

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département des Sciences Alimentaires
Spécialité de Sciences des Corps Gras



Réf :.....

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

MASTER

Thème

**Étude comparative de l'activité antioxydante
des huiles d'olives issues de trois variétés
algériennes**

Présenté par :

HAMIDOUCHE Tinhinane & HAMMADOU El-Djida

Soutenu le : **25 septembre 2021**

Devant le jury composé de :

Mr BACHIR BEY Mostapha

MCA

Président

Mme SOUFI Ouahiba

MCA

Encadreur

Mme BERKATI Salima

MAA

Examinatrice

Année universitaire : 2020 / 2021

Remerciements

Nous tenons à remercier tout d'abord le **Bon Dieu** le tout puissant,
qui nous a donné la volonté et la patience pour réaliser
ce travail.

Nos vifs remerciements les plus sincères vont à M^{me} **SOUFI Ouahiba**,
notre promotrice qui a veillé et dirigé ce labeur par son aide
scientifique, ses précieux conseils orientations, ses encouragements et sa disponibilité.

Nous remercions vivement, M^r **BACHIR BEY Mostapha** d'avoir fait l'honneur
de présider le jury, qu'il trouve ici nos sincères impressions de gratitude et de
respect, également à M^{me} **BERKATI Salima** d'avoir accepté
d'examiner notre travail.

Nos plus vifs remerciements s'adressent à M^r **BACHIR BEY Mostapha** pour ses
orientations et ses conseils précieux, à
tout le personnel du
laboratoire biochimie alimentaire notamment M^{me} **SADDI-AHMED Lila** l'ingénieur du
laboratoire pour sa profonde
gentillesse et son soutien moral durant tout ce travail.

Nous exprimons également notre gratitude à M^r **AIT KHEDACHE Sallah** d'avoir mis
disponibilité des échantillons, pour sa gentillesse et sa bienveillance

Enfin, nos remerciements les plus sincères à nos familles et à tous ceux qui ont
contribué de près ou de loin à la réalisation de ce modeste travail.

Dédicaces

Avec l'aide de Dieu le tout puissant est enfin achevé ce travail, lequel je dédie à toutes les personnes qui me sont chères

À ceux à qui mon cœur depuis sa naissance, n'a éprouvé qu'amour et reconnaissance

À ceux qui ont donné un sens à mon existence, en m'offrant une éducation digne de confiance

À ceux qui m'ont soutenu nuits et jours, et durant tout mon parcours

À vous très chers parents je vous dis merci

À la mémoire de mon grand père, j'espère que je suis à la hauteur de ces espérances

À mes chers frères (Khelaf, Rafik, Mourad et Massi)

À ma binôme El-djida et sa famille

À mes chers amis, qui ont fait de l'université plus qu'un lieu d'apprentissage, au nom de tous les bons souvenirs (Selma, Syla, Baho, Tinhinane....)

À tous ceux qui m'ont aidé pour la réalisation de ce travail Mililia, Samira, Tinhinane

À mes camarades de ma promo science des corps gras

Tinhinane

Dédicaces

Nous remercions tout d'abord ALLAH le tout puissant de nos avoir donné la santé, la patience, la puissance et la volonté pour réaliser ce modeste travail.

À mon cher père SAAD

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, et qui m'a aidé tout au long de ma vie et qui a toujours rêvé de ma réussite.

À ma très chère mère NASSIMA

À celle qui m'a donné la vie et ma raison de vivre, mon ange qui a souffert et s'est sacrifiée pour ma réussite

À 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.

À mes très chères et adorables frères et sœurs : Nouara, Ryma, Rayan, Ryda.

À mes grands parents : Djilali, Zahra, Lekhal, Houria

Je remercie ainsi que Mes tantes et mes oncles.

À ma binôme Tinhinane et sa familles.

À mes chers amis : Sylie, Selma, Souhila, Nadra, Tinhinane

À tous qui m'ont aidés pour la réalisation de ce travail

À mes camarades de ma promo sciences de corps gras.

El-Djida

Liste d'abréviation

A% : Acidité en pourcentage ;

A : Absorbance ;

C° : Degré Celsius ;

H : Humidité ;

HOEV : Huile d'olive vierge extra ;

HOV : Huile d'olive vierge ;

HOVC : Huile d'olive vierge courante ;

HOVL : Huile d'olive vierge lampante ;

HGO : Huile de grignons d'olive ;

HOR : Huile d'olive raffinée ;

Méq: milliéquivalent ;

OOO : trioléine ;

ppm : partie par million ;

UE : Union Européenne ;

Liste des figures

N° de la figure	Titres des figures	Page
1	Représentation schématique de l'olive	2
2	Structure des principaux stérols de l'huile d'olive	8
3	Structure des tocophérols	9
4	Structure de la chlorophylle et du β -carotène	9
5	Structure chimique du squalène	10
6	Teneur en polyphénols totaux des huiles étudiées	24
7	Teneur en Ortho-diphénols des variétés d'huiles étudiées	25
8	Teneur en Flavonoïdes des variétés d'huiles étudiées	26
9	Teneur en activité antiradicalaire des variétés d'huiles étudiées	27
10	Pouvoirs réducteurs des variétés d'huiles étudiées	28
11	Pouvoirs chélateur de fer des variétés d'huiles étudiées	29
	Les Annexes	
1	Voie de la lipoxygénase	48
2	Courbe d'étalonnage des polyphénols	49
3	Courbe d'étalonnage des <i>Ortho</i> -diphénols.	49
4	Courbe d'étalonnage des flavonoïdes	50
5	Courbe d'étalonnage du pouvoir réducteur.	50

Liste des tableaux

N° du tableau	Titre des tableaux	Page
I	Structures des composés phénoliques identifiés dans l'huile d'olive	11
II	Caractéristiques morphologiques des trois variétés étudiées	15
III	Résultats des paramètres physico-chimiques des huiles analysées.	21
	Les Annexes	
I	Critères de qualité des différentes catégories d'huile olive	46
II	Composition moyenne en acides gras de l'huile d'olive analysée par Chromatographie en phase gazeuse (% m/m d'esters méthyliques)	47
III	Composition en triglycérides de l'huile d'olive	47

Table des matières

Introduction.....	1
<u>Synthèse bibliographique</u>	
I. Généralités sur l'olivier.....	2
I. Olive	2
I.1. Définition	2
I.2. Structure de l'olive.....	2
I.2.1. Épicarpe.....	2
I.2.2. Mésocarpe (la pulpe).....	2
I.2.3. Endocarpe	3
I.3. Produits et sous-produits de l'olivier	3
I.3.1. Produits.....	3
I.3.2. Sous-produits	3
I.4. Production de l'huile d'olive	3
I.4.1. Marché mondial	3
I.4.2. Marché Algérien	3
I.4.3. Production locale.....	3
II. Huile d'olive	4
II.1. Définition	4
II.2. Classification.....	4
II.2.1. Huile d'olive.....	4
II.2.1.1. Huile d'olive vierge	4
II.2.1.2. Huile d'olive raffinée	5
II.2.1.3. Huile d'olive composée.....	5
II.2.2. Huile de grignons d'olive	5
II.3. Qualité de l'huile d'olive	5
II.4. Etapes d'extraction d'huile d'olive	5
II.4.1. Effeuilage et lavage.....	5
II.4.2. Broyage	6
II.4.3. Malaxage.....	6
II.4.4. Extraction de l'huile	6
III. Composition chimiques de l'huile d'olive	7
III.1. Fraction saponifiable	7

III.1.1. Acides gras	7
III.1.2. Triglycérides	7
III.2. Fraction insaponifiable	7
III.2.1. Stérols	8
III.2.2. Tocophérols.....	8
III.2.3. Pigments.....	9
III.2.4. Composés aromatiques	10
III.2.5. Hydrocarbures	10
IV. Antioxydants	10
IV.1. Composés phénoliques	11
IV.2. Caroténoïdes	12
V. Propriétés biologiques de l'huile d'olive	12
VI. Facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive	12
VI.1. Facteurs agronomiques	12
VI.1.1. Facteurs climatiques	12
VI.1.2. Facteurs géographiques	12
VI.1.3. Facteurs pédologiques	13
VI.2. Facteurs intrinsèques du fruit.....	13
VI.3. Influence de la technologie d'extraction	13

