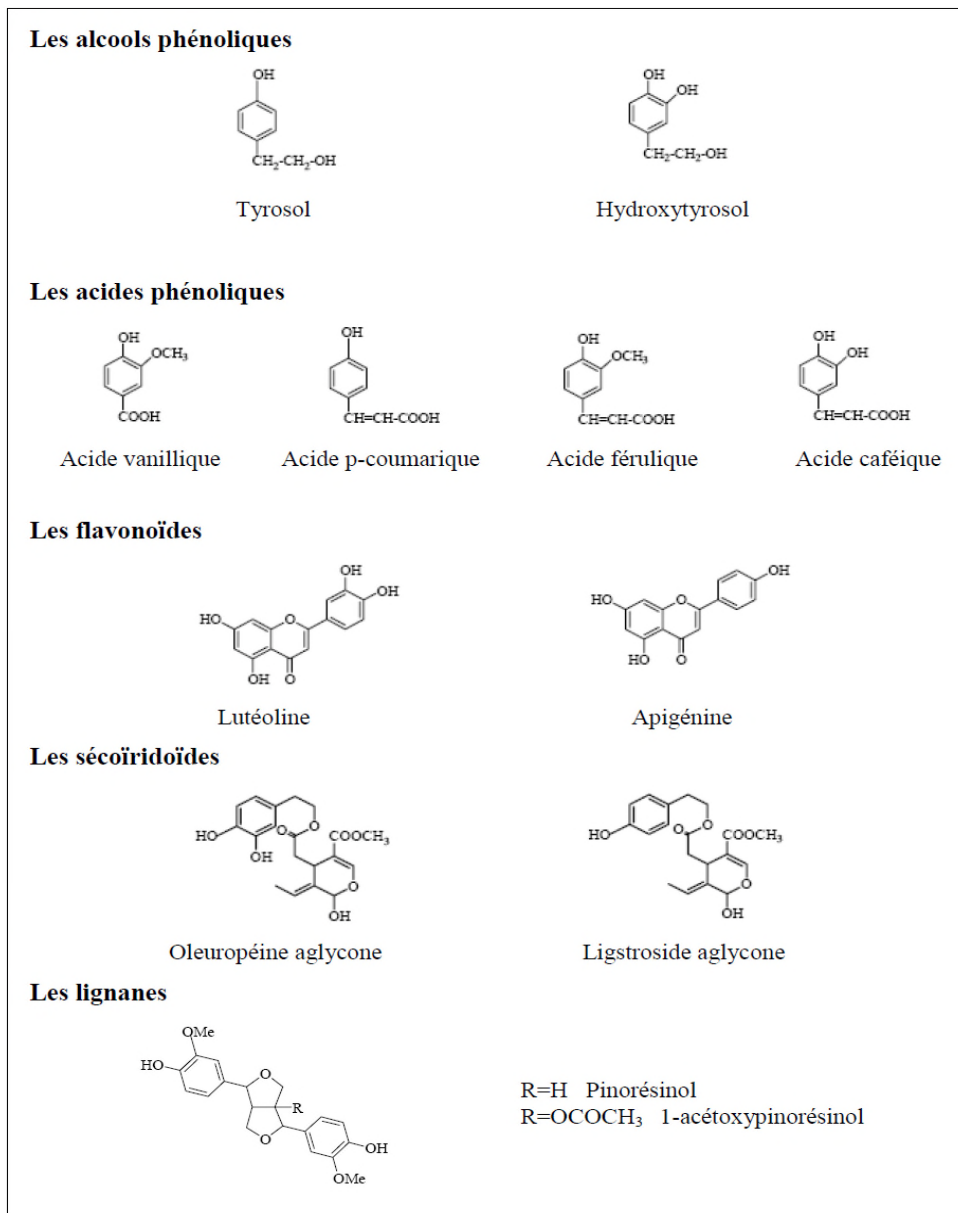


Figure 3: Principaux composés phénoliques de l'huile d'olive (Ollivier *et al.*,2004).

### V.1. Composés phénoliques

Parmi les composés phénoliques majeurs de l'huile d'olive, on cite : les *ortho*-diphénols comme l'hydroxytyrosol et l'oléuropéine aglycone (Ollivier *et al.*,2004 ; Essiari, 2014). Les polyphénols passent dans l'huile lors de son extraction. Ces composés sont considérés comme des antioxydants naturels qui protègent l'huile d'olive contre l'oxydation et lui confèrent une meilleure stabilité lors du stockage, ainsi qu'une saveur amère et une sensation de piquant (Boskou *et al.*,2006 ; Tanouti *et al.*,2011). La structure chimique est identique à tous les polyphénols: la présence d'un ou plusieurs noyaux aromatiques hydroxylés. Les polyphénols sont classés en différents groupes en fonction du nombre de noyaux aromatiques qui les composent et des éléments qui les relient. On distingue les alcools phénoliques les acides phénoliques, les flavonoïdes, les lignanes et les stilbènes (Boros, 2010).

#### V.1.2 Tocophérols (vitamine E)

Les tocophérols qui présentent une activité vitaminique, sont des composés qui jouent un rôle important dans la qualité nutritionnelle de l'huile l'huile d'olive; de plus, elles présentent des propriétés anti-oxydantes considérables (Douzane *et al.*,2005 ; Baccouri *et al.*,2006 ; Abdalla *et al.*,2008). L'activité antioxydante de ces composés est expliquée par la rupture de la chaîne radicalaire lors de l'étape de la propagation de l'oxydation lipidique, ils peuvent aussi prévenir l'action de l'oxygène singulet, initiateur de la peroxydation des lipides (Ben Tekaya *et al.*,2007).

La concentration des tocophérols dans l'huile oscille entre 5 et 300ppm, généralement supérieure à 100ppm dans les huiles de bonne qualité. L'huile d'olive renferme quatre types de tocophérols:  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\Delta$  et  $\gamma$ , dont l' $\alpha$  - tocophérol représente environ 95% du total .Les tocophérols se trouvent sous forme libre dans l'huile d'olive (figure 4).

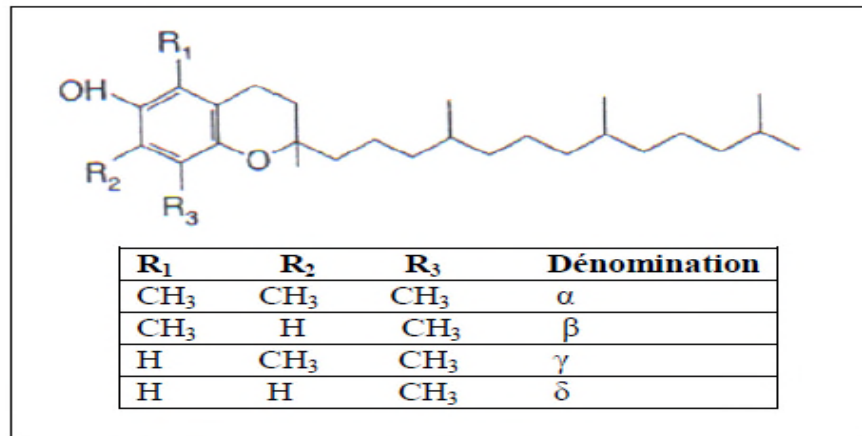


Figure 4: structure chimique des tocophérols (Granier, 2006).

### V.1.3. Caroténoïdes

L'huile d'olive contient environ 10 à 300 mg/kg caroténoïdes ; parmi lesquelles on peut citer: la lutéine, le β-carotène (provitamine A) et les xanthophylles (Ryan *et al.*, 1998). Ils sont connus comme des agents désactivants de l'oxygène et sont donc des inhibiteurs très efficaces de la photoxydation induite par les pigments chlorophylliens (Perrin, 1992). En outre, le bêta carotène filtre les longueurs d'onde actives des radiations lumineuses en protégeant l'huile contre l'activation de l'oxygène par la lumière. Son effet diminue progressivement au cours de l'exposition de l'huile à la lumière (Ben Tekaya *et al.*, 2007).

Le β-carotène et la lutéine sont les pigments les plus importants responsables de la couleur de l'huile d'olive (figure 5) (Ramirez *et al.*, 2006 ; Viola *et al.*, 2009).

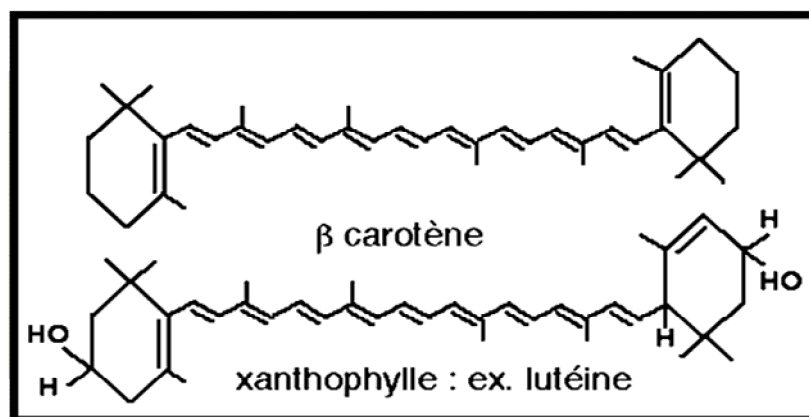


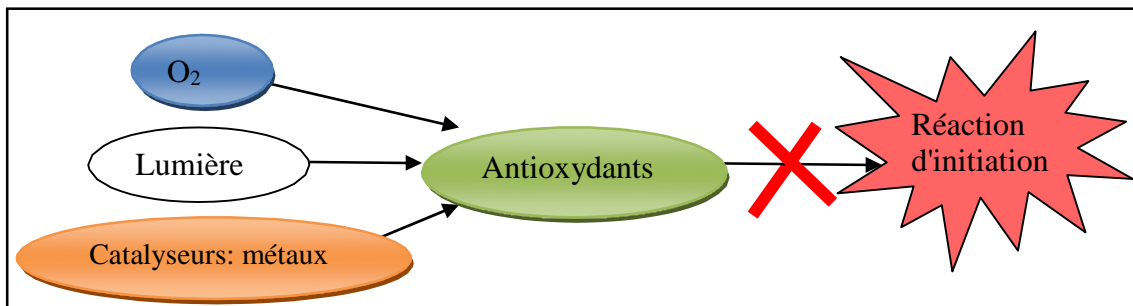
Figure 5: Structure chimique du β- carotène et lutéine (Perrin, 1992).

### V.1.4. Squalène

C'est un triterpène qui joue un rôle important dans l'inhibition de l'oxygène singulet, ce qui confère une activité antioxydante considérable durant la photo-oxydation de l'huile d'olive exposée à la lumière (Psomiadou *et al.*,2002).

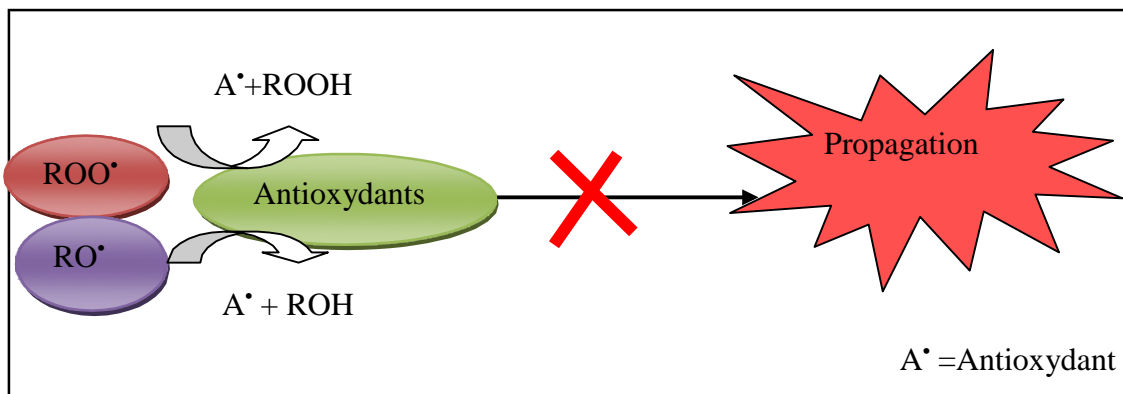
### V.2. Mécanisme d'action des antioxydants de l'huile d'olive

Les propriétés antioxydantes des composés phénoliques de l'huile d'olive sont liées à leur capacité à former une liaison hydrogène intramoléculaire entre l'hydrogène libre du groupement hydroxy et l'hydroxyle du radical phénoxy pour conduire à la formation d'une quinone (Ollivier *et al.*,2004). Ils possèdent aussi la capacité à donner un atome d'hydrogène aux radicaux libres formés pendant la propagation (Cinquanta *et al.*,2001). Ces agents protègent les molécules d'huile de l'oxydation. Les antioxydants sont en fait des agents de prévention qui bloquent l'initiation en complexant les catalyseurs, ou en réagissant avec l'oxygène, ou comme agents de terminaison capables de dévier ou de piéger les radicaux libres, ils agissent en formant des produits finis non radicalaires (figure 6).



**Figure 6:** mécanisme d'action des antioxydants préventifs (Marc *et al.*, 2004 ; Rolland, 2004).

D'autres mécanismes d'action peuvent avoir lieu en interrompant la réaction en chaîne de peroxydation, en réagissant rapidement avec un radical d'acide gras avant que celui-ci ne puisse réagir avec un nouvel acide gras (figure 7). Tandis que d'autres antioxydants absorbent l'énergie excédentaire de l'oxygène singulet pour la transformer en chaleur (Berset *et al.*,1996).



**Figure 7** : mécanisme d'action des antioxydants secondaires (Marc *et al.*, 2004 ; Rolland, 2004).

## VI. Propriétés thérapeutiques

Les bienfaits de l'huile d'olive sont essentiellement attribués à ses antioxydants, tel que les polyphénols, particulièrement l'hydroxytyrosol et le tyrosol. Ce sont des agents antimicrobiens, qui jouent un rôle important dans le renforcement du système immunitaire et la protection de certains tissus et organes contre les dommages oxydatifs : cerveau, foie, globules sanguins, muscles et artères (Edwin *et al.*, 2011). En effet ces composés permettent aussi de prévenir les maladies cardiovasculaires, les cancers, le diabète, les maladies neurodégénératives, l'inflammation et le vieillissement.