Parte expérimentale

I. Matériel et méthodes

I. Matériel et méthodes	15
I.1. Échantillonnage	15
I.2. Paramètres physico-chimiques	15
I.2.1. Humidité.....	15
I.2.2. Acidité.....	16
I.2.3. Indice de peroxyde.....	16
I.2.4. Absorbance dans l'ultraviolet	17
I.2.5. Dosage des pigments (chlorophylles et caroténoïdes).....	17
I.3. Dosage des composés phénoliques	18
I.3.1. Préparation des extraits	18
I.3.2. Dosage des composés phénoliques totaux	18

I.3.3. Dosage des <i>ortho</i> -diphénols	18
I.3.4. Dosage des flavonoïdes	19
I.4. Mesure de l'activité antioxydante	19
I.4.1. Activité anti radicalaire	19
I.4.2. Pouvoir réducteur	19
I.4.3. Pouvoir chélateur de fer	20
I.5. Analyse statistique	20

II. Résultats et discussion

II. Résultats et discussion	21
II.1. Analyses physico-chimiques	21
II.1.1. Humidité.....	21
II.1.2. Acidité.....	21
II.1.3. Indice de peroxyde.....	22
II.1.4. Extinction spécifique l'UV.....	22
II.1.5. Dosage des pigments	23
II.2. Teneur des composés phénoliques	24
II.2.1. Teneur des composés phénoliques totaux	24
II.2.2. Teneur des <i>ortho</i> -diphénols.....	25
II.2.3. Dosage des flavonoïdes.....	26
II.3. Mesure de l'activité antioxydante	26
II.3.1. Activité anti radicalaire.....	26
II.3.2. Pouvoir réducteur	27
II.3.3. Pouvoir chélateur de fer	28
Conclusion	30
Références bibliographiques	31
Annexes I.....	46
Annexes II.....	49

Introduction

L'olivier est un arbre à fruit délicieux. En plus de l'olive en tant que fruit, l'huile qui en est issue est une source importante de nutrition, elle se distingue par son goût particulier à la fois fruité et amer (**Gharbi et al., 2014**).

L'huile d'olive représente un aliment important du régime méditerranéen. Elle est l'une des huiles végétales les plus anciennes et qui peut être consommée sous sa forme brute sans traitement préalable ainsi que l'huile raffinée (**Boskou, 1996**). La qualité de l'huile d'olive ne dépend pas seulement des pratiques de culture, de la période de la récolte, des techniques de récolte et post-récolte utilisées mais considérablement de la variété (**Dugo et al., 2004, Soufi et al., 2018**).

Les propriétés biologiques de l'huile d'olive sont liées à sa composition en acides gras, notamment l'acide oléique ainsi qu'à la présence de composés mineurs, tels que les vitamines et les antioxydants naturels qui ont un effet protecteur contre les altérations cellulaires induites par les radicaux libres (**De Faveri et al., 2008**). Divers composés phénoliques ont été identifiés dans l'huile d'olive : les alcools phénoliques, les lignanes, les flavonoïdes et les sécoiridoïdes. Ces composés représentent les antioxydants les plus importants qui confèrent à l'huile d'olive ses propriétés organoleptiques et contribuent à sa stabilité contre l'oxydation lors du stockage (**Tanouti et al., 2011 ;Bajoub et al., 2015**). En effet, l'activité antioxydante de l'huile d'olive est liée à sa richesse en antioxydants, notamment en certains composés phénoliques tel que l'hydroxytyrosol (**Visioli et al., 2002**).

La teneur en composés phénoliques n'est pas constante dans les huiles d'olive, elle dépend de plusieurs facteurs, notamment la variété, les conditions environnementales et agronomiques de la zone de culture, le type de récolte, le degré de maturité des olives, les techniques de production (**Soufi et al., 2018**).

Le présent travail est consacré à l'étude comparative de la teneur en composés phénoliques ainsi que l'activité oxydative des huiles d'olive issues de trois variétés algériennes. Cette étude est organisée en deux parties principales:

- Une partie bibliographique : dans laquelle une synthèse bibliographique décrit des généralités sur l'olivier, l'huile d'olive, sa composition chimique, sa qualité, ainsi que les facteurs influençant cette qualité.
- Une partie expérimentale : qui illustre les différentes méthodes d'analyses physico-chimiques, dosage des composés phénoliques ainsi que l'estimation de l'activité antioxydante ; cette partie est complétée par l'interprétation des résultats obtenus.

Synthèse
Bibliographique

I. Généralités sur l'olivier

L'olivier est un arbre typiquement méditerranéen, originaire de région à climat subtropical sec, mais s'adapte aux conditions environnementales extrêmes. Du point de vue morphologique, l'olivier est un arbre de grandeur moyenne, à tronc droit souvent fissuré, polymorphe, cet arbre qui présente généralement une frondaison arrondie, rarement érigée donne des fruits appelés « olives », drupes charnues pouvant atteindre 3,5cm de long. L'olivier produit en moyenne 15 à 50 kg d'olives, il peut donner 3 à 10 litres d'huile d'olive selon les variétés (Teuscher *et al.*, 2005 ; Dupont *et al.*, 2007 ; Hannachi *et al.*, 2007).

I. Olive

I.1. Définition

L'olive est une drupe, de forme ovoïde, son poids varie de 2 à 12 g et peut atteindre 20 g selon la variété. En fonction de son degré de maturité, sa couleur varie du vert au noir. (Bianchi, 2003).

I.2. Structure de l'olive

L'olive est constituée de trois parties : le noyau (endocarpe), la pulpe (mésocarpe) et la cuticule (épicarpe).

I.2.1. Épicarpe

C'est la couche externe de l'olive (peau) qui représente 1 à 3% du poids du fruit. En fin de développement, la peau est de couleur verte, due à l'accumulation des chlorophylles, puis elle change au jaune, rose, pourpre et noire à pleine maturité. De telles variations sont dues à des concentrations différentes en pigments dans le fruit (figure 1) (Bianchi, 2003).

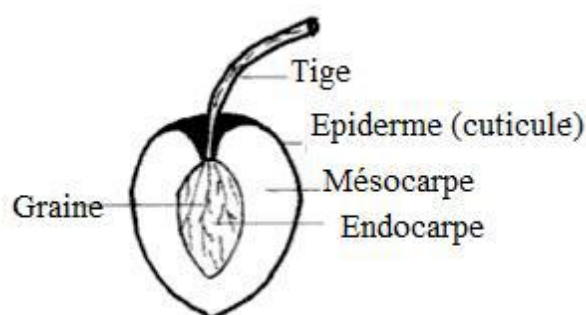


Figure 1 : Représentation schématique de l'olive (Garrido-Fernández *et al.*, 1997).

I.2.2. Mésocarpe (la pulpe)

Il constitue la majeure partie du fruit. Avec la peau, il représente la partie comestible des olives, comprenant 70 à 80% du fruit entier et renferme divers constituants : eau, lipides, protéines, sucres, minéraux....(Bianchi, 2003).

I.2.3. Endocarpe

Il représente 18 à 22 % du poids du fruit. Etant caractéristique de la variété, la taille du noyau, son poids, sa forme et son degré de détachement de la pulpe sont des paramètres déterminants de la qualité du produit fini (l'olive et l'huile d'olive) (**Bianchi, 2003**).

I.3. Produits et sous-produits de l'olivier

I.3.1. Produits

Les olives procurent à l'homme deux principaux produits: les olives de table, et l'huile d'olive.

I.3.2. Sous-produits

Ils sont générés lors de la production de l'huile d'olive ; on distingue :

a. Grignons : sont des résidus solides issus de la première pression ou centrifugation et sont formés des pulpes et noyaux d'olives. Ces sous-produits peuvent être destinés à l'alimentation animale et/ou pour extraire une huile dite de grignon d'olive par voie chimique (**Benyahia et al., 2003**).

b. Margine : ou eaux de végétations qui résultent de l'extraction de l'huile d'olive. Elles sont utilisées, pour le compostage des sols et comme fertilisant (**Benyahia et al., 2003**).

I.4. Production de l'huile d'olive

I.4.1. Marché mondial

La culture de l'olivier se concentre dans le bassin méditerranéen grâce à son climat adéquat tant au niveau de la température mais aussi au niveau de l'hydrométrie. En effet, la production mondiale moyenne de l'huile d'olive durant la campagne «2019/2020» est prédominée par celle de L'Union Européenne avec un taux de 70%, représentée par l'Espagne étant le grand producteur avec 1230 millions tonnes, suivi de l'Italie avec 322 millions tonnes. En dehors de l'UE la Tunisie occupe la deuxième place avec une production estimée à 350 millions tonnes, tandis que la production en Turquie et au Maroc a atteint 225 et 145 millions tonnes, respectivement **ONAGRI (2020)**.

I.4.2. Marché Algérien

Comme dans la plupart des autres pays méditerranéens, l'olivier constitue l'une des principales espèces fruitières plantées en Algérie, selon les statistiques de **ONAGRI (2020)** : l'Algérie occupe le huitième rang dans la production mondiale avec 82 millions tonnes pour la campagne 2019/2020.

I.4.3. Production locale

Selon les données de la direction des services agricoles **DSA (2020)**, la production de l'huile d'olive durant la campagne agricole 2019-2020 de la wilaya de Bejaïa est de 22

millions de litres, avec une hausse de 5 millions par rapport à la campagne précédente. Ces prévisions sont attendues dans la vallée de la Soummam et de la haute Soummam (Sidi Aich, Ifri Ouzellagene, Akbou, Seddouk et Tazmalt). Cette hausse due à la bonne pluviométrie enregistrée durant cette saison, à l'absence d'averses en juin dernier, aux conditions défavorables pour la mouche d'olive et aussi grâce aux campagnes de sensibilisation menées par les responsables du secteur ayant porté sur l'amélioration des techniques de cueillette des olives et le suivi correct des règles et recommandation sur l'exercice de cette activité pour augmenter leur production et le protéger contre les maladies.

II. Huile d'olive

II.1. Définition

Selon le **conseil oléicole Internationale (2003)**, l'huile d'olive est une huile obtenue à partir du fruit de l'olivier par des procédés physiques sans intervention de solvant, à l'exclusion des huiles obtenues par extraction avec des solvants ou par des procédés de ré-estérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature. A la différence des autres huiles végétales, l'huile d'olive ne requiert aucune étape de raffinage ni aucune transformation chimique.

II.2. Classification

II.2.1. Huile d'olive

II.2.1.1. Huile d'olive vierge

a. Huile d'olive vierge propre à la consommation en l'état

Sont les huiles obtenues uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions thermiques notamment, qui n'entraînent pas d'altération de l'huile, et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration.

➤ **Huile d'olive vierge extra** : c'est une huile dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,8 g pour 100 g.

➤ **Huile d'olive vierge** : c'est une huile dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 2 g pour 100 g.

➤ **Huile d'olive vierge courante** : c'est une huile dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 3,3 g pour 100 g.

b. Huile d'olive vierge

➤ **Huile d'olive vierge lampante** : est l'huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est supérieure à 3,3 g pour 100 g. Elle est destinée aux industries du raffinage ou à des usages techniques.

II.2.1.2. Huile d'olive raffinée

C'est l'huile d'olive obtenue des huiles d'olive vierges par des techniques de raffinage qui n'entraînent pas des modifications de la structure glycéridique initiale. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,3 g pour 100 g.

II.2.1.3. Huile d'olive composée

C'est l'huile obtenue par le coupage d'huile d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges propres à la consommation en l'état. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 1g pour 100 g.

II.2.2. Huile de grignons d'olive

C'est l'huile obtenue par traitement aux solvants ou d'autres procédés physiques, des grignons d'olive, à l'exclusion des huiles obtenues par des procédés de réestérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature. Elle est destinée au raffinage en vue de son utilisation pour la consommation humaine ou destinée à des usages techniques (COI, 2019).

II.3. Qualité de l'huile d'olive

La qualité de l'huile d'olive est définie à partir des perspectives commerciales, nutritionnelles et organoleptiques qui sont liées essentiellement à la composition chimique d'huile. Basée sur les paramètres suivants cités dans l'annexe 1.1, le pourcentage d'acides gras libres, l'indice de peroxyde, les coefficients d'extinction spécifique K232 et K270, ainsi que les caractéristiques sensorielles. Par ailleurs, plusieurs auteurs ont proposé d'inclure les phénols comme un bon indicateur de la qualité de l'huile d'olive (Ranalli *et al.*, 1999 ;Blekas *et al.*, 2002 ; Psomiadou *et al.*.,2003).

II.4. Etapes d'extraction d'huile d'olive

L'huile d'olive est obtenue par trituration des péricarpes des fruits et non pas de leurs graines, dans un moulin à huile spécifique. La teneur en huile varie en fonction de la variété, du stade de maturité à la récolte et des pratiques agronomiques locales (Ben Sassi *et al.*, 2006), il passe par plusieurs étapes qui sont comme suit :

II.4.1. Effeillage et lavage

L'effeuillage est effectué à l'aide d'un appareil automatique muni d'un système d'aspiration, à défaut de disposer d'un système mécanique, il peut être réalisé manuellement.

Cette opération sert à enlever les feuilles, brindilles et autres matières végétales (**Di Giovacchino, 1991 ; Chimi, 2001**).

Après l'effeuillage, il convient de procéder au lavage des olives. Il est réalisé dans un bassin d'eau à circulation forcée pour le lavage des olives (**Michelakis, 1992**). Pour éliminer toutes les impuretés (terre, boue, poussière et pierres) qui risquent d'altérer la qualité de l'huile d'olive en utilisant l'eau potable (**Uzzan, 1994 ; Chimi, 2001**).

II.4.2. Broyage

Les olives propres sont soumises à un broyage poussé qui vise à faire éclater la drupe gorgée d'huile, à permettre le concassage du noyau et l'écrasement de l'amande, ceci est réalisé par des broyeurs à meules (granite ou pierre) ou de broyeurs métallique (à marteaux fixes ou mobiles, à dents ou à disques, à rouleaux...) (**Di Giovacchino, 1991;Uzzan, 1992**).

II.4.3. Malaxage

Le malaxage est une opération fondamentale pour augmenter le rendement de l'extraction, son but est de rompre l'émulsion huile/eau, favorisant ainsi l'agrégation des gouttelettes d'huile de manière à en former les plus grosses (**Khelif et al., 1994**).

Il s'effectue au moyen d'un équipement appelé malaxeur, muni d'un système permettant le réchauffement contrôlé et adéquat de la pâte pendant un temps donné de brassage continu et lent (**COI, 2006**).

D'après le **règlement de l'union européenne N°1019 de (2012)**, la durée du malaxage est de 20 à 40 min et à des températures qui ne doivent pas dépasser 30°C.

II.4.4. Extraction de l'huile

Il s'agit de la séparation du moût huileux des grignons, cette étape est réalisée par divers systèmes qui font appel à des principes mécaniques de conception différente; ces méthodes d'extraction se rattachent à trois types fondamentaux: pression, centrifugation, percolation.

- Pression : Il consiste en un serrage de la pâte d'olive dans des bonnes conditions et libération d'une phase huileuse qui se sépare de la phase pulpe (pulpe) à l'aide de l'effet de drainage des nattes et des fragments de pierre (**Khelif et al., 1994**).