Ces propriétés thérapeutiques sont également corrélées avec sa composition riche en acides gras monoinsaturé (l'acide oléique), qui est liée à la diminution de la sécrétion acide de l'estomac, et qui permet d'améliorer l'absorption du calcium et de la vitamine D par l'organisme exerçant ainsi un rôle important au moment de la croissance et dans la prévention de l'ostéoporose (Henry, 2003).

## VII. Conservation et stockage de l'huile d'olive

Les normes imposées par le COI sont très pointilleuses sur le conditionnement des huiles d'olive car sa fraîcheur est une qualité prioritaire.

Durant son stockage, l'huile d'olive peut subir des variations organoleptiques caractérisées par l'augmentation de l'acidité (due à l'action des lipases) et le développement des réactions de rancissement. Ces variations sont dues à la détérioration



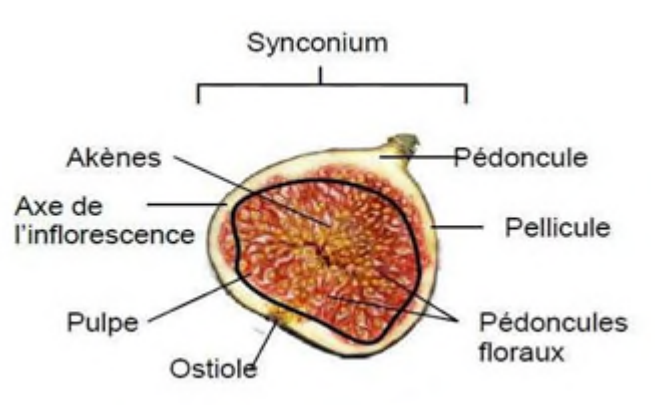
des olives (oxydation, fermentation, etc.) dès le moment successif à la récolte. Ce processus augmente avec le temps, la température et la pression (Garcia et al.,2006).

Cependant, l'huile se conserve parfaitement entre 15 et 18°C, dans un endroit frais et sombre, ceci grâce aux antioxydants dont l'huile est dotée. Lorsque la température descend au-dessous de 8°C, l'huile d'olive risque de se figer et présente un aspect trouble qui est toutefois réversible et non préjudiciable à sa qualité. Les températures supérieures à 22-25 °C doivent être évitées car elles accélèrent les modifications biochimiques et les phénomènes d'oxydation qui peuvent conduire au rancissement de l'huile d'olive (Sacchi, 2007).

## VIII. Mélange huile d'olive-figues sèches

### VIII.1. Figue

La figue est le fruit du figuier commun (*Ficus carica* L.). Anciennement, très connu dans le bassin méditerranéen. L'arbre dont le nom a un qualificatif générique qui signifie verrue pour *Ficus* (le lait du figuier pour soigner la verrue) et *carica* fait allusion à une région en Turquie (Oukabli, 2003). La figue n'est pas au sens botanique du terme un fruit ; il s'agit en fait d'un réceptacle charnu, le synconium qui abrite un grand nombre de petites graines appelées les akènes, contient les fleurs, et qui a maturité est comestible, un ostiole (œil ou opercule) et un pédoncule (figure 8).



**Figure 8 :** Coupe transversale d'une figue (Haesslein et al., 2008).

La figue (fraîche ou séchée) a une grande importance en nutrition, vue sa teneur importante en glucides, fibres alimentaire, acide aminés essentiels, composés phénoliques,

minéraux et vitamine A, B1, B2 et C. A l'état frais, la figue renferme en moyenne 80% d'eau 13% de sucre. Après séchage, les sucres dépassent 55%, elle est donc très énergétique (El Khaloui, 2010) (tableau III, annexe I).

### VIII.2 Macération

Tout comme la décoction ou l'infusion, la macération est une technique d'extraction solide-liquide destinée à retirer d'une substance solide les espèces chimiques qu'elle contient en les dissolvant dans un liquide.

La macération se fait en plongeant directement des substances solides, souvent des parties végétales : feuilles, fleur, racine, écorce, dans un solvant liquide qui peut être de l'eau, de l'alcool et souvent une huile ou une autre matière grasse. Ces substances sont en général laissées en suspension pendant un certain temps qui peut aller de quelques heures à quelques jours. Par ailleurs, la dissolution est toujours plus rapide lorsque la substance solide est dispersée dans le solvant sous forme divisée (végétaux broyés, poudre) et elle peut aussi être accélérée en maintenant une agitation. La macération est en effet une extraction « à froid », à la fin du processus il est nécessaire de retirer du solvant les résidus solides, qui sont en général éliminés par filtration (Anonyme 2, 2017).

Les composés phénoliques des huiles d'olive vierges et des figues sèches ont fait l'objet de nombreuses recherches au cours des 30 dernières années. Plusieurs études ont montré que la consommation de l'un des deux aliments est bénéfique pour la santé, en effet cette pratique est très courante dans le régime alimentaire algérien ; La technique de macération consiste à mettre les figues sèches entières ou découpées dans des bocaux et puis les faire baigner dans l'huile (Debib *et al.*, 2018).

# MATERIEL ET METHODES

## I. Matériel végétal

Les types d'huiles d'olives utilisées dans cette étude échantillon 1 (V1) et échantillon 2 (V2), sont fournies par l'institut technique de l'arboriculture fruitière et de la vigne « I.T.A.F.V » situé à TAKERIETZ, wilaya de Bejaia, elles ont été récoltées durant la campagne oléicole 2017/2018 (figure 9). Tandis que la figue sèche de la variété TAAMRIWTH provient de la région de Beni-Maouche (figure 10).



**Figure 9** : Echantillons d'huile d'olive utilisés.

**Figure 10** : variété de figue utilisée.

### • Préparation de la macération

La macération est réalisée par immersion des figes sèches dans l'huile d'olive ; il s'agit d'une technique connue depuis longtemps. Une masse (100g) de figes sèches a été découpée en grands morceaux (fcg) et l'autre masse en petits morceaux (fcp), puis mise dans des bocaux en verre ombré de 250ml. L'huile est ensuite ajoutée aux morceaux de figes jusqu'à immersion avec un rapport de 100g/150ml. Les bocaux ont été stockés dans l'obscurité à température ambiante pendant 40 jours. Après stockage les échantillons ont été homogénéisés puis filtrés.

## II. Caractéristiques physico-chimiques des huiles

### II.1. Taux d'humidité des huiles

Le taux d'humidité ou teneur en eau est la perte de masse que subit l'échantillon, après séchage à une température voisine de 105°C, dans une étuve isotherme et à une pression atmosphérique, jusqu'à stabilisation du poids (Agar *et al.*,1998). Ce taux est exprimé en pourcentage massique selon la formule ci-après :

$$H (\%) = (P_0 - P_1 / P_0) * 100$$

Où :

H (%) : l'humidité est exprimée en pourcentage de masse.

P<sub>0</sub> : le poids de la capsule et la prise d'essai avant séchage.

P<sub>1</sub> : le poids de la capsule et la prise d'essai après le séchage.

## II.2. Acidité

L'acidité, nous renseigne sur le degré d'hydrolyse des triglycérides et le taux d'acide gras libres présents dans une huile. Selon la nature des matières grasses elle est exprimée en grammes d'acide oléique pour 100 grammes d'huile.

La mesure de l'acidité est réalisée selon la méthode normalisée **C.E.E (2568/91)**. Une masse de 0,5g d'huile d'olive est dissoute dans 2,5ml d'un mélange d'éthane éther pétrole 80% (V/V). Après agitation et ajout de quelques gouttes de phénolphtaléine (0,1%), le mélange est titré avec une solution de KOH (0,02N) jusqu'au virage de l'indicateur coloré et apparition d'une couleur rose pale, un essai témoin (sans huile) a été réalisé dans les mêmes conditions. Les résultats sont exprimés en pourcentage d'acide oléique selon la formule suivante :

$$A (\% \text{ Acide oléique}) = (V - V_0) * N * P / 10 * m$$

Où :

V : Volume en ml de la solution titrée de KOH (ml);

V<sub>0</sub> : Volume de la solution KOH à blanc (ml);

m : Prise d'essai en grammes ;

N : Normalité de KOH (0,02 N) ;

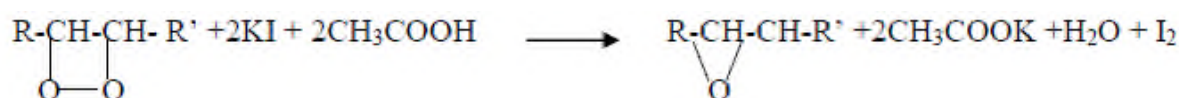
P : Masse molaire de l'acide oléique C<sub>17</sub>H<sub>33</sub>COOH (282 g/mol).

## II. 3. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde nous renseigne sur le degré d'oxydation du corps gras, il consiste à mettre une prise d'essai en solution dans un mélange acide acétique et chloroforme en présence d'iodure de potassium. L'iode libéré est titré avec une solution de thiosulfate de sodium (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) selon les réactions suivantes : **(Ruiz et al.,1999)**.



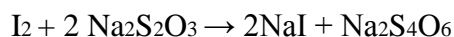
Oxydation d'acide gras insaturé en peroxyde.



(Peroxyde) (Iodure de potassium) (Acide acétique)

(Epoxyde) (Sels de potassium)

Réaction d'iodure de potassium en milieu acide.



(Iodure de sodium)

L'iode libéré agit avec le thiosulfate de sodium.

L'indice de peroxyde est mesuré selon la méthode normalisé **C.E.E (2568/91)** ; une masse d'huile d'olive (0,5g) est mise en solution avec 2,5 ml de chloroforme, un volume de 2,5ml d'acide acétique et 0,25ml d'iodure de potassium saturé (KI) sont ajoutés. Après réaction pendant 5 min à l'obscurité, un volume de 2,5ml d'eau distillée est additionné. Le mélange est titré avec le thiosulfate de sodium ( $Na_2S_2O_3$ ) à 0,01N, en agitant vigoureusement jusqu'à disparition de la couleur en présence de quelques gouttes d'empois d'amidon (0,1%). Un essai à blanc est effectué simultanément. L'indice de peroxyde (IP) est exprimé en milliéquivalent d'oxygène actif par kilogramme d'huile selon la formule suivante:

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

Où:

V : Volume de thiosulfate de sodium requis pour titrer l'échantillon ;

$V_0$  : Volume de thiosulfate de sodium requis pour titrer le blanc (ml)

N: Normalité de thiosulfate de sodium ( $Na_2S_2O_3$ ) (0,01N);

m: Masse de la prise d'essai en gramme (0,5g).

#### **II.4. Absorbance dans l'UV**

Cette analyse consiste à déterminer les coefficients d'extinction  $K_{232}$  et  $K_{270}$  calculés à partir de l'absorption à 232 et 270 nm qui correspondent au maximum d'absorbance des hydroperoxydes et des produits secondaires d'oxydation, respectivement (**Alais et al.,1999**). L'extinction spécifique est déterminée selon la méthode décrite par le **COI (2003)** : après filtration des échantillons d'huile d'olive, une masse de 0,1g est mise dans une fiole de 10 ml, puis ajustée avec du cyclohexane. L'absorbance est mesurée à deux longueurs d'ondes 232nm et 270nm. Les coefficients d'extinction  $K_{232}$  et  $K_{270}$  sont calculés selon l'équation suivante:

$$K = A_\lambda / C * L$$

Où:

K: Extinction spécifique à la longueur d'onde  $\lambda$  ;

$A_\lambda$  : Absorbance mesurée à la longueur d'onde  $\lambda$  ;

C: La concentration de la solution (g/100ml) ;

L: Epaisseur de la cuve en centimètre (1cm).

### **III. Dosage des pigments**

La teneur des pigments (chlorophylles et caroténoïdes) a été déterminée selon la méthode décrite par **Minguez-Mosquera *et al.*,(1991)**. Une masse de 3g d'huile d'olive est filtrée et introduite dans une fiole de 10 ml. Le volume est ajusté avec du cyclohexane et l'absorbance est mesurée à 670 nm pour les chlorophylles et à 470 nm pour les caroténoïdes. Les teneurs en pigments ont été calculées comme suit:

$$\begin{aligned} \text{Chlorophylle (ppm)} &= (A_{670} * 106) / (613 * 100 * L) \\ \text{Caroténoïde (ppm)} &= (A_{470} * 106) / (2000 * 100 * L) \end{aligned}$$

Où:

$A_{\lambda}$ : absorbance à la longueur d'onde  $\lambda$  ;

L: épaisseur de la cuve en centimètre (1cm) ;

613: Coefficient spécifique de la phéophytine comme standard ;

2000: Coefficient spécifique de la lutéine comme standard.

### **IV. Composés phénoliques**

#### **IV.1. Préparation des extraits**

Les extraits sont préparés selon la méthode de **Vassili *et al.*,(2009)** avec quelques modifications: une masse de 2g d'huile d'olive est dissoute dans un mélange constitué de 4ml d'hexane et 8ml de méthanol (80%). Le mélange est agité puis centrifugé (5000rpm/5min) ; la phase méthanolique est récupérée puis subit deux lavages avec l'hexane (4ml) pour éliminer les composés liposolubles. La phase méthanolique délipidée constitue l'extrait.

#### **IV.2. Dosage des composés phénoliques**

La teneur en composés phénoliques totaux est déterminée selon la méthode décrite par **Kahkonen *et al.*,(1999)**. Un volume de 0,2ml d'extrait est mélangé avec 1 ml du réactif de Folin-Ciocalteu. Le mélange a été agité pendant 3 minutes puis additionné d'un volume de 0,5ml de carbonate de sodium (5%). Après 30 minutes d'incubation à l'obscurité, l'absorbance est mesurée à 720 nm. La concentration en composés phénoliques totaux est estimée en mg équivalent d'acide gallique par Kg d'huile en se référant à une courbe d'étalonnage (Annexe II, figure1).