- Centrifugation : le système de centrifugation exploite les différences existantes entre les poids spécifiques de la phase solide (grignons) et les phases liquides (huile et margines), les séparateurs employés sont des centrifugeuses généralement horizontales. Ce système de centrifugation est essentiellement de deux types :

- Système d'extraction avec centrifugation à trois phases.
- Système d'extraction avec centrifugation à deux phases (**COI, 2000**).

- Percolation : le système de percolation est basé sur le principe de faire plonger un plat en acier dans la pâte d'olive, quand il est retiré, il sera enduit de l'huile, en raison de la tension superficielle différente des phases liquides dans la pâte (**khelif et al., 1994**).

III. Composition chimique de l'huile d'olive

La composition chimique de l'huile d'olive dépend largement de la variété du fruit, des conditions agronomiques, du degré de maturité, des conditions climatiques, de l'origine géographique, des procédés d'extraction et des conditions de stockage. Les composés de l'huile d'olive sont souvent classés en deux catégories : la fraction saponifiable et la fraction insaponifiable (**Angerosa et al., 2004**).

III.1. Fraction saponifiable

Elle représente la quasi-totalité de la composition de l'huile d'olive environ 99%, constituée principalement d'acides gras estérifiés (**Karleskind, 1992**).

III.1.1. Acides gras

La composition en acides gras de l'huile d'olive joue un rôle important dans sa qualité nutritionnelle. L'huile d'olive est réputée pour l'abondance de l'acide oléique qui est un acide gras mono-insaturé la composition moyenne en acide gras est présentée en annexe I.2 (**Perrin, 1992**).

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

III.1.2. Triglycérides

Les substances saponifiables sont constituées d'environ 98% de triglycérides. Ces derniers proviennent de l'estérification de trois fonctions alcools du glycérol par des acides gras. La présence des différents acides gras sur le glycérol conduit à un grand nombre de combinaisons possibles pour les triglycérides de l'huile d'olive. Le triglycéride majoritaire de l'huile d'olive est la trioléine (OOO) (annexe I.3) (**Ryan et al., 1998; Boskou et al., 2006**).

III.2. Fraction insaponifiable

La fraction insaponifiable de l'huile d'olive est constituée d'un mélange de plusieurs composés. Celle-ci varie de 0,4 à 0,8% pour l'huile d'olive, et de 1 à 2% pour l'huile de grignon d'olive (**Karleskind, 1992**). Ces composants dits « mineurs » sont responsables du goût et du parfum unique de ce produit, ainsi que de sa stabilité (**Velasco et al., 2002 ; Gallina et al., 2005**).

III.2.1. Stérols

La structure de base des stérols est représentée par le noyau stérol auquel est attachée une chaîne latérale qui diffère d'un type de stérol à l'autre ; ces composés sont rencontrés dans l'huile d'olive sous forme libres ou estérifiés par les acides gras et représentent les constituants majeurs de la fraction insaponifiable (Leroy, 2001).

Les stérols végétaux appelés phytostérols constituent généralement la partie majeure de la fraction insaponifiable des huiles (Stiti, 2002 ; Bentemime *et al.*, 2008).

La quantité totale de stérols dans l'huile d'olive vierge extra varie de 113 à 265 mg/100g dont le principal stérol est le β -sitostérol qui représente jusqu'à 75-90 % du total, suivi du delta-5avénastérol (3 à 14%), du campésterol (2 à 4%), du stigmastérol (1 à 2%) et du cholestérol (<0, 3 %) représenté dans la figure 2 (Velasco et Dobarganes, 2002). Parmi les facteurs influençant cette teneur : la variété des olives et leur degré de maturité (Gutierrez *et al.*, 1999).

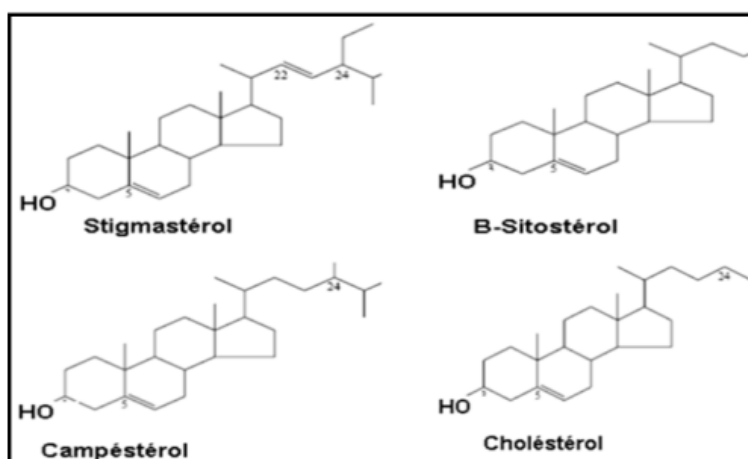


Figure 2: Structure des principaux stérols de l'huile d'olive (Verleyen, 2002).

III.2.2. Tocophérols

Ce sont des composés qui jouent un rôle important dans la qualité nutritionnelle de l'huile d'olive, le plus prédominant est l' α -tocophérol, alors que les autres stéréo-isomères (β , γ et δ) sont présents à l'état de traces (figure 3). 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 contribuant ainsi à la stabilité de l'huile d'olive vierge (Mannan, 1994 ; Ryan *et al.*, 1998; Ben Tekaya et Hassouna, 2007). La teneur en ces substances peut être affectée par de nombreux facteurs, tels que la variété d'olive, le sol, l'altitude, la région, le moment de la récolte et le processus d'extraction (Jiménez *et al.*, 2013).

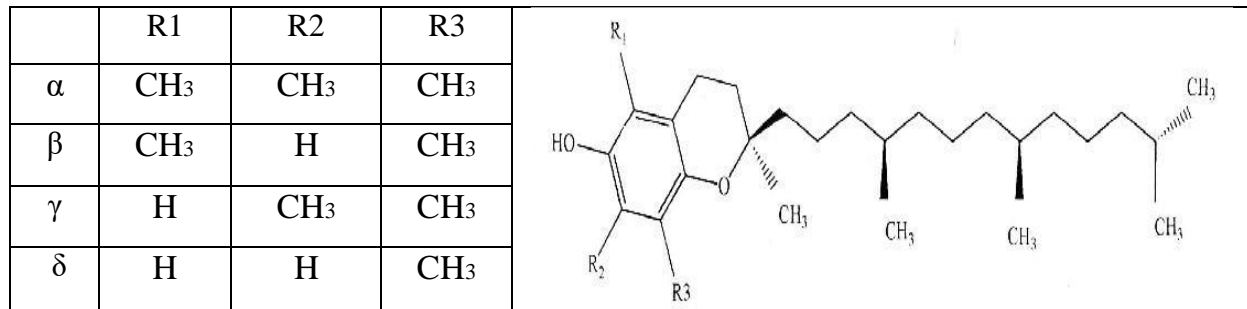


Figure 3 : Structure des tocophérols (Mannan, 1994).

III.2.3. Pigments

La couleur de l'huile d'olive dépend de sa composition en pigments appartenant à la famille des chlorophylles et caroténoïdes (figure 4) (Roca et Minguez-Mosquera, 2001).

➤ Les chlorophylles

Les chlorophylles représentent un groupe de tetrapyroles à magnésium, responsables de la nuance verdâtre de l'huile d'olive et sont présents à des teneurs variant entre 0 et 20 ppm dont 40 à 80% sont des phéophytines (Gandul-Rojas et Minguez Mosquera, 1996).

➤ Les caroténoïdes

Le β -carotène et la lutéine sont les caroténoïdes les plus importants dans l'huile d'olive à raison de 1 à 2,7 ppm et 0,9 à 2,3 ppm, respectivement (Psomiadou et Tsimidou, 2002). Les caroténoïdes, et en particulier le β -carotène (provitamine A), sont capables de capturer les radicaux libres oxygénés, diminuer la photooxydation de l'huile, et jouent aussi un rôle de filtre anti-UV (Fakourelis et al., 1987). Le stockage de l'huile contribue à la perte de ces derniers (Van den berg et al., 2000).