### **IV.3. Dosage des flavonoïdes**

Un volume de 0,1 ml d'extrait est mélangé avec 0,4 ml d'eau distillée, 0,03 ml de nitrite de sodium et 0,02 ml de chlorure d'aluminium. Après 5 min d'incubation, 0,2 ml d'hydroxyde de sodium (1M) et de 0,25 ml d'eau distillée sont additionnés au mélange (**Kim et al.,2003**). L'absorbance est mesurée à 510 nm. La teneur en flavonoïdes est exprimée en mg équivalent de catéchine par Kg d'huile en se référant à une courbe d'étalonnage (Annexe II, figure2).

### **IV.4. Dosage des flavonols**

La teneur en flavonols est estimée par la méthode rapportée par **Kumaran et al., (2007)**: un volume de 0,5 ml du chlorure d'aluminium (2%) et 0,75 ml d'acétate de sodium sont additionnés à 0,5 ml d'extrait. Après incubation pendant 30 min à température ambiante, l'absorbance est mesurée à 440 nm. La concentration en flavonols est exprimée en mg équivalent de quercétine par kg d'huile par référence à une courbe d'étalonnage (Annexe II, figure 3).

### **IV.5. Dosage des *Ortho*-diphénols**

La méthode rapportée par **Tovar et al.,(2002)** a été adoptée pour estimer la teneur en *ortho*-diphénols: un volume de 1 ml d'extrait est ajouté à un volume de 0,5 ml de molybdate de sodium (5%). Après agitation et incubation pendant 15 minutes, l'absorbance est mesurée à 350nm. La concentration des *ortho*-diphénols est exprimée en mg équivalent d'acide caféique par kg d'huile par référence à une courbe d'étalonnage (Annexe II, figure 4).

## **V. Activité anti-oxydante**

### **V.1. Pouvoir réducteur**

Ce test mesure la capacité d'un antioxydant à réduire le fer ferrique  $Fe^{3+}(FeCl_3)$  en fer ferreux  $Fe^{2+}(FeCl_2)$  en présence d'un agent chromogène le ferricyanure de potassium  $K_3[Fe(CN)_6]$ . Ceci se traduit par le virage de la couleur de ferricyanure de potassium vers une couleur bleu verte dont l'intensité dépend du pouvoir réducteur de l'antioxydant (**Chou et al.,2003**).

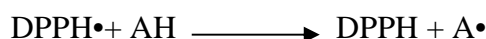
Le pouvoir réducteur est estimé par la méthode de **Gülçin et al.,(2002)**: un volume de 0,25 ml d'extrait est mélangé avec 0,25ml de tampon phosphate (0,2M, pH 6,6) et 0,25 ml de ferricyanure de potassium (1%). Après incubation à 50°C/20 min, un volume de 0,25 ml d'acide trichloracétique (10%) est additionné. Le mélange a été incubé pendant 5min, puis



0,2ml de chlorure ferrique (0,1%) sont ajoutés et l'absorbance est mesurée à 700 nm. Le pouvoir réducteur des extraits est exprimé en mg équivalent d'acide ascorbique/kg d'huile par référence à une courbe d'étalonnage (Annexe II, figure 5).

## **V.2. Activité anti radicalaire**

La méthode utilisant le radical DPPH• (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl) est largement employée pour évaluer l'activité anti-oxydante. La délocalisation d'un électron autour de la molécule de DPPH• qui est un radical est à l'origine de sa couleur violette foncée; en présence d'une substance anti-oxydante et après libération d'un proton ou d'un électron, le radical DPPH• est converti en DPPH. La réduction des radicaux DPPH• implique une baisse de l'absorbance. Sous la forme radicalaire, le DPPH• absorbe à 515 nm (**Williams et al.,1995**).



Un volume de 0,1 ml d'extrait est mélangé avec 1 ml de la solution DPPH•. Le mélange est incubé à l'obscurité pendant 30 min. L'absorbance est mesuré à 515 nm. L'activité anti radicalaire des extraits est exprimée en mg équivalent d'acide ascorbique/kg d'huile par référence à une courbe d'étalonnage (Annexe II, figure 6).

## **V.3. Pouvoir chélateur du fer**

La réduction de chlorure ferrique (FeCl<sub>3</sub>) de l'extrait est déterminée par **Wang et al., (2008)**: un volume de 250 µl d'extrait est additionné de 25 µl du chlorure ferreux (5 mM) et 800µl d'eau distillée. Après agitation et incubation à l'obscurité à température ambiante pendant 5 min ; 50µl de la solution de ferrozine (5 mM) sont ajoutés au mélange réactionnel; l'absorbance du complexe Fe<sup>2+</sup> ferrozine est mesurée à 562 nm après 5 min d'incubation. L'effet séquestrant des extraits de l'huile d'olives vis-à-vis du fer est exprimé en pourcentage selon l'équation suivante :

$\text{Pourcentage de Chélation (\%)} = [(A_t - A_e)/A_t] * 100$
--

A<sub>t</sub>: Absorbance du témoin ;

A<sub>e</sub>: Absorbance de l'échantillon

## **VI. Activité antimicrobienne**

L'évaluation de l'activité antimicrobienne a été réalisée par la méthode de diffusion en puits. L'essai antibiotique a été réalisé par la méthode de diffusion sur gélose. La gélose Muller-Hinton a été utilisée pour l'essai de la sensibilité des différentes souches.

## **VI.1. Les souches microbiennes**

Les souches bactériennes choisies pour cette étude sont des bactéries pathogènes impliquées fréquemment dans la contamination et l'altération des denrées alimentaires (tableau I). Les souches sont entretenues par repiquage sur gélose nutritive favorable à leur croissance à l'obscurité pendant 24h à 37°C.

<b>Souche</b>	<b>Type</b>
<i>Staphylococcus aureus</i>	Gram positif
<i>Escherichia coli</i>	Gram négatif
<i>Candida albicans</i>	Levure

**Tableau I:** Les souches microbiennes testées

## **I.2. Préparation du milieu de culture**

Le milieu de culture Muller-Hinton : C'est le milieu de culture utilisé pour étudier l'activité antibactérienne parce que c'est le milieu le plus employé pour les tests de sensibilité aux agents antibactériens. Ce milieu est préparé selon la méthode suivante : on pèse avec précision une quantité de poudre déshydratée du MH équivalente 38 g dans un ballon en y ajoutant 1000 ml d'eau distillée. Le mélange de la poudre-eau distillée est chauffé sur plaque chauffante avec agitation à l'aide d'un barreau magnétique pendant 20 min afin d'assurer une bonne dissolution des cristaux. Le milieu MH est ensuite réparti dans des flacons stériles avant d'être autoclavés pendant 1h à 121°C, puis le milieu est coulé dans les boîtes de pétri.

## **VI.3. Préparation de l'inoculum**

Les souches bactériennes sont ensemencées dans la gélose nutritive et incubées à 37°C pendant 24 h, pour optimiser leur croissance. On racle à l'aide d'une anse de platine quelques colonies bien isolées et identiques de chacune des souches bactériennes à tester ( $10^{+7}$  UFC/ml). Décharger l'anse dans 5 ml d'eau physiologique.

## **VI.4. Diffusion en puits**

L'activité antimicrobienne des différents extraits a été étudiée pour chaque souche bactérienne. A partir d'une culture de 24h ( $10^{+7}$ UFC/ml). L'ensemencement de l'inoculum est réalisé en surface du milieu Muller-Hinton préalablement coulé dans des boîtes de Pétri, des puits ont été découpés à l'aide de pipettes Pasteur (l'extrémité épaisse) ensuite 50µl d'extrait distribué dans chaque puits. Les cultures sont incubées dans l'étuve à température

37°C pendant 24h et les auréoles d'inhibition sont mesurées par un pied à coulisse ; le diamètre des puits est indiqué dans le tableau des résultats.

## **VII. Etude statistique**

Les résultats obtenus pour chaque échantillon représentent la moyenne de trois essais. L'étude statistique a été réalisée pour la comparaison de ces résultats et la mise en évidence des différences significatives ou non entre les échantillons, et ce, pour chaque paramètre en appliquant une analyse de la variance (ANOVA) à l'aide d'un logiciel STATISTICA 5,5. Le seuil de signification des résultats est pris à la probabilité  $P < 0,05$ .

# RESULTATS ET DISCUSSION

## I. Analyses physico-chimiques

Les résultats des analyses physico-chimiques sont représentés dans le tableau suivant :

Paramètre physico-chimique		Taux d'humidité (%)	Acidité (% acide oléique)	Indice de peroxyde (Meq d'O <sub>2</sub> /Kg)	Absorbance dans l'UV		
					Coefficient d'extinction K		
						λ = 232 nm	λ = 270 nm
Echantillon V1	L'huile fraîche	0,03 <sup>a</sup> ±0,01	0,09 <sup>a</sup> ±0,07	10,6 <sup>a</sup> ±1	2,47 <sup>a</sup> ±0,2	0,29 <sup>a</sup> ±0,01	
	L'huile macérée avec fcp	0,07 <sup>a</sup> ±0,05	0,06 <sup>a</sup> ±0	8,93 <sup>b</sup> ±1,15	2,04 <sup>b</sup> ±0,02	0,24 <sup>a</sup> ±0	
	L'huile macérée avec fcg	0,06 <sup>a</sup> ±0,02	0,06 <sup>a</sup> ±0	6,7 <sup>b</sup> ±1,01	2,28 <sup>a</sup> ±0,04	0,26 <sup>a</sup> ±0,01	
Echantillon V2	L'huile fraîche	0,051 <sup>a</sup> ±0,07	0,056 <sup>a</sup> ±0	9,6 <sup>a</sup> ±0	2,54 <sup>a</sup> ±0,01	0,25 <sup>b</sup> ±0,04	
	L'huile macérée avec fcp	0,088 <sup>a</sup> ±0,02	0,056 <sup>a</sup> ±0	5,6 <sup>b</sup> ±0	1,9 <sup>b</sup> ±0,01	0,2 <sup>b</sup> ±0,01	
	L'huile macérée avec fcg	0,084 <sup>a</sup> ±0,01	0,056 <sup>a</sup> ±0	5,56 <sup>b</sup> ±1,05	2,1 <sup>b</sup> ±0,09	0,30 <sup>a</sup> ±0,06	

**Tableau II:** analyses physico-chimiques des huiles d'olives étudiées.

Chaque valeur représente la moyenne ± écart type. Pour chaque échantillon et pour chaque paramètre analysé, les valeurs de chaque colonne portant des lettres différentes (a,b) présentent des différences significatives (test ANOVA,  $P < 0,05$ ) entre les échantillons d'huiles analysées.

### I.1. Humidité

La quantité d'eau présente dans l'huile d'olive provient des procédés d'extraction ainsi que les tissus végétaux. L'analyse statistique n'a révélé aucune différence significative ( $P < 0.05$ ) du taux d'humidité des huiles d'olives témoins et macérées (tableau II). Le taux d'humidité des huiles témoins analysées répond aux normes établie par le **COI, (2003)**.

### I.2. Acidité

L'analyse statistique du taux d'acidité ne montre aucune différence significative ( $p < 0,05$ ) entre les huiles d'olives témoins et macérées (tableau II). L'acidité des huiles témoins varie de 0,056 (V2) à 0,09 % (V1), ces valeurs sont conformes aux normes établies par le COI, (2003). Les résultats obtenus indiquent que l'imprégnation des figes sèches dans l'huile d'olive pendant 40 jours n'a pas affecté l'hydrolyse des triglycérides des huiles.

### I.3. Indice de peroxyde

Les résultats obtenus (tableau II) montrent que l'indice de peroxyde est influencé par la macération des huiles aux figes, car des différences significatives ont été enregistrées ( $p < 0,05$ ). Les huiles d'olive témoins des échantillons V1 et V2 présentent les valeurs de peroxyde les plus élevées qui sont de 10,6 et 9,6 meq O<sub>2</sub>/kg, respectivement. Après macération des huiles, on a enregistré une diminution de 34% (V1) et 48% pour (V2) qui est probablement due à la richesse des huiles macérées en antioxydants puissants qui agissent contre l'oxydation. Les valeurs obtenues sont semblables à celles de quelques huiles d'olive tunisiennes analysées par Bentakaya et al.,(2007).

### I.4. Absorbance dans l'UV

Les valeurs du coefficient d'extinction K<sub>232</sub> de l'huile d'olive témoin des deux échantillons (2,47 pour V1 et 2,54 pour V2), sont plus élevées que celles des huiles d'olive macérées. Ces valeurs sont inférieures à la limite fixée par le COI (2,60).

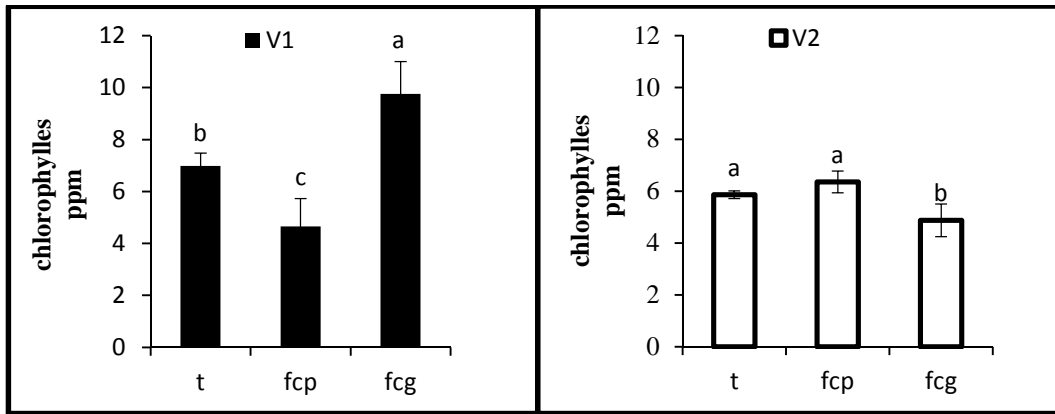
Les valeurs du coefficient K<sub>270</sub>, de l'échantillon V1 ne présentent pas de différences significatives ( $p < 0,05$ ). Quant à l'échantillon V2 l'huile macérée avec fcg présente la valeur la plus élevée qui est de 0.30.