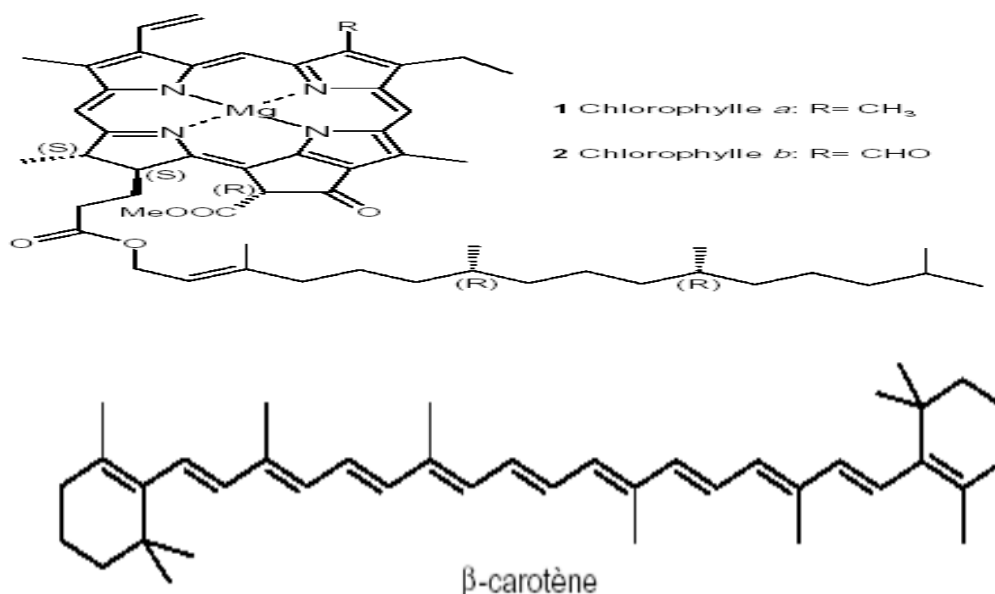


Figure 4: Structures de chlorophylles et du β -carotène (Folly, 2000).

III.2.4. Composés aromatiques

L'huile d'olive est surtout appréciée pour son goût et ses arômes particuliers. Les composés aromatiques sont des molécules de faible poids moléculaire possédant une volatilité à température ambiante (Veillet, 2010). Du point de vue structural, plusieurs composés ont été identifiés dans l'huile d'olive, notamment les hydrocarbures, les aldéhydes, les alcools, les cétones, les furanes et les esters (Vichi *et al.*, 2003; Luna *et al.*, 2006).

La teneur en composés volatils varie d'un cultivar à un autre, dépend étroitement de l'activité des enzymes de la voie lipoxygénase (annexe I.4) (Runcio *et al.*, 2008). D'autres facteurs peuvent influencer leurs teneurs, à savoir: le degré de maturité des olives, le stockage des olives, le temps et la température du malaxage, les conditions climatiques et l'état sanitaire des olives (Morales *et al.*, 2005).

III.2.5. Hydrocarbures

L'hydrocarbure majeur de l'huile d'olive est le squalène $C_{30}H_{50}$ (30 à 50 %) (figure 5) ; il s'agit d'un triterpène qui apparait dans la voie de biosynthèse de cholestérol et autres stérols (Assman et Wahburg, 2000).

La composition qualitative et quantitative des hydrocarbures de l'huile d'olive dépend du cultivar et de la méthode d'extraction de l'huile. En effet, leur concentration diminue remarquablement durant le processus de raffinage (Nergiz et Unal, 1990 ; Lanzon *et al.*, 1994 ; De Leonardis *et al.*, 1998).

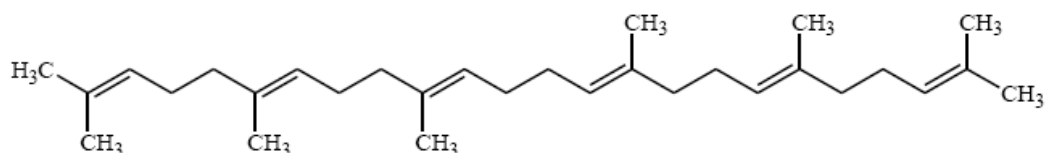


Figure 5 : Structure chimique du squalène (Samaniego *et al.*, 2010).

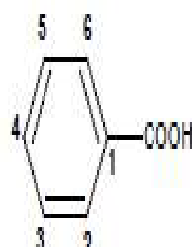
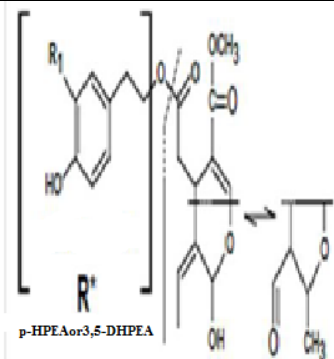
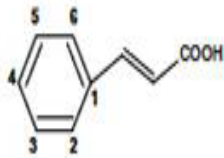
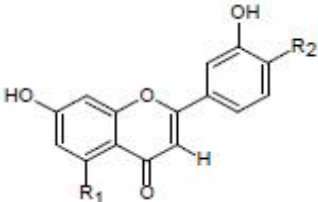
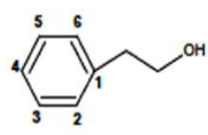
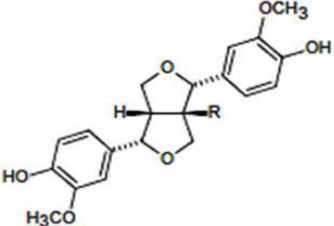
IV. Antioxydants

L'huile d'olive contient plusieurs antioxydants naturels à des concentrations qui varient selon leur état 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 (α -tocopherol), les caroténoïdes et les composés phénoliques (l'hydroxytyrosol et l'oleuropéine) (Owen *et al.*, 2000; Visioli *et al.*, 2002).

IV.1. Composés phénoliques

Parmi les composés phénoliques majeurs de l'huile d'olive : 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, ils 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 que la saveur amère et la sensation piquante (Boskou *et al.*, 2006 ; Tanouti *et al.*, 2011). La structure chimique est identique à tous les polyphénols (tableau I). Ils sont classés en différents groupes en fonction du nombre de noyaux aromatiques qui les composent et des éléments qui les relie. On distingue les alcools phénoliques, les acides phénoliques, les flavonoïdes, les lignanes et les stilbènes (Boros, 2010).

Tableau I : Structures des composés phénoliques identifiés dans l'huile d'olive (Segura-Carretero *et al.*, 2010).

Composés	Structure générale	Composés	Structure générale
Acides benzoïques Acide vanillique Acide syringique Acide gallique Acide hydroxybenzoïque		Secoiridoïdes Oleuropéine aglycone Ligstroside aglycone Oleuropéine Forme dialdéhydique de l'acide élénolique	 <p>p-HPEAor3,5-DHPEA</p>
Acides cinnamiques Acide <i>p</i> -Coumarique Acide <i>o</i> - coumarique Acide caféique		Flavonoïdes Apigénine Lutéoline	
Alcools phénoliques Hydroxytyrosol Tyrosol		Lignanes - (+)-1- Acétoxypinoresinol - (+)-Pinoresinol	

IV.2. Caroténoïdes

Les caroténoïdes et en particulier le β -carotène sont des antioxydants efficaces, car ils neutralisent les espèces oxygénées radicalaires (Morello *et al.*, 2004). Ils sont connus comme désactivant de l'oxygène singulet, par conséquent ils sont des inhibiteurs très efficaces de la photo-oxydation induite par les pigments chlorophylliens (Perrin, 1992). En outre, le bêta carotène filtre les longueurs d'onde actives des radiations lumineuses en protégeant ainsi 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).