Les valeurs élevées du coefficient K<sub>270</sub> peuvent être à l'origine d'une progression d'oxydation de l'huile conduisant à la formation des composés non radicalaire et des diènes conjugués.

## II. Dosage des pigments

### II.1 Chlorophylles

L'étude statistique des teneurs en chlorophylles de l'échantillon V1 a révélé des différences significatives ( $p < 0,05$ ) entre les huiles analysées (figure 11). L'huile témoin renferme une teneur de 6 ppm. Après macération, une augmentation de 39% de la concentration en chlorophylles de l'huile macérée avec fcg (9 ppm). Contrairement à l'huile macérée avec fcp où on a enregistré une perte estimée à 34%.



**Figure 11** : Teneur en chlorophylles des huiles d’olive étudiées

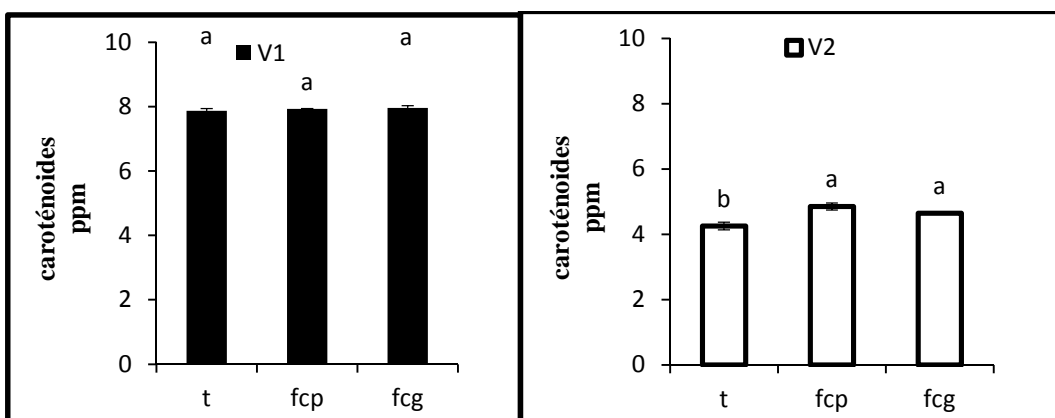
La barre verticale représente l'écart-type. Les valeurs portant les lettres différentes présentent une différence significative  $a > b > c$  ( $p < 0,05$ ).

Concernant l'échantillon V2, la teneur en chlorophylles ne présente pas de différences significatives ( $p < 0,05$ ) entre les huiles témoin et macérée avec des fcp; les valeurs obtenues sont supérieures à celles de l'huile d'olive macérée avec des fcg (4,87ppm).

L'étude comparative a montrée l'absence de différences significatives des teneurs en chlorophylles entre les deux échantillons analysés. Ces concentrations sont similaires à celles de quelques variétés italiennes analysées par **Di Giovachino (1994)**.

## II.2 Caroténoïdes

Aucune différence significative ( $P < 0,05$ ) n'est notée après macération des huiles de l'échantillon V1 avec fcp et fcg (figure 12). Concernant l'huile de l'échantillon V2, la teneur en caroténoïdes avant macération était de 4,25 ppm; une augmentation de 14% et 9% est enregistrée après macération avec des fcp et fcg, respectivement. Cette variation notée peut être due à certains caroténoïdes qui ont migré de la figue vers l'huile.



**Figure 12**: Teneur en caroténoïdes des huiles d’olive étudiées.

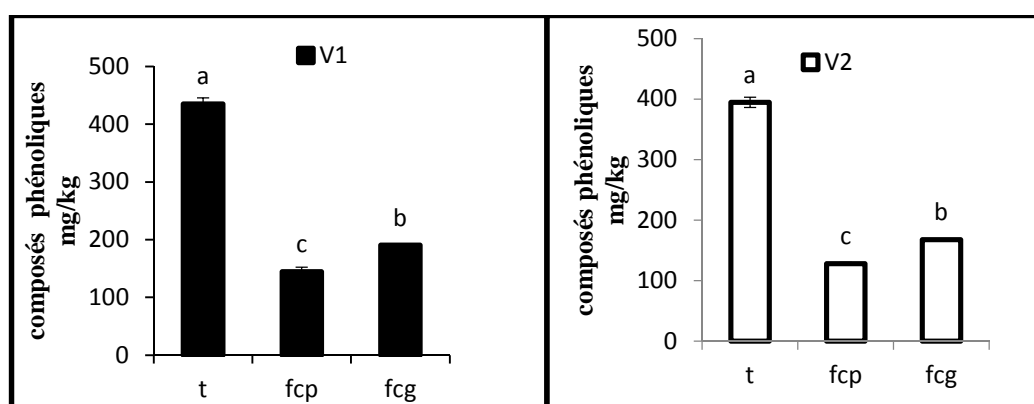
La barre verticale représente l'écart-type. Les valeurs portant les lettres différentes présentent une différence significative  $a > b > c$  ( $p < 0,05$ ).

L'échantillon V1 renferme la teneur la plus élevée en caroténoïdes comparativement à l'échantillon V2. Les teneurs en caroténoïdes varient en fonction de la variété, du degré de maturité, de la méthode de cueillette des olives, du système d'extraction utilisé et le stockage de l'huile (Fedeli, 1977).

### III. Composés phénoliques

#### III. 1. Composés phénoliques totaux

Les composés phénoliques sont des antioxydants naturels qui préviennent l'oxydation de l'huile au cours du stockage. L'analyse statistique montre des différences significatives entre les échantillons d'huiles analysées ( $p < 0,05$ ) (figure 13).



**Figure 13** : Teneur en polyphénols totaux des variétés étudiées.

*La barre verticale représente l'écart-type. Les valeurs portant les lettres différentes présentent une différence significative  $a > b > c$  ( $p < 0,05$ ).*

Parmi les huiles analysées, l'huile témoin V1 renferme la teneur la plus élevée en polyphénols totaux (435 mg/kg); après macération, une diminution significative ( $p < 0,05$ ) de 57% a été enregistrée pour l'huile d'olive macérée avec fcg (190 mg/kg) et de 67% pour l'huile macérée avec fcp (144 mg/kg). De même pour l'huile d'olive témoin V2 qui renferme la teneur la plus élevée (394 mg/kg); après macération, les teneurs en polyphénols diminuent pour atteindre des concentrations de 168mg/kg (taux de perte de 42 %) pour l'huile macérée avec fcg, et de 128 mg/kg pour l'huile macérée fcp (taux de perte de 68 %).

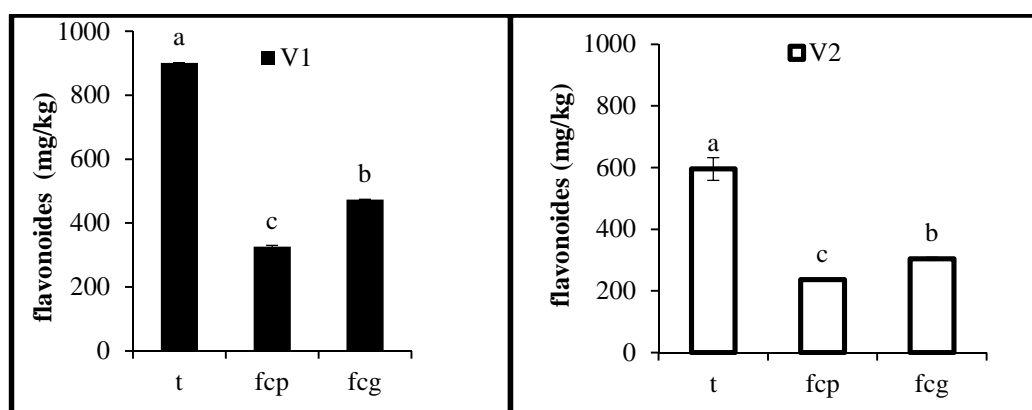
L'étude comparative a montré que l'échantillon V1 est plus riche en polyphénols. Les valeurs de l'huile d'olive témoin des deux variétés étudiées sont inférieures à celles trouvées par Debib et al.,(2018) pour la variété chemlali Bejaia 700 mg d'acide gallique/kg, et supérieur à celle de la variété chemlali Oran 202.96 mg d'acide gallique/kg.



La diminution en composés phénoliques constatée après macération est probablement liée au passage des composés phénoliques de l'huile d'olive vers les figes sèches et /ou l'oxydation durant le stockage. Plusieurs études ont montré l'influence de la variété du fruit et la saison de récolte sur la teneur en polyphénols (Crisosto *et al.*,2010 ; Kennedy *et al.*,2001 ; Burda *et al.*,1990).

### III.2. Flavonoïdes

L'analyse statistique a révélé des différences significatives la teneur en flavonoïdes ( $p < 0,05$ ) entre les variétés d'huiles étudiées (figure 14).



**Figure 14:** Teneur en flavonoïdes des variétés étudiées.

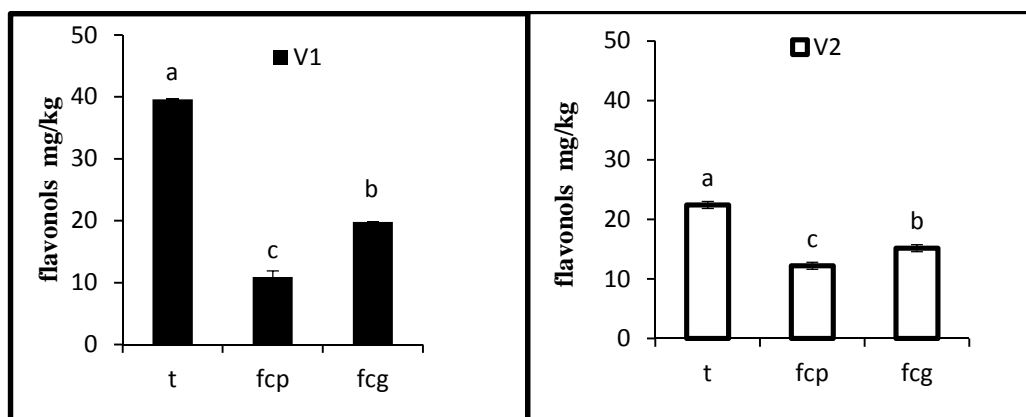
*La barre verticale représente l'écart-type. Les valeurs portant les lettres différentes présentent une différence significative  $a > b > c$  ( $p < 0,05$ ).*

L'huile d'olive V1 renferme la teneur la plus élevée en flavonoïdes (900 mg/kg); une diminution significative ( $p < 0,05$ ) de 48% est observée pour l'huile macérée avec des fcg (473 mg/kg) et de 36 % pour l'huile d'olive macérée avec fcp (326 mg/kg). La même évolution est observée pour l'huile V2 qui renferme une concentration de 595 mg/kg; après macération, les teneurs diminuent de 50 % pour l'huile macérée avec fcg (303 mg/kg) et de 61% pour l'huile macérée avec des fcp (236 mg/kg). L'analyse a montré que l'échantillon V1 est la plus riche en flavonoïdes. Les résultats sont similaires à ceux menés par Alileche *et al.*,(2015) qui ont enregistré diminution en flavonoïdes lors de la macération.

### III. 3. Flavonols

La figure 15 illustre les teneurs en flavonols enregistrées pour les échantillons d'huile analysés. L'étude statistique a révélé des différences significatives ( $p < 0,05$ ) entre les échantillons étudiés. L'huile d'olive témoin V1 contient la teneur la plus élevée en flavonols (39mg/kg); après macération, une diminution significative de 50% est enregistrée pour l'huile macérée avec fcg (19mg/kg), et atteint 73% pour l'huile macérée avec fcp (10mg/kg). La même allure est observée pour l'huile de l'échantillon V2, l'huile témoin renferme la teneur la plus

élevée (22 mg/kg); après macération, les concentrations diminuent avec des taux de 32% et 46% pour les huiles macérées avec des fcp et fcg.



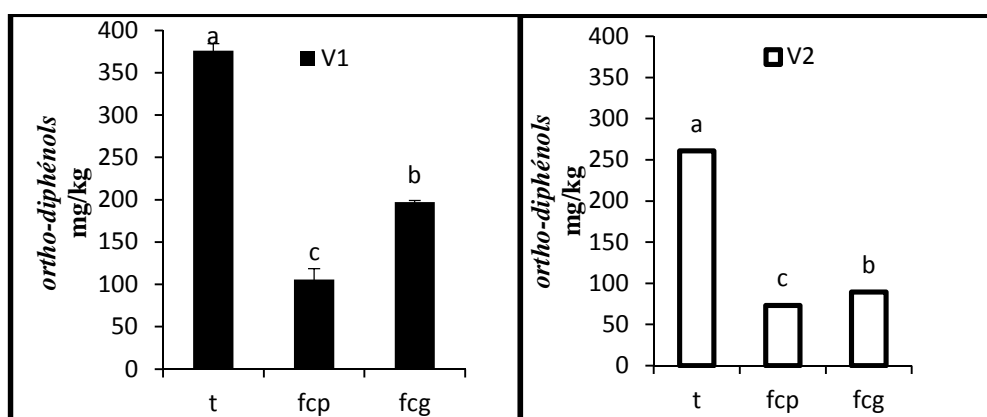
**Figure 15:** Teneur en flavonols des variétés étudiées.

La barre verticale représente l'écart-type. Les valeurs portant les lettres différentes présentent une différence significative  $a > b > c$  ( $p < 0,05$ ).

L'étude comparative des deux échantillons montre que V1 renferme les concentrations les plus élevées en flavonols.

### III.4. Ortho-diphénols

Les teneurs en *Ortho diphénols* des échantillons étudiées sont représentées dans la figure 16. L'analyse statistique montre des différences significatives entre les échantillons d'huiles analysées ( $p < 0,05$ ). La valeur la plus élevée en *ortho diphénols* (376 mg/kg) a été notée pour l'huile d'olive témoin V1. La macération a induit des diminutions estimées à 48% pour l'huile macérée avec fcp (197 mg/kg), et 73% pour l'huile macérée avec fcp (105 mg/kg). De même pour l'échantillon V2; l'huile témoin renferme la teneur la plus élevée (260 mg/kg). Une diminution, significative de 66% est notée après la macération, dont les teneurs sont de 89 et 73 mg/kg pour les huiles macérées avec fcp et fcg, respectivement.