V. Propriétés biologiques de l'huile d'olive

De nombreuses recherches ont confirmé les bienfaits de l'huile d'olive pour la santé. Sa consommation a un indiscutable intérêt dans la médecine préventive; ainsi les maladies cardiovasculaires par athérosclérose, digestives, hépatobiliaires et l'ostéoporose, peuvent être prévenues ou diminuées par la consommation de quantités suffisantes de graisses mono insaturées de l'huile d'olive. Ces bienfaits de l'huile d'olive sont corrélés, d'une part, à sa composition en acides gras avec prédominance d'un acide gras mono insaturé (notamment l'acide oléique), et d'autres parts, à sa relative richesse en composés mineurs, notamment en antioxydants, il s'agit, essentiellement, d'alpha tocophérol, de bêta-carotène, de composés phénoliques (en particulier l'hydroxytyrosol), etc. (Ghedira, 2008 ; Ouedrhiri *et al.*, 2016).

VI. Facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive

VI.1. Facteurs agronomiques

VI.1.1. Facteurs climatiques

Le climat a une influence importante sur la maturité des olives et donc sur la composition chimique de l'huile d'olive extraite. En outre, la lumière et la température affectent la concentration en acides gras de l'huile d'olive. Les études ont démontré que la composition en acides gras insaturés, augmentait avec la diminution de la température (Allalout *et al.*, 2011).

VI.1.2. Facteurs géographiques

Les olives cultivées dans différentes zones géographiques présentent des caractéristiques différentes. Ainsi, la qualité de l'huile d'olive est affectée par l'altitude, notamment, sa composition en acides gras (acide oléique). De même, elle présente un effet sur l'acidité, l'indice de peroxyde et la teneur en polyphénols (Osman *et al.*, 1994 ; Mousa *et al.*, 1996).

VI.1.3. Facteurs pédologiques

L'influence du sol sur la qualité de l'huile d'olive est un phénomène complexe : la nature, le pH ainsi que la composition chimique du sol peuvent influencer la qualité de l'huile produite (**Ranalli *et al.*, 1997**).

VI.2. Facteurs intrinsèques du fruit

Plusieurs études ont montré que le cultivar ainsi que le degré de maturité des olives, au moment de la récolte, influent sur la qualité de l'huile d'olive obtenue (**Matos *et al.*, 2007**), particulièrement, sur ses caractéristiques organoleptiques ; en effet, chaque variété donnera une huile avec un profil sensoriel qui lui est propre (**León *et al.*, 2011**). En général, les paramètres liés à l'oxydation des huiles extraites indiquent une détérioration progressive de la qualité de l'huile au fur et à mesure de la maturation du fruit. Les teneurs en tocophérols tendent à diminuer au cours de la maturation (**Bruni *et al.*, 1994**). La composition et le taux en polyphénols totaux se trouve également affecté par la maturation, par conséquent sur la stabilité et la qualité de l'huile (**Beltran *et al.*, 2004**).

VI.3. Influence de la technologie d'extraction

Les étapes de récolte, de transport, de conservation et de transformation des olives ont des effets sur la qualité et les propriétés de l'huile d'olive extraite. De ce fait, les conditions de stockage de l'huile avant sa distribution, requièrent l'emploi de techniques et de matériaux appropriés, et des précautions nécessaires afin d'empêcher l'apparition de défauts éventuels et de retarder le processus d'oxydation (**Uceda *et al.*, 2010**).




Matériel et méthodes

I. Matériel et méthodes

I.1. Échantillonnage

Les huiles d'olive utilisées dans la présente étude proviennent de trois variétés d'olive: récoltées dans une ferme privée à Béjaia dans deux localités différentes une à Amalou Sidi Yahia pour la variété Azeradj sur une altitude de 1000 mètre, et à Seddouk pour les deux autres variétés Limli et Chemlal sur une altitude de 1400 mètre, dont le choix a été fait selon la disponibilité (tableau II). La collecte a été faite en décembre lors de la campagne oléicole 2020/2021. L'extraction a été faite traditionnellement à froid.

Tableaux II : Caractéristiques morphologiques des trois variétés étudiées.

Variété	Caractéristiques morphologiques	Photographies de l'olive et l'huile
Azeradj	Fruit ayant un poids élevé de forme allongée, légèrement asymétrique, sommet pointu, base arrondie.	
Limli	Fruit ayant un poids de 2 g, de petite forme ovoïde, présente une teneur en huile de 15 à 16%.	
Chemlal	Fruit de poids moyen de 2g à pleine maturité, les noyaux présentent une surface lisse et une forme elliptique.	

I.2. Paramètres physico-chimiques

I.2.1. Humidité

Taux d'humidité ou teneur en eau est la perte de masse que subit l'échantillon, après séchage à une température voisine de $105 \pm 2^\circ\text{C}$, dans une étuve isotherme et à une pression atmosphérique, jusqu'à stabilisation du poids (Agar *et al.*, 1998).

Deux grammes de chaque échantillon ont été séchés à l'étuve à 105°C . Les échantillons sont refroidis dans un dessiccateur puis pesés. Le taux d'humidité est exprimé en pourcentage selon la formule suivante :

$$H\% = [(P_1 - P_0) - (P_2 - P_0)] / P_e * 100$$

Où **H(%)**: Taux d'humidité de l'échantillon (exprimé en pourcentage) ;

P₀ : masse de la boîte vide en g ;

P₁ : masse de la boîte avec l'huile en g avant séchage ;

P₂ : masse de la boîte avec l'huile en g après séchage ;

P_e : masse de la prise d'essai (2g).

I.2.2. Acidité

L'acidité, mesure le degré d'hydrolyse et le taux d'acide gras libres présents dans une huile. Selon la nature des matières grasses, elle est exprimée en acide oléique dans le cas de l'huile d'olive (**ISO, 1996**).

Après dissolution d'une masse de 0,5g d'huile dans 2,5ml d'un mélange d'éther-diéthylique/éthanol (V/V). Les acides gras présents sont titrés à l'aide d'une solution d'hydroxyde de potassium (KOH) (0,02N) en présence de phénolphaléine (1%). Un essai témoin (sans matière grasse) est réalisé dans les mêmes conditions. Les résultats sont exprimés en pourcentage d'acide oléique selon la formule :

$$A\% = (V - V_0) N \times M / (10 \times m)$$

Où **A%** : Pourcentage d'acidité

V : Volume de solution de KOH nécessaire pour neutraliser l'échantillon ;

V₀: Volume de solution de KOH nécessaire pour neutraliser le blanc ;

N: Normalité de l'hydroxyde de potassium utilisé pour titrer l'échantillon (0,02N) ;

M: masse molaire de l'acide oléique (282g/ml) ;

m: masse de la prise d'essai (0,5g).

I.2.3. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde représente la quantité des substances de l'échantillon (exprimé en milliéquivalents d'oxygène actif par Kg de matière grasse) qui oxydent l'iodure de potassium en présence de chloroforme et acide acétique. L'iode libéré est titré en retour par une solution de thiosulfate de sodium. L'indice de peroxyde est déterminé selon la méthode décrite dans le règlement **CEE/2568/91**.

Une masse de 0,5 g d'huile est mise en solution avec 2,5 ml du mélange chloroforme/acide acétique, puis additionné d'un volume de 2,5 ml d'une solution saturée d'iodure de potassium. Après une réaction pendant 5 min à l'obscurité, un volume de 2,5 ml d'eau distillée est ajouté et l'iode libéré est titré par une solution de thiosulfate de sodium

(0,01N) en présence d'empois d'amidon comme indicateur. L'indice de peroxyde (IP) est exprimé en milliéquivalent d'oxygène actif par kilogramme d'huile selon la formule suivante:

$$I_p = N (V - V_0) * 1000 / m$$

Où **I_p** : Indice de peroxyde ;

N: Normalité de thiosulfate de sodium (Na₂S₂O₃) (0,01N);

V : Volume de Na₂S₂O₃ nécessaire pour le titrage de l'échantillon ;

V₀: Volume de Na₂S₂O₃ nécessaire pour le titrage de l'essai blanc (ml);

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

I.2.4. Absorbance dans l'ultraviolet

Cette analyse consiste à déterminer les coefficients d'extinction K232 et K270 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**).