**Figure 16 :** Teneur en *ortho diphénols* des variétés étudiées.

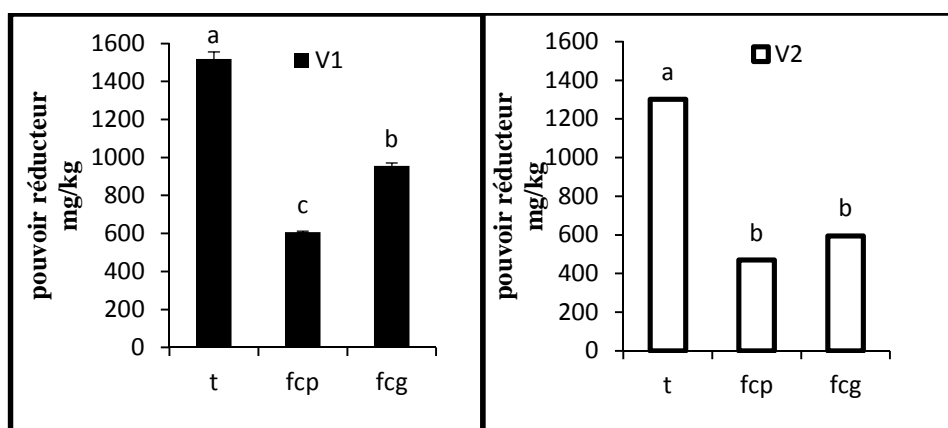
La barre verticale représente l'écart-type. Les valeurs portant les lettres différentes présentent une différence significative  $a>b>c$  ( $p<0,05$ ).

L'étude comparative révèle la richesse de l'échantillon V1 en *ortho*-diphénols. Les teneurs de ces composés enregistrées pour les huiles témoins des deux échantillons sont supérieures aux celles obtenues par **Guerfelet *al.*,(2009)**.

### IV. Activité anti-oxydante

#### IV.1.Pouvoir réducteur

Les résultats du pouvoir réducteur des huiles analysées sont représentés dans la figure 17. L'étude statistique a révélée des différences significatives ( $p<0,05$ ) entre les échantillons étudiés. Les extraits d'huile d'olive témoin V1 exercent le pouvoir réducteur le plus élevé (1519 mg/kg); après macération, une diminution significative de 38% de cette activité a été enregistrée pour l'huile macérée avec fcp (955 mg/kg), et de 61% pour l'huile macérée avec fcg et qui présente la valeur est la plus faible (607 mg/kg).



**Figure17:** Pouvoir réducteur des variétés étudiées.

La barre verticale représente l'écart-type. Les valeurs portant les lettres différentes présentent une différence significative  $a>b>c$  ( $p<0,05$ ).

La même évolution est observée pour les extraits de l'huile V2 qui présentent l'activité réductrice la plus élevée (1300mg/kg); la macération a induit une baisse significative ( $p<0,05$ ) de 60% de cette activité pour l'huile macérée avec des fcp et fcg (532 mg/kg). Parmi les échantillons étudiés, les extraits de V1 exercent le meilleur pouvoir réducteur.

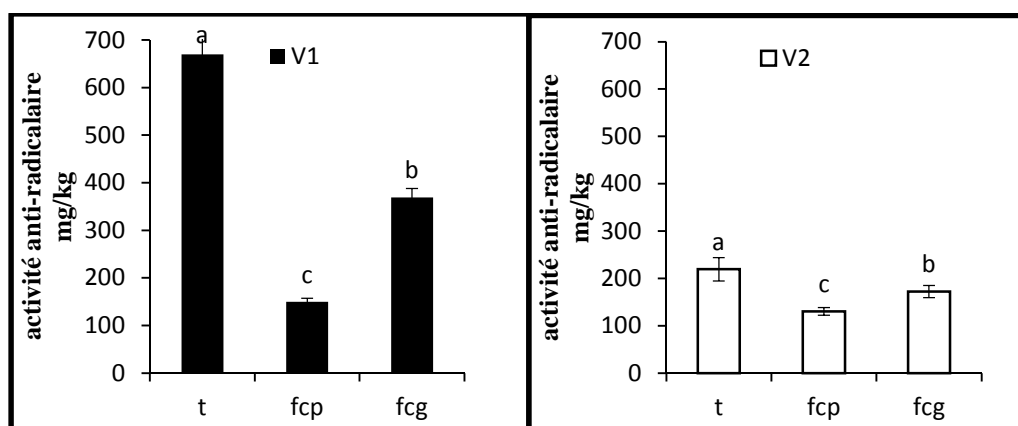
Selon **Moreira, (2008)**, les différences du pouvoir réducteur constatées entre les extraits analysés pourraient être liées à la teneur en composés donneurs d'électrons (composés phénoliques) qui entraînent la réduction de fer ferrique ( $Fe^{3+}$ ) en fer ferreux ( $Fe^{2+}$ ).

D'après les études réalisées par **Jayaprakaska et al.,(2008)**, le pouvoir réducteur dépend de la teneur en composés phénoliques des échantillons, de la position, et du nombre de groupements hydroxyles.

### IV.2 Activité anti radicalaire

Les résultats obtenus ont révélé des différences significatives ( $p < 0,05$ ) de l'activité anti radicalaire des extraits d'huile testés (figure 18). Pour l'échantillon V1, les extraits d'huile témoin présentent l'activité la plus élevée (669 mg/kg); après macération, une diminution significative de 44%, a été enregistrée pour les extraits d'huile d'olive macérée avec fcp (368 mg/kg) et de 78% pour les extraits d'huile macérée avec fcp (149 mg/kg).

Les mêmes variations sont observées pour l'échantillon V2, où l'activité la plus est élevée est notée dans les extraits de l'huile témoin (219 mg/kg) tandis que la plus faible dans les extraits de l'huile macéré avec fcp (130 mg/kg) avec une perte estimée à 40%, toutefois les extraits de l'huile macéré avec des fcp exercent une activité moyenne de 172 mg/kg.



**Figure 18:** activité anti-radicalaire des variétés de l'huile d'olive étudiées

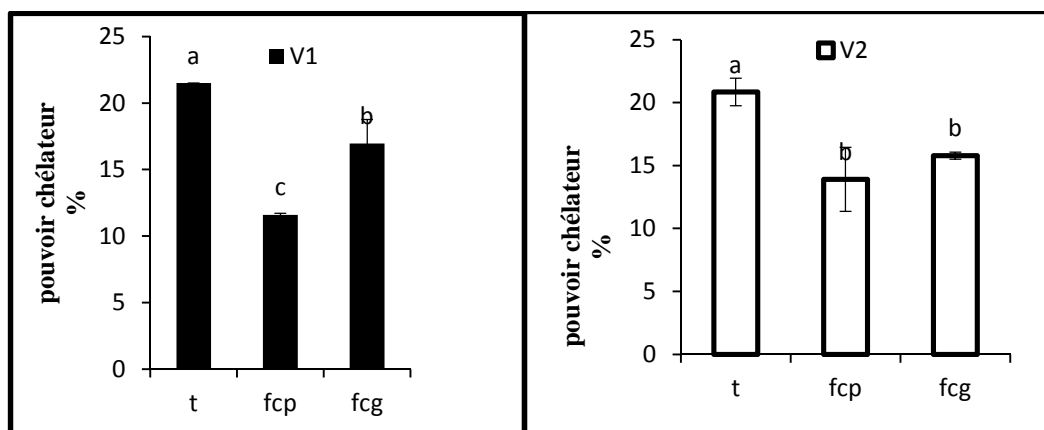
*Les barres verticales représentent les écarts types. Les valeurs portant les lettres différentes présentent une différence significative  $a > b > c$ , ( $p < 0,05$ ).*

Les résultats indiquent que l'échantillon V1 présente une activité anti radicalaire plus élevée. Les valeurs obtenues sont supérieures à celles enregistrées par **Debib et al.(2018)**, qui ont montré que l'activité anti-radicalaire élevée de l'huile d'olive macérée serait due à sa richesse en composés phénoliques qui peuvent exercer un pouvoir antioxydant important.

### IV.3.Pouvoir chélateur du fer

L'analyse statistique des résultats (figure 19) a révélé des différences significatives entre les huiles étudiées ( $P < 0,05$ ). Les extraits d'huile d'olive témoin V1 exercent une activité chélatrice

de 21%, cette activité diminue de 24% pour l'huile d'olive macéré avec fcp (16 %), et de 48% pour l'huile macérée avec fcp (11 %).



**Figure 19:** Pouvoir chélateur du fer des variétés de l'huile d'olives.

*Les valeurs portant les lettres différentes présentent une différence significative ( $p < 0,05$ ). La barre verticale représente l'écart-type.*

La même évolution est observée pour les extraits de l'échantillon V2, l'activité chélatrice maximale est exercée par les extraits de l'huile témoin (20%) ; après macération une diminution significative de 30% est notée pour les extraits d'huile d'olive macéré avec fcp et fcp (14%).

L'étude comparative a montrée l'absence de différences significatives de l'activité chélatrice de fer entre les deux échantillons analysés.

Toutefois les différences notées peuvent être liées aux propriétés structurales des antioxydants présents dans les extraits d'huile d'olive.

## V. Corrélation entre les teneurs en antioxydants et l'activité antioxydante

L'analyse statistique a montré qu'il existe une corrélation significative positive ( $p < 0,05$ ) entre les teneurs en composés phénoliques des extraits d'huile d'olive témoins et macérées et les activités antiradicalaire et réductrice avec des coefficients de corrélation de 0,96 et 0,70, respectivement (annexe III, figures 7 et 8).

Des corrélations statistiquement significatives sont également observées entre la teneur totale en *O*-diphénols et les activités antiradicalaire et réductrice avec des coefficients de corrélation de 0,98 et de 0,87, respectivement (annexe III, figures 10 et 11). Ceci indique que globalement, les composés phénoliques et particulièrement, les *O*-diphénols jouent un rôle majeur dans l'activité antioxydante des huiles d'olive. Par contre, une faible corrélation a été notée entre l'activité chélatrice et les teneurs en composés phénoliques ( $r = 0,24$ ) (figure 9) ainsi que celles des *O*-diphénols ( $r = 0,26$ ) (figure 12). Ceci signifie que l'activité chélatrice peut être partiellement liée à la nature des composés phénoliques.

## VI. Activité antimicrobienne

Les résultats de l'évaluation de l'activité antimicrobienne des échantillons d'huiles d'olives étudiées sont illustrés dans le tableau III.

**Tableau III** : Résultats de l'activité antimicrobienne des échantillons

échantillon	Echantillon	Diamètre des zones d'inhibition (mm)		
		<i>Staphylococcus Aureus</i>	<i>Escherichia coli</i>	<i>Candidaalbicans</i>
Echantillon V1	Témoin	--	--	--
	Hm-fcp	--	--	--
	Hm-fcg	--	--	--
Echantillon V2	Témoin	--	--	--
	Hm-fcp	--	--	--
	Hm-fcg	--	--	--

(--): absence de zones d'inhibitions observées.

D'après les résultats obtenus et illustré dans le tableau IV, Aucun effet antagoniste n'a été observé aussi bien pour tous les échantillons de V1 et V2.

Les résultats que nous avons obtenus ne sont pas en accord avec ceux trouvés par **Debib et al. (2018)**, en effet ces deniers ont trouvé une activité anti microbienne vis-à-vis des bactéries étudiées. Ceci peut être expliqué par les concentrations faibles des extraits utilisées et/ou la méthode d'extraction adoptée.

# CONCLUSION

## Conclusion

La qualité de deux échantillons d'huile d'olive ainsi que l'effet de la macération avec des figues sèches coupées en petits et en grand morceaux sont évalués par la détermination des analyses physico-chimiques, les activités antioxydante et biologique des extraits d'huile d'olive préparés.

Les résultats des analyses physicochimiques des huiles d'olive témoins et macérées sont conformes aux normes fixées par C.O.I (taux d'humidité, acidité, indice de peroxyde et l'extinction à l'UV).

La teneur en antioxydants varie significativement entre les échantillons de l'huile d'olive étudiés. L'échantillon V1 présente la teneur la plus élevée en polyphénols totaux (435mg/kg), flavonoïdes (900mg/kg), flavonols (39mg/kg), et ortho diphénols (376mg/kg). Après macération, les teneurs en ces composés diminuent significativement.

Cependant des variations des teneurs en pigments ont été constatées, l'huile témoin et macérée de l'échantillon V1 présente les concentrations les plus élevées en caroténoïdes (7 ppm), tandis que les teneurs en chlorophylles des deux échantillons V1 et V2 sont proches.

Le potentiel antioxydant des huiles analysées est évalué à travers trois tests. L'huile témoin de la variété V1 enregistre les valeurs les plus élevées (1519 mg/kg) et (669 mg/kg) pour le pouvoir réducteur et l'activité anti-radicalaire, respectivement. Par contre les deux échantillons possèdent une activité chélatrice de fer similaire.

L'étude des différentes corrélations indique que l'activité antioxydante des huiles d'olive témoin et macérées est positivement corrélée avec leur teneur en composés phénoliques.

L'évaluation de l'activité microbienne montre que les huiles étudiées n'exercent aucune activité inhibitrice vis-à-vis des trois souches testées. Ceci démontre que l'activité antimicrobienne pourrait être liée également à d'autres composés autres que les composés phénoliques.

En guise de perspective, il convient de poursuivre ces recherches par :

- L'application des méthodes plus précises afin de déterminer la nature chimique des différents composés du mélange huile d'olive- figue sèche.
- L'élargissement de l'échantillonnage dans tout le territoire Algérien.
- L'évaluation des activités biologiques *in vitro* et *in vivo* : antioxydante, antimicrobiennes, antifongiques et antiinflammatoires des figues sèches et



d'huile d'olive et leur macération, car en effet ces deux richesses pourrait être valorisé et utilisé ultérieurement comme des produits thérapeutiques de base.

# Références bibliographiques

## References bibliographies

### A

**Abdallah A.E.M., El-Difrawy E.A. et Abdelneem Y.F. (2008).** A study on the effect of harvest time on quality of Egyptian olive oil. In *Alex. Journal of Food Science and Technology*, 61-64.

**Abdallah M., Marzocco S., Adesso S., Zarrouk M. et Guerfel M. (2018).** Olive oil polyphenols extracts inhibiting inflammatory markers in J774A. 1 murine macrophages and scavenge free radicals. *Acta Histochem*, 120(1): 1-10.

**Agar T., Hess-Pierce B., Sourour M.M. et Kader A.M. (1998).** Quality of fruit and oil of black-ripe olives is influenced by cultivar and storage period. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 46: 3415-3421.

**Aguilera M.P., Beltra N.G., Ortega D., Fernandez A., Jiménez A. et Uceda M. (2005).** Characterization of virgin olive oil of Italian olive cultivars ‘‘Frantoio’’ and ‘‘Leccino’’ grown in Andalusia. *Food Chemistry*, 89: 387–391.

**Alais C., Linden G. et Miclo L. (1999).** Lipides. In : Biochimie alimentaire. Ed Dunod, p. 51- 71.

**Alileche K., Hadj Zian A., Megatli I. et Ouali A. (2015).** Détermination de l’activité antioxydants des figes sèches seules et imprégnées dans l’huile d’olive. Université M’Hamed Bougara Boumerdès / CRAPC.

**Angerosa F., Servili M., Selvaggini R., Taticchi A., Esposito S. et Montedoro G. (2004).** Volatile compounds in virgin olive oil: occurrence and their relationship with the quality. *Journal of Chromatography A*, 1054: 17-31.

**Anonyme 2, (2017):** <http://webphysique.fr/maceration>.

**Anonyme 1, (2018):** <https://www.planetoscope.com/Commerce/1244-production-d-huile-d-olive-dans-le-monde.html>.

**Assman A. et wahburg U. (2000).** Effet des composants mineurs de l’huile d’olive sur santé. p. 53.

### B

**Baccouri B., Baccouri O., Zarrouk W., Ben S., Temime W.T., Daoud D. et Zarrouk M. (2006).** Evaluation de la composition des huiles de quelques oléastres sélectionnés: Les antioxydants naturels. Laboratoire Caractérisation et Qualité de l’Huile d’Olive, 65: 244-249.

- Baiano A., Gambacorta G., Terracone C., Previtali M.A., Lamacchia C. et LaNotte E. (2009).** Changes in phenolic content and antioxidant activity of Italian extra-virgin olive oils during storage. *Journal of food science*, 74(2) : 177-183.
- Bajoub A., Carrasco-Pancorbo A., Ajal E. A., Ouazzani N. et Fernandez-Gutierrez A. (2015).** Potential of LC–MS phenolic profiling combined with multivariate analysis as an approach for the determination of the geographical origin of north Moroccan virgin olive oils. *Food Chemistry*, 166: 292-300.
- Beirão A.R.B. et Bernardo-Gil M.G. (2006).** Antioxidants from *lavandula luisieri*. 2<sup>nd</sup> mercosur congress engineering on chemical. Portugal. 8p.
- Ben-takaya I. et Mnasser H. (2007).** Effet des chlorophylles, du bêta-carotène, de l'alpha-tocophérol, du tyrosol et de leurs interactions sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive tunisienne. *Oilseeds and fats, Crops and Lipids*, 14(1): 60 – 67.
- Berset C. et Cervelier M.E. (1996).** Methods of estimating the degree of lipid oxidation and of measuring antioxidant power. *Sciences des aliments*, 16: 219-245.
- Bianchi G. (2003).** Lipids and phenols in table olives. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 105(5): 229-242.
- Boros B., Jakabová S., Dörnyei Á., Horváth G., Pluhár Z., Kilár F. et Felinger A. (2010).** Determination of polyphenolic compounds by liquid chromatography–mass spectrometry in *Thymus* species. *Journal of Chromatography A*, 1217(51): 7972-7980.
- Boskou D., Tsimidou M. et Blekas G. (2006).** Polar Phenolic Compounds. *Food Chemistry and Technology*, 5: 73-92.
- Brenes M., Hidalgo F.J., García A., Ríos J.J., García P., Zamora R. et Garrido A. (2000).** Pinoresinol and 1-acetoxypinoresinol, two new phenolic compounds identified in olive oil. *Journal of American Oil Chemists Society*, 77(7): 715-720.
- Burda S., Oleszek W. et Lee C. (1990).** Phenolic compounds and their changes in apples during maturation and cold storage. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 38: 945–948.

## C

- Candan F., Unlu M., Tepe B., Daferera D., Polissiou M., Sökmenc A. et Askin Akpulat H. (2003).** Antioxidant and antimicrobial activity of the essential oil and methanol extracts of *Achillea millefolium* sub sp. *millefolium* Afan. (Asteraceae). *Journal of Ethnopharmacology*, 87: 215–220.

**CEE/2568/91.** Communauté économique européenne. Règlement (CEE) N°2568/91 de la commission du 11 juillet 1991. Relatif aux caractéristiques des huiles d'olives et des huiles de grignons d'olive ainsi qu'aux méthodes d'analyses y afférentes : 6(1): 50-56.

**Chou S.T., Chao W.W et Chung Y.C. (2003).** Antioxydative activity and safety of 50% ethanolic red bean extract (*Phaseolus Radiatus L. var. Aurea*). *Journal of Food Science*, 68(1): 21-25.

**Cimato A. (1990).** La qualité d'huile d'olive vierge et les facteurs agronomiques. *Olivae*, (31): 20-31.

**Cinquanta L., Estia M. et Matteo D. (2001).** Oxidative stability of virgin olive oils department of agricultural, food, environmental and microbiological science and technology, 78(12): 1197-1201.

**Conseil Oléicole International. (2003).** Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive COI/T.15/NC N°3/Rev.1.P :16.

**Conseil Oléicole International. (2015).** Norme commerciale applicable aux huiles d'olives et aux grignons d'olives. P : 17.

**Conseil Oléicole International. (2011).** Norme Commerciale Applicable aux huiles d'olive et aux huiles grignons d'olive. Conseil Oléique International.

**Crisosto C. H., Bremer V., Ferguson L. et Crisosto, G.M. (2010).** Evaluating quality attributes of four fresh figs (*Ficus carica L.*) cultivars harvested at twomaturity stages. *Hort Science*, 45: 707–710.

## **D**

**Debib A., Tir-Touil M.A., Meddah B., Hamaidi-Chergui F., Menadi, S. et Alsayadi M.S. (2018).** Evaluation of antimicrobial and antioxidant activities of oily macerates of Algerian dried figs (*Ficus carica L.*). *International Food Research Journal*, 25(1).

**DI Giovacchino L. (1994).** L'extraction de l'huile des olives par les systèmes de pression de la centrifugation et de percolation : incidence de technologie d'extraction sur le rendement en huile. *Olivae*, 36, P. 15.

**Douzane M. et Bellai M. (2005).** Contribution à la caractérisation des huiles de quelques variétés populaires d'olive algériennes : étude de quelques composés mineurs de la fraction insaponifiable. *Olivae*, 103: 33-41.

## **E**

**Edwin F.N. (2011).** Nutritional and biological properties of extra virgin olive oil. *Journal of agricultural and food chemistry*, 59(3): 785-792.

**El-khaloui M. (2010).** Valorisation de la figue au Maroc. Bulletin mensuel d'information et de liaison de programme national de transfert de technologie en agriculture. N° 186.

**Essiari M., Bachir S., Zouhair R., Chimi H., Misbahi H. et Boudkhili M. (2014).** Influence de la variété et du milieu de culture sur la composition en acide gras, en stérols et en polyphénols totaux pour les huiles vierges de quatre variétés d'olive de la région de Saïa (Maroc). *European Journal of Scientific Research*, 125: 95-114.

## **F**

**Fedeli E. (1977).** Lipides of olives, *Progress in the Chemistry of Fats and other Lipids*, 15: 57- 74.

## **G**

**García J.M. et Yousfi K. (2006).** The postharvest of mill olives. *Grasas y Aceites*, 57(1): 16-24.

**Garrido-Fernández A., Fernández-Díez M.J. et Adams M.R. (1997).** Table olives: Production and processing. *In Olives and table olives*. p. 10–21.

**Gimeno E., Castellote A.I., Lamuela-Raventós R.M., De-la-Torre M.C. et López-Sabater M.C. (2002).** The effects of harvest and extraction methods on the antioxidant content (phenolics,  $\alpha$ -tocopherol, and  $\beta$ -carotene) in virgin olive oil. *Food Chemistry*, 78(2): 207-211.

**Giovacchino L. (1994).** L'extraction de l'huile des olives par les systèmes de pression de la centrifugation et de percolation : incidence de technologie d'extraction sur le rendement en huile. *Olivae*, 36, p. 15.

**Gouveia J.M.B. (1997).** Comparación de los aceites de oliva de los cultivares cobranc, osa, blanqueta, azeiteira y picuacon los delcv. galegavulgar, producidos en el nortedel alentejo. Principales características químicas y sensoriales. *Olivae*, 66: 34–45.

**Granier G. (2006).** Obtention d'une huile d'olive vierge extra de hautes qualités nutritionnelle et organoleptiques. *Domaine de Pierredon*, 42 : 1-14.

**Guerfel M., Ouni Y., Taamalli A., Boujnah D., Stefanoudaki E. et Zarrouk M. (2009).** Effect of location on virgin olive oils of the two main Tunisian olive cultivars. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 111: 926–932.

**Guirda D., Francesco S. et Rekik B. (2005).** Pigment composition in monovarietal virgin olive oils from various sicilian olive varieties. *Journal of Agricultural and Food chemistry*, 28: 11-15.

**Gülçin İ., Oktay M., Küfrevioğlu Ö.İ. et Aslan A. (2002).** Determination of antioxidant activity of lichen *Cetraria islandica* (L) Ach. *Journal of Ethno pharmacology*, 79(3): 325-329.

## **H**

**Haesslein D. et Oreiller S. (2008).** Fraîche ou séchée, la figue est dévoilée ! Heds (Haute école de santé) Genève, filière nutrition et diététique, p. 1-4.

**Haddam M. Chimi H. et Amine A. (2014).** Formulation d'une huile d'olive de bonne impact of defined combinations of volatile lipid oxidation products on fishy and metallic off flavors. *Informacione stécnicasc omunidad europea*, 17-44.

**Henry S. (2003).** L'huile d'olive: son intérêt nutritionnel, ses utilisations en pharmacie et en cosmétique (Doctoral dissertation, UHP-Université Henri Poincaré).

## **I**

**Iqbal S. et Bhangar M.I. (2007).** Stabilization of sunflower oil by garlic extract during accelerated storage. *Food Chemistry*, 100: 246–254.

## **J**

**Jacotot B. (1996).** Huile d'olive et prévention. *Nutrition, Clinique et Métabolique*. 10: 7-9.

**Jayaprakasha G. K., Girenavar B. et Patil B. S. (2008).** Antioxidant capacity of pummelo and navel oranges : Extraction efficiency of solvents in sequence, 41: 376-384.

## **K**

**Kahkonen M.P., Hopia A.I., Vuorela H.J., Rauha J-P., Pihlaja K., Kujala T.S. et Heinonen M. (1999).** Antioxidant Activity of Plant Extracts Containing Phenolic Compounds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47: 3954-3962.

**Karleskind A. (1992).** Manuel des corps gras. Paris. ISBN 2-85206-662-9. P. 1571-1578.

**Kennedy J., Hayasaka Y., Vidal S., Waters E. et Jones G. (2001).** Composition of grape skin proanthocyanidins at different stages of berry development. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 49: 5348–5355.

**Kim D.O., Chun O.K., Kim Y.J. Moon H.Y. et Lee C.Y. (2003).** Quantification of Polyphenolics and Their Antioxidants Capacity in Fresh Plums. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51(22): 6509-6515.

**Kumaran A. et Karunakaran R.J. (2007).** In vitro antioxidant activities of methanol extracts of *Phyllanthus* species from India. *Lebens-WissTechnol.* 40: 344-352.

## M

- Marc F., Deglène-Benbrahim L., Ferrand C., Baccaunaud M. (2004).** Méthodes d'évaluation du potentiel antioxydant dans les aliments. *Medecine Science*, 20: 458-463.
- Minguez-Mosquera I., Rejano J.L., Gandul B., Higinio A. et Garrido J. (1991).** Colour pigment correlation in virgin olive oil. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 68: 669-671.
- Moreira L., Dias L.G., Pereira J.A. et Estevinho L. (2008).** Anti-oxydant properties, total phenols and pollen analysis of proplis samples from Portugal. *Food and chemical Toxicology*, 46: 3482-3485.

## O

- Ollivier D., Boubault E., Pinatel C., Souillol S., Guère M. et Artaud J. (2004).** Analyse de la fraction phénolique des huiles d'olive vierges. In *Annales des falsifications, de l'expertise chimique et toxicologique*, 965 : 169-196.
- Oukabli A. (2003).** Le figuier un patrimoine génétique diversifié à exploiter. *Bulletin mensuel d'information et de liaison du PNTTA*, 106(4).
- Owen R. W., Giacosa A., Hull W. E., Haubner R., Spiegelhalder B. et Bartsch H. (2000).** The antioxidant/anticancer potential of phenolic compounds isolated from olive oil. *European Journal of Cancer*, 36(10): 1235-1247.

## P

- Pellegrini N., Serafini M. Salvatore S. Del-Rio D. Bianchi M. et Brighenti F. (2006).** Total antioxidant capacity of spices, dried fruits, nuts, pulses, cereals and sweets consumed in Italy assessed by three different in vitro assays. 50: 1030-1038.
- Perrin J.L. (1992).** Les composes mineurs et les antioxygenes naturels de l'olive et de son huile. *Revue française des corps gras*, 39(1-2): 25-32.
- Psomiadou E. et Tsimidou M. (2002).** Stability of Virgin Olive Oil. 1. Autoxidation Studies. *Journal of Agriculture and food Chemistry*, 50 (4): 716-720.
- Psomiadou E., Tsimidou M. et Boskou D. (2000).**  $\alpha$ -tocopherol content of Greek virgin olive oils. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48 (5): 1770 -1775.