Les extinctions spécifiques K232 et K270 sont calculées comme suit : une masse de 0,1g d'huile d'olive a été solubilisée dans 10ml d'hexane, puis le mélange est homogénéisé. Les extinctions ont été mesurées avec un spectrophotomètre UV aux longueurs d'onde 232 et 270nm (**Bouhadjra, 2011**). Les valeurs d'extinctions spécifiques à 232 et 270 nm sont calculées selon la formule suivante:

$$E = A_{\lambda} / C * l$$

Où **E** : Extinction spécifique ;

A_λ : Absorbance à la longueur d'onde λ ;

C : Concentration de la solution en g/100 ml ;

l : Longueur de la cuve en centimètre (1 cm).

I.2.5. Dosage des pigments (chlorophylles et caroténoïdes)

La méthode de **Minguez-Mosquera et al. (1990)** a été adoptée pour le dosage des caroténoïdes et des chlorophylles; une prise d'essai de 3 g d'huile est mise dans une fiole jaugée de 10ml et ajustée jusqu'au trait de jauge avec le cyclohexane. Les absorbances maximales mesurées à 670 nm et à 470 nm nous renseignent sur la fraction chlorophyllienne et les caroténoïdes, respectivement. Les valeurs du coefficient d'extinction spécifique utilisées :

$E_0 = 613$ pour la phéophytine (composant majeur des chlorophylles).

$E_0 = 2000$ pour la lutéine (composant majeur des caroténoïdes).

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

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

Où **A**: Absorbance ;

l : Épaisseur de la cuve 1 cm.

I.3. Dosage des composés phénoliques

I.3.1. Préparation des extraits

L'extraction liquide-liquide a été adoptée selon le protocole relativement modifié décrit par **McDonald (2001)**. Une masse de 4 g d'huile est solubilisée dans 8 ml de méthanol-eau (60:40, v/v). Après agitation pendant 10 min, un volume de 3ml d'hexane a été additionné; le mélange est centrifugé (5000 ppm/5min). Les deux phases se séparent et la phase méthanolique est récupérée et lavée 4 fois avec l'hexane (3ml×4) afin de délipider les extraits.

I.3.2. Dosage des composés phénoliques totaux

Le principe de la réaction de dosage des composés phénoliques est basé sur leur capacité à réduire les acides phosphotungstique ($H_3PM_{12}O_{40}$) et phosphomolybdique ($H_3PW_{12}O_{40}$) contenus dans le réactif de Folin-ciocalteu, en oxyde de tungstène et molybdène (**Vuorela, 2005**). La teneur en composés phénoliques totaux est déterminée selon la méthode décrite par **Kahkonen et al. (1999)**. Un volume de 200 μ l d'extrait est mélangé avec 1 ml du réactif de Folin-Ciocalteu dilué. Le mélange est agité pendant 3 minutes puis additionné avec 800 μ l de carbonate de sodium (4%). Après 1 heure d'incubation à l'obscurité, l'absorbance est mesurée à 725 nm. La concentration en composés phénoliques totaux est estimée en mg équivalent d'acide gallique (EAG/kg d'huile d'olive), elle a été déduite de la courbe d'étalonnage (figure 2, annexe II) provenant de la régression linéaire des valeurs obtenues pour la solution standard.

I.3.3. Dosage des *ortho*-diphénols

La teneur en *ortho*-diphénols est estimée selon la méthode de **Tovar et al. (2002)**. Un volume de 0,5 ml d'extrait est additionné de 2 ml de molybdate de sodium (5%). Après agitation puis incubation pendant 10 minutes, l'absorbance est mesurée à 350 nm et la teneur en *ortho*-diphénols est exprimée en mg équivalent d'acide caféique, en se référant à une courbe d'étalonnage (figure 3, annexes II).

I.3.4. Dosage des flavonoïdes

La teneur en flavonoïdes est déterminée selon la méthode décrite par **Kim *et al.* (2003)**. 200 µl d'extrait sont mélangés avec 800 µl d'eau distillée, 60 µl de nitrite de sodium et 60 µl de chlorure d'aluminium. Après incubation pendant 5 min, le mélange est additionné de 300µl d'hydroxyde de sodium (1M) et de 480 µl d'eau distillée. L'absorbance est mesurée à 510 nm et la teneur en flavonoïdes est exprimée en mg équivalent de catéchine dans kg d'huile d'olive, en se référant à une courbe d'étalonnage (figure4, annexe II).

I.4. Mesure de l'activité antioxydante

I.4.1. Activité anti radicalaire

La méthode au DPPH• (1,1-di-phenyl-2-picrylhydrazyl radical) est utilisée pour déterminer la capacité des extraits à céder des protons et/ou des électrons afin de neutraliser les radicaux DPPH• (**Williams *et al.*, 1995**).

Un volume de 100 µl d'extrait est additionné de 900 µl de la solution DPPH•. Le mélange est incubé à l'obscurité pendant 30 min et la décoloration par rapport au témoin, contenant le DPPH et le solvant d'extraction est mesurée à 517 nm (**Turkmen *et al.*, 2006**). L'activité anti radicalaire est exprimée en pourcentage d'inhibition du radical DPPH selon la formule ci-après:

$$\text{Pourcentage d'inhibition (\%)} = [(A_t - A_e) / A_t] * 100$$

Où **At**: Absorbance du témoin ;

Ae: Absorbance de l'extrait.

I.4.2. Pouvoir réducteur

La présence d'un composé réducteur dans les échantillons testés entraîne la réduction du fer ferrique (Fe^{3+}) du complexe ferricyanure en fer ferreux (Fe^{2+}), dans un milieu acidifié par l'acide trichloracétique, cette réaction se traduit par le virage de la couleur jaune du ferricyanure de potassium vers la couleur bleue verte, dont l'intensité dépend du pouvoir réducteur (**Li *et al.*, 2009**).

Le pouvoir réducteur est estimé par la méthode de **Gülçin *et al.* (2002)**. 250 µl d'extrait sont mélangés avec 250 µl de tampon phosphate (0,2 M, pH 6,6) et 250 µl de ferricyanure de potassium (1%). Après incubation, à 50 °C/20 min, 250 µl d'acide trichloroacétique (10%) sont additionnés et laissés réagir 5min, puis un volume de 200 µl de chlorure ferrique (0,1%)

sont ajoutés. L'absorbance est mesurée à 700nm. Le pouvoir réducteur des extraits est exprimé en mg équivalent acide ascorbique (figure 5, annexes II).

I.4.3. Pouvoir chélateur de fer

La ferrozine réagit avec les ions divalents pour former un complexe violet ou rouge très soluble dans l'eau. L'absorbance du complexe ferrozine-Fe²⁺ est maximale à 562 nm (Norshazila *et al.*, 2010). La capacité chélatrice des extraits d'huile d'olive est mesurée en suivant l'inhibition de la formation du complexe Fe²⁺-ferrozine après incubation des échantillons avec le fer divalent selon la méthode de Wang *et al.* (2008). Un volume de 250µl d'extrait est additionné de 25 µl du chlorure ferreux (5 mM) et 800 µl d'eau distillée. Le mélange est agité puis incubé à l'obscurité à température ambiante pendant 5 min; un volume de 50 µl de la solution de ferrozine (5 mM) est ajouté au mélange réactionnel; l'absorbance du complexe Fe²⁺-ferrozine est mesurée à 562 nm. L'effet séquestrant des extraits d'huile vis-à-vis du fer est exprimé en pourcentage selon l'équation suivante :

$$\text{Capacité chélatrice (\%)} = [1 - (A_1 - A_2) / A_0] \times 100$$

- Où
- A0** : Absorbance en absence d'extrait ;
 - A1** : Absorbance en présence de l'extrait ;
 - A2** : Absorbance en absence de ferrozine.