## R

- Ramirez-Tortosa M.C., Granados S. et Quiles J.L. (2006).** Chemical composition, types and characterisations of oil olive and heath. *CABI publishing*, 45-62.



**Rodríguez G., Lama A., Rodríguez R., Jiménez A., Guillén R. et Fernández-Bolaños, J. (2008).** Olive stone an attractive source of bioactive and valuable compounds. *Bioresourcetechnology*, 99(13): 5261-5269.

**Rolland Y. (2004).** Antioxydants naturels végétaux. *OCL*, 11(06): 1-4.

**Ruiz F. L., Garcia-Ortiz A.R., Hermonso F.M., Jimenez A.M., Llaverro-Del-Pozo P., Morales J.B., Ruano A.T. et Uceda M.O. (1999).** Analista de laboratorio almazara. *Comunidad europea*, 61-88.

**Ryan D. et Robards K. (1998).** Phynolic compounds in olives analyst, *May*, 123: 3144.

## **S**

**Sacchi R. (2007).** Extraction technology in l'extravergine a guide to the best certified quality olive oil in the world. *Edition CucinaVini*, 82-103.

**Salvador M.D., Aranda F. et Fregapane G. (2001).** Influence of fruit ripening on 'Cornicabra 'virgin olive oil quality. A study of four successive cropseasons. *Food Chemistry*, 73: 45–53.

**Samaniego-Sánchez C., Quesada-Granados J.J., de la Serrana H.L.G. et LópezMartínez M.C. (2010).**  $\beta$ -Carotene, squalene and waxes determined by chromatographic method in picual extra virgin olive oil obtained by a new cold extraction system. *Journal of food composition and analysis*, 23: 671-676.

**Sherwin E.R. (1976).** Antioxidants for vegetable oils. *Journal of the American Chemical Society*, 53: 430-436.

**Slatnar A., Klancar U., Stampar F. et Veberic R. (2011).** Effect of drying of figs (*Ficus carica* L.) on the contents of sugars, organic acids, and phenolic compounds. *Journal of agricultural and food chemistry*, 59(21): 11696-11702.

## **T**

**Tanouti K., Serghini-Caid H., Chaieb E., Benali A., Harkous M. et Elamrani A. (2011).** Amélioration qualitative d'huiles d'olive produites dans le Maroc oriental. *Les technologies de laboratoire*, 6(22).

**Tekaya I.B. et Hassouna M. (2007).** Effets des chlorophylles, du bêtacarotène, de l'alphatocophérol, du tyrosol et de leurs interactions sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive tunisienne. *Oléagineux, Corps gras, Lipides*, 14(1): 60-67.

**Tovar M.J., Paz Romero M., Girona J. et Motilva M.J. (2002).** L-phenylalanine ammonialyase activity and concentration of phenolics in developing olive

(*Olea europaea*\_LcvArbequina) fruit grown under different irrigation regimes. *Journal of Science of food and Agriculture*, 82(8): 892-898.

## U

**Uzzan A. (1992).** L'huile d'olive. *Manuel des corps gras*, 221-228.

## V

**Vassiliki T., Papoti M., Tsimidou Z. (2009).** Looking through the qualities of afluorimetric assay for the total phenol content estimation in virgin olive oil, olive fruit or leaf polar extract. *Food Chemistry*, 112: 246–252.

**Venkateshwarlu G., Let M.B., Meyer A. S. et Jacobsen C. (2004).** Modeling the sensory impact of defined combinations of volatile lipid oxidation products on fishy and metallic off-flavors. *Journal of agricultural and food chemistry*, 52(6): 1635-1641.

**Viola P. et Viola M. (2009).** Virgin olive oil as a fundamental nutritional component and skin protector. *Clinics in dermatology*, 27(2): 159-165.

## W

**Wang H., Gao X.D., Zhou G. C., Cai L. et Yao W.B. (2008).** In vitro and in vivo antioxidant activity of aqueous extract from *Choerospondias axillaris* fruit. *Food Chemistry*, 106(3): 888-895.

**Williams W.B., Cuvelier M.E. et Berset C. (1995).** Use of Free Radical Method to evaluate antioxidant activity. *Lebensm-Wiss U-Technol*, 28: 25-30.

# ANNEXES

**Tableau I : Classification des huiles d'olive (COI, 2015).**

Catégorie	Huile d'olive extra vierge	Huile d'olive vierge	Huile d'olive courante	Huile d'olive lampante (Impropre à la consommation)
Acidité libre (% d'acide oléique)	$\leq 0,8$	$\leq 2$	$\leq 3,3$	$>3,3$
Indice de Peroxyde ( meqd'O2/kg)	$\leq 20$	$\leq 20$	$\leq 20$	Non limité
Absorbance dans l'UV				
- à 270nm	$\leq 0,22$	$\leq 0,25$	$\leq 0,3$	-
- à 232nm	$\leq 2,5$	$\leq 2,60$	-	-
- $\Delta K$	$\leq 0,01$	$\leq 0,01$		
Teneur en eau	$\leq 0,2$	$\leq 0,2$	$\leq 0,2$	$\leq 0,3$
fruité	Me>0	Me>0	-	-
défauts	Me=0	$0 < Me < 3,5$	$3,5 < Me < 6,0$	Me > 6,0

Me : la médiane

**Tableau II: Composition moyenne en stérols de l'huile d'olive (Uzzan, 1992).**

Stérols	Pourcentage des stérols totaux(%)
$\beta$ -Sitostérol	75 - 90
$\Delta$ -5 avenastérol	3 - 14
Campestérol	2 - 4
Stigmastérol	1-2
Cholestérol	<0,3

**Tableau III** : Composition de la figue fraîche et sèche en éléments nutritionnels

(Composition moyenne pour 100 g net)(Favier et al., 1993).

<b>Constituants</b>	<b>Figue fraîche</b>	<b>Figue sèche</b>
Energie (Kcal)	54	224
Eau (g)	79,5	25
Glucides (g)	13	53
Protéines (g)	0,9	3,2
Lipides (g)	0,2	1,2
Fibres (g)	2,3	8
Vitamine C (mg)	5	1
Vitamine A (mg)	0,046	0,08
Vitamine B1 (mg)	0,05	0,08
Vitamine B2 (mg)	0,05	0,09
Vitamine PP (mg)	0,46	0,80
Vitamine B5 (mg)	0,30	0,44
Vitamine B6 (mg)	0,11	0,22
Calcium (mg)	60	160
Potassium (mg)	232	770
Sodium (mg)	3	14
Fer (mg)	0.78	2.5
Magnésium (mg)	18	62

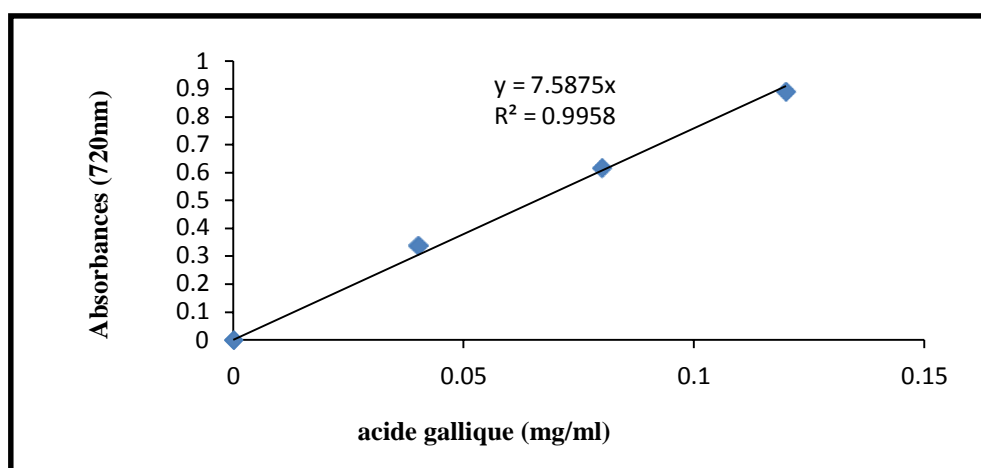


Figure 1: Courbe d'étalonnage des Polyphénols.

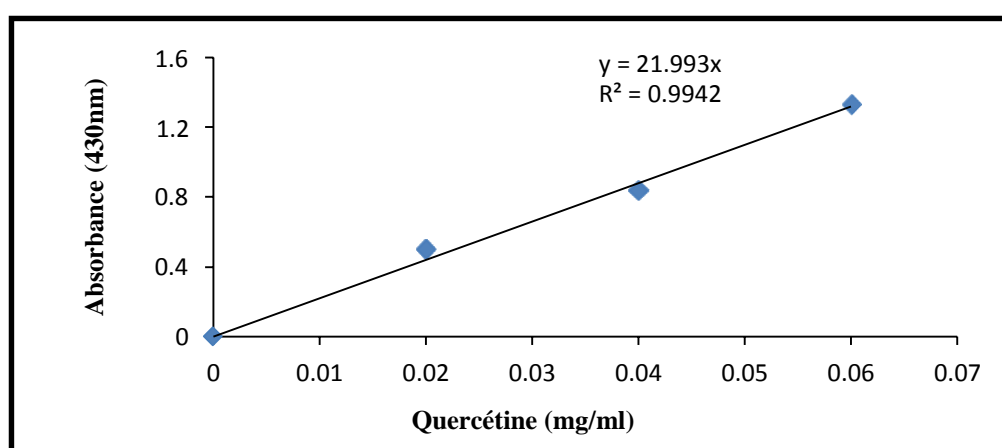


Figure 2: Courbe d'étalonnage des flavonols.

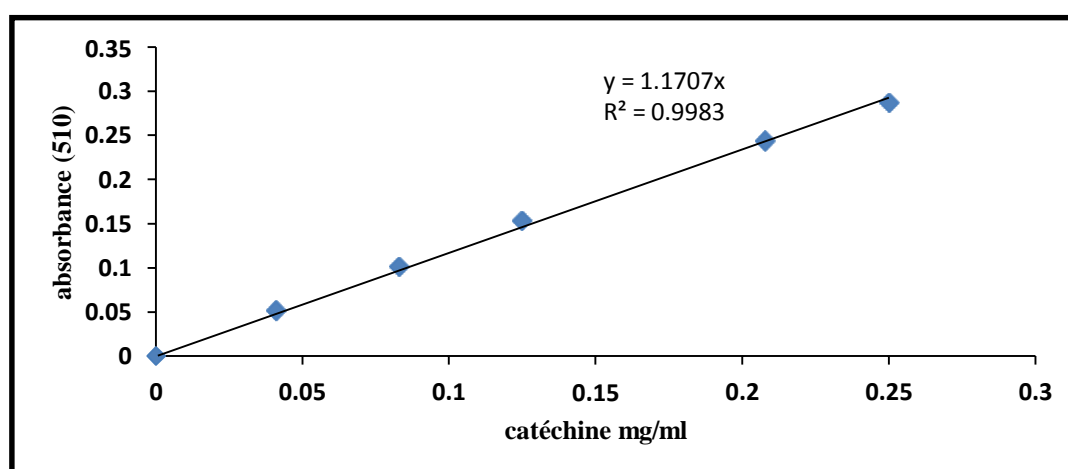


Figure 3: Courbe d'étalonnage des flavonoïdes.

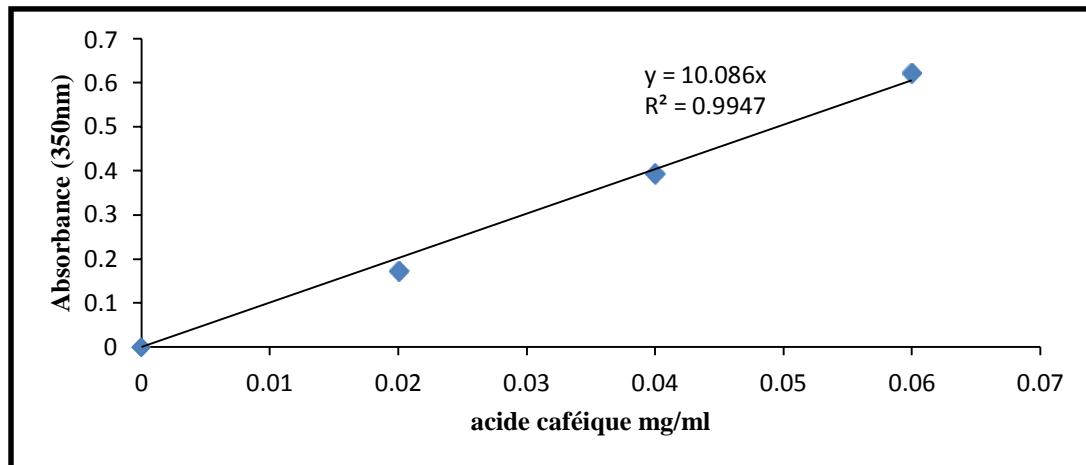


Figure 4: Courbe d'étalonnage des Ortho diphenols.

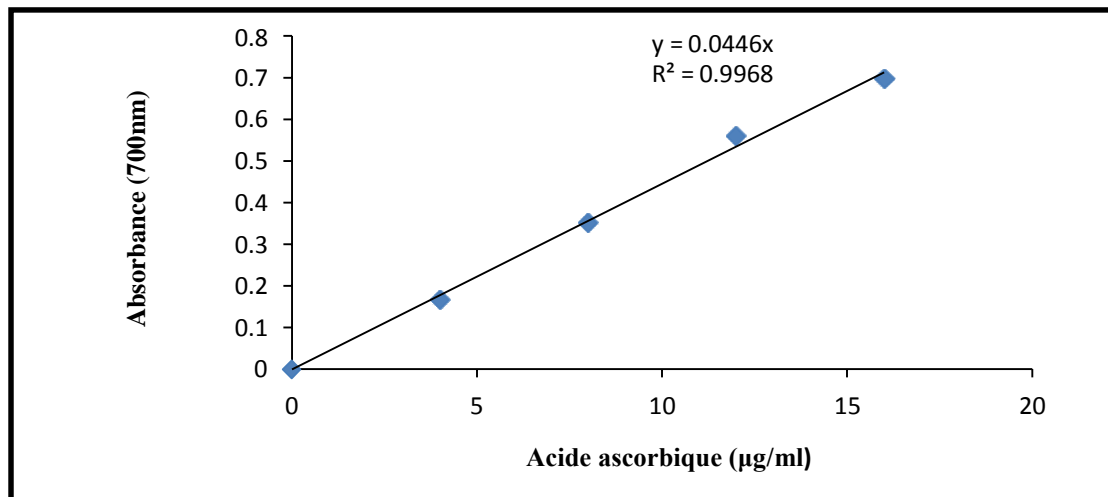


Figure 5 : Courbe d'étalonnage du pouvoir réducteur.

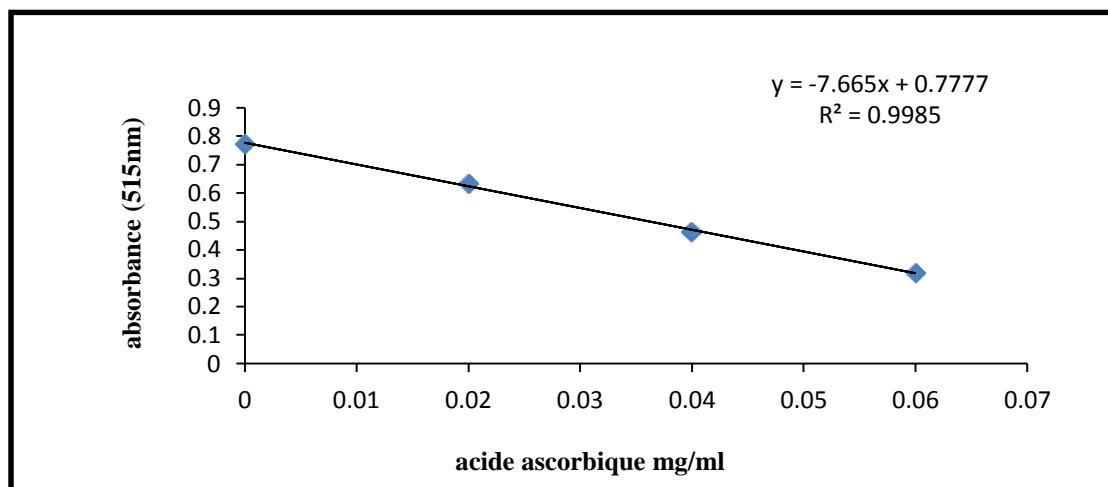
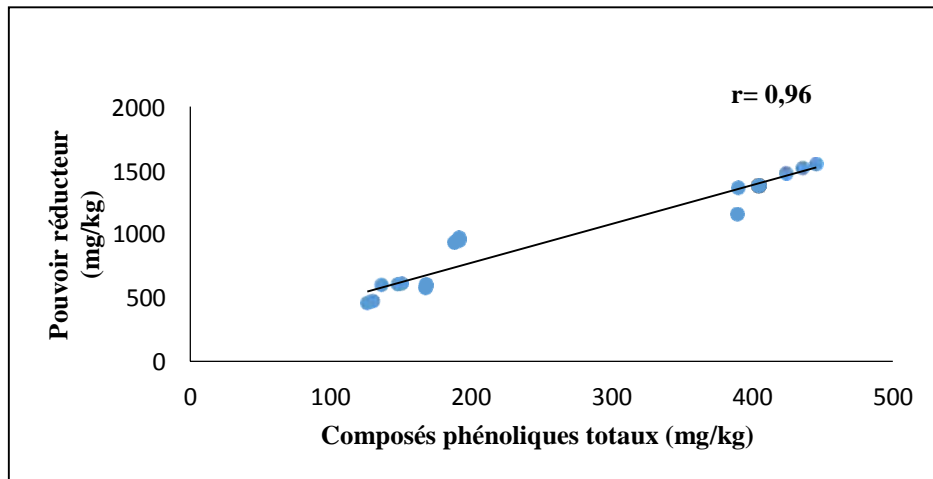
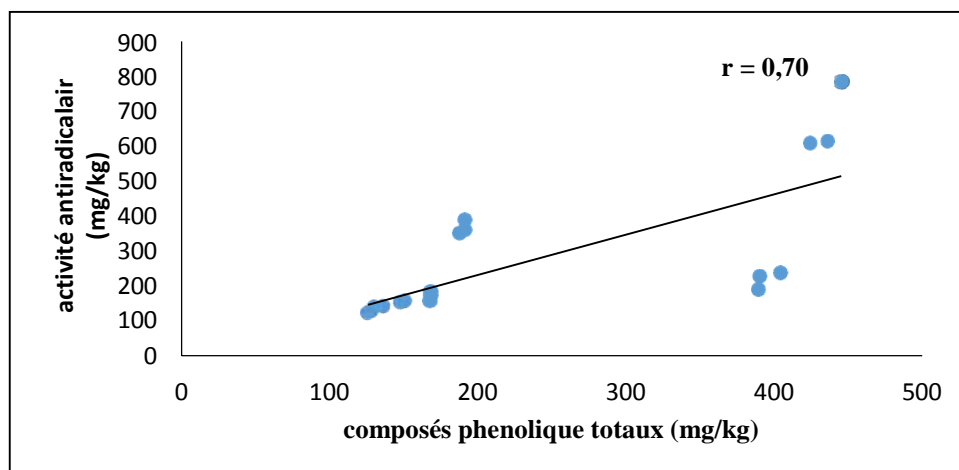


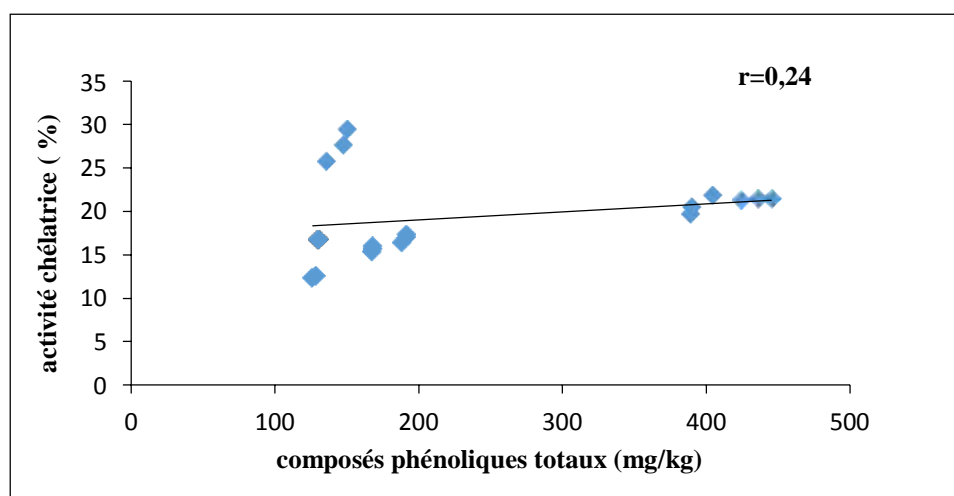
Figure 6: Courbe d'étalonnage de DPPH.



**Figure 7 :** Corrélation entre les composés phénoliques totaux et le pouvoir réducteur.

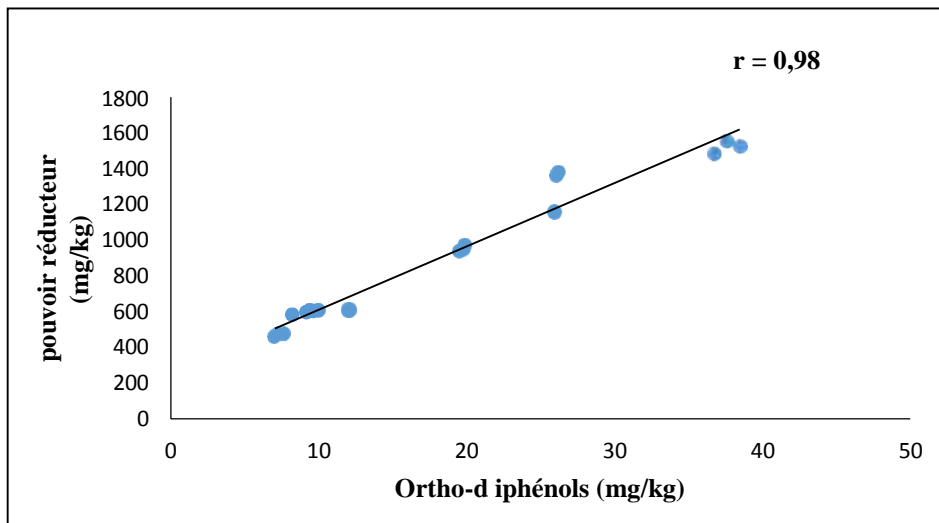


**Figure 8:** Corrélation entre composés phénoliques totaux et l'activité anti-radicalaire.

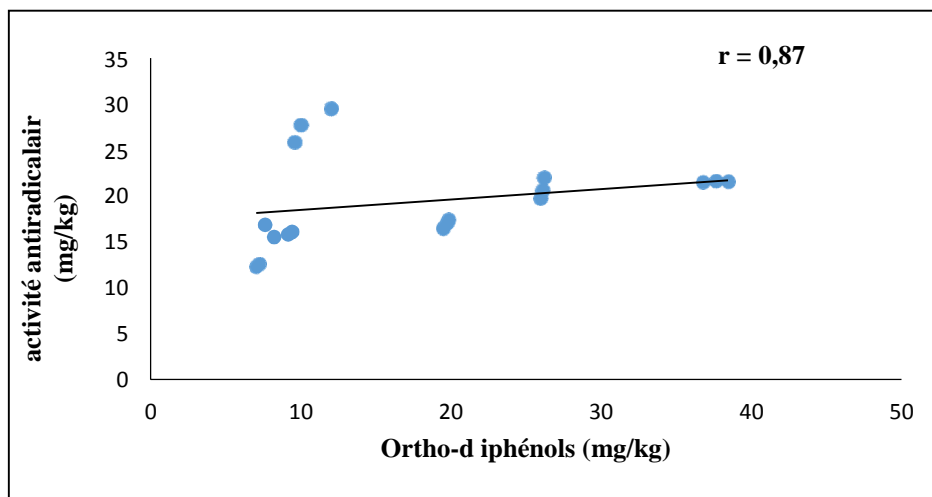


**Figure 9 :** Corrélation entre composés phénoliques totaux et l'activité chélatrice de fer.

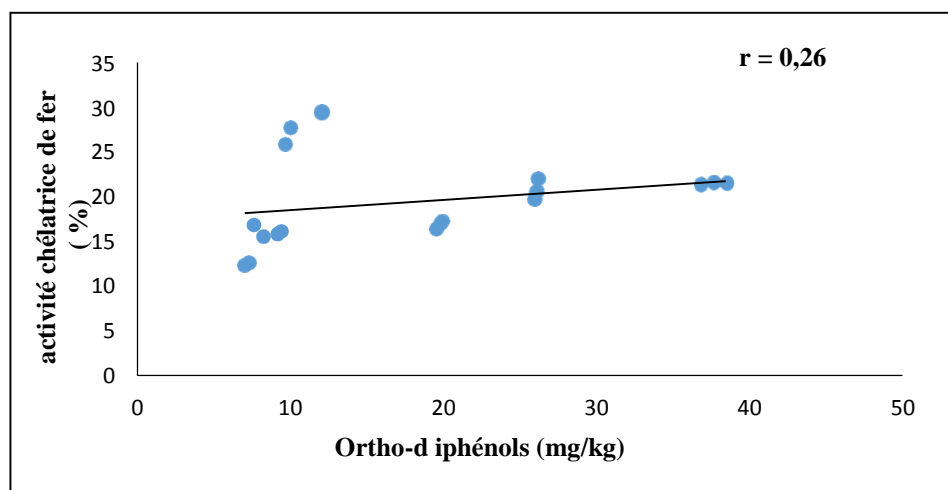




**Figure 10:** Corrélation entre les ortho-diphénols et le pouvoir réducteur.



**Figure 11:** Corrélation entre les ortho-diphénols et l'activité anti-radicalaire.



**Figure 12:** Corrélation entre les ortho-diphénols et l'activité chélatrice de fer

## **Résumé**

Ce travail est consacré à l'étude de l'évolution des teneurs en composés bioactifs (les polyphénols totaux, les *ortho* diphénols, les flavonoïdes et les flavonols), l'activité antioxydante (pouvoir réducteur, activité anti radicalaire, le pouvoir chélateur du fer) ainsi que l'activité antimicrobienne des deux variétés d'huile d'olive au cours de la macération aux figes sèche. D'autres paramètres physico-chimiques sont aussi analysés (humidité, indice peroxyde, acidité). Les résultats obtenus concernant les indices de qualité ont révélé que les valeurs des huiles analysées (fraîche et macérée) sont conformes aux normes établies par le C.O.I (2003), pour la catégorie des huiles d'olive vierge. La macération de l'huile d'olive stimule la diminution des concentrations en composés phénolique, flavonoïdes et flavonols, *ortho* diphénols ; de même pour l'activité antioxydante d'où les concentrations les plus élevés sont notées pour l'huile fraîche.

**Mots clés :** huile d'olive, fige sèche, macération, antioxydant, activité antioxydante.

## **Abstract**

This work is dedicated to the study of the evolution of the contents in bioactive compound (total polyphenols, orthodiphenols, flavonoids and flavonols), antioxidant activity (reducing power, anti radical activity, iron chelating power) as well as the antimicrobial activity of both varieties of olive oil during maceration with dried figs. Other physico-chemical parameters are also analyzed (humidity, peroxide value, acidity). The results obtained with regard to the quality indices revealed that the values of the oils analyzed (fresh and macerated) comply with the standards established by C.O.I (2003), for the category of virgin olive oils. The maceration of olive oil stimulates the decrease of the concentrations in phenolic compounds, flavonoids and flavonols, orthodiphenols; similarly for the antioxidant activity of where the highest concentrations are noted for the fresh oil.

**Key-words:** olive oil, dried fig, maceration, antioxidant, antioxidant activity.