I.5. Analyse statistique

Les résultats obtenus pour chaque échantillon représentant la moyenne de trois essais. Une étude statistique à été réalisée pour la comparaison de ses 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) test LSD à l'aide d'un logiciel STATISTICA 5,5. Le seuil de signification des résultats est pris à la probabilité $p < 0,05$.

Résultats et discussion

II. Résultats et discussion

II.1. Analyses physico-chimiques

Les résultats des analyses physico-chimiques effectuées sur les trois variétés d'huiles d'olives étudiées (Limli, Azeradj, Chemlal) sont représentés dans le tableau III.

Tableau III : Résultats des paramètres physico-chimiques des huiles analysées.

Paramètres physico-chimiques	Moyenne \pm écart type		
	Limli	Azeradj	Chemlal
Humidité %	0,09 ^a \pm 00	0,08 ^a \pm 0,02	0,09 ^a \pm 00
Acidité (% acide oléique)	0,64 ^c \pm 0,07	1,05 ^b \pm 0,07	2,31 ^a \pm 0,12
Indice de peroxyde (Még d'O ₂ /Kg)	13 ^c \pm 2,31	16 ^{ab} \pm 0	19 ^a \pm 30
Extinction spécifique à 232	0,50 ^a \pm 0,33	0,18 ^a \pm 0,10	0,64 ^a \pm 0,51
Extinction spécifique à 270	0,24 ^a \pm 0,08	0,08 ^c \pm 0,03	0,16 ^{ab} \pm 0,03
Chlorophylles mg/kg	1,22 ^b \pm 0,64	2,60 ^a \pm 0,19	2,18 ^a \pm 0,34
caroténoïdes mg/kg	1,24 ^c \pm 0,14	7,82 ^a \pm 0,01	1,60 ^b \pm 0,13

Les résultats représentent la moyenne \pm l'écart type; les différentes lettres minuscules (a-c) indiquent des différences significatives (test ANOVA, $p < 0,05$) entre les variétés étudiées.

II.1.1. Humidité

La présence de l'eau dans l'huile est susceptible d'avoir une incidence sur sa qualité, elle constitue un support pour le développement microbien et autres activités enzymatiques (hydrolyse et oxydation) (Karleskind, 1992).

Le taux d'humidité des huiles d'olives des trois variétés analysées ne présente aucune différence significative ($p < 0,05$), les deux huiles Chemlal et Limli enregistre une teneur en eau de 0,09%, tandis que Azeradj est de 0,08%.

Toutes les valeurs enregistrées sont conformes à la norme fixée par le COI (2019) caractérisant l'huile d'olive extra vierge ($\leq 0,2\%$).

II.1.2. Acidité

L'acidité est l'une des caractéristiques chimiques de l'huile d'olive qui sert à indiquer le niveau qualitatif d'une huile et à déterminer sa catégorie. C'est un paramètre qui renseigne sur l'altération des huiles par hydrolyse, il permet de donner un niveau de l'état de dégradation de la matière grasse de l'huile d'olive, lorsque des triglycérides sont dégradés, les acides gras qui

les constituent sont libérés dans l'huile, ils sont alors dits acides gras libres (**Boublenza, 2009**). La teneur d'huile d'olive en acides gras libres, exprimée en pourcentage d'acide oléique (C18:1) libre (**COI 2019**).

L'analyse statistique révèle des différences significatives ($p < 0,05$) du taux d'acidité entre les huiles d'olives des trois variétés analysées (tableau III). L'huile de la variété Chemlal présente l'acidité la plus élevée 2,31 % suivie de celle de Azeradj 1,05 % et enfin celle de Limli 0,64%.

Parmi les huiles étudiées, l'huile de la variété Limli présente une acidité inférieure à celles d'huiles des variétés marocaines analysées par **Meftah et al. (2013)**, tandis que la variété Chemlal présente un taux d'acidité similaire. Par ailleurs, à l'exception de la variété Limli qui présente le taux d'acidité le plus faible, les valeurs des variétés Azeradj et Chemlal sont similaires avec celles obtenus par **Benabid et al. (2008)** dans une étude menée sur variétés Algériennes.

II.1.3. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde détermine les hydroperoxydes formés au cours du stockage d'huile d'olive et constitue l'un des moyens directs pour mesurer l'auto-oxydation lipidique (**Boskou, 1996 ; Ryan et al., 1998**).

L'analyse statistique montre aucune différences significatives ($p < 0,05$) entre les huiles d'olives des deux variétés Azeradj et Chemlal analysée. L'huile de la variété Limli présente l'indice de peroxyde le plus faible 13 méq O₂ /kg (tableaux III).

Ces valeurs sont plus élevées que celles enregistrées par **Tamendjari et al. (2018)** concernant les huiles d'olive vierges algériennes (Chamlal et Azeradj) et celles obtenues par **Tamborrino et al. (2020)**. Les valeurs de l'indice de peroxyde sont inférieures à 20 méq O₂/kg, limite fixée pour l'huile extra vierge (**COI, 2019**), ce qui indique que les résultats consignés dans le tableau III répondent aux normes.

II.1.4. Extinction spécifique l'UV

Les méthodes UV reposent sur la détermination des coefficients d'extinction à 232 nm et à 270 nm, qui correspond à l'absorption maximale des diènes et des triènes conjugués (**Boskou, 1996**).

Aucune différence significative du coefficient K_{232} n'est notée entre les huiles des trois variétés analysées (tableau III). De même pour les variétés Chemlal et Limli qui présentent un similaire coefficient K_{270} .

Pour l'extinction spécifique du coefficient K_{270} la valeur la plus élevée est enregistrée par la variété d'huile Limli avec un taux de 0,24 suivi de Chemlal 0,16 et Azeradj 0,08, tandis que la valeur la plus élevée du coefficient K_{232} caractérise la variété d'huile Chamlal avec un taux de 0,64 suivi de celle des huiles des variétés Limli et Azeradj qui sont de 0,5 et 0,18 respectivement. Ces valeurs sont conformes aux normes du **COI (2019)**.

Les résultats obtenus sont pratiquement similaires à ceux des huiles vierges Tunisiennes analysées par **Haddada et al. (2007)**, et les huiles Algériennes analysées par **Tamendjari et al. (2018)** pour le coefficient d'extinction K_{270} , et elles sont inférieures pour le coefficient d'extinction k_{232} .

L'extinction spécifique à 232 nm et à 270 nm d'une huile reflète son état d'oxydation. Plus son extinction à 232 nm est forte, plus elle est peroxydée. De même, plus l'extinction à 270 nm est forte, plus l'huile est riche en produits d'oxydation secondaires et traduit sa faible aptitude à la conservation (**Boulfane et al., 2015**).

II.1.5. Dosage des pigments

Aucune différences significatives pour les chlorophylles ont été enregistrées ($p < 0,05$) entre les deux variétés Chemlal et Azeradj analysées.

Les teneurs en chlorophylles des huiles étudiées varient selon le cultivar (tableaux III). La variété Limli renferme la plus faible concentration en ces pigments 1,22 mg/kg, suivi de la variété Chemlal avec une teneur de 2,18 mg/Kg, tandis que la teneur la plus élevée est enregistrée par la variété Azeradj (2,60 mg /kg). Ces valeurs sont inférieures à celles rapportées par **Benrachou (2013)** qui ont mené une étude sur des huiles d'olives issues de trois variétés (Limli, Bouricha et Blanquette) de l'est algérien (Jijel, Bejaia, Guelma).

Par ailleurs, l'analyse statistique a révélé des différences significatives ($p < 0,05$) de la teneur en caroténoïdes des variétés des huiles étudiées. La variété Azeradj enregistre la valeur la plus élevée avec une teneur de 7,82 mg/Kg suivi de celles de la variété Chemlal avec un taux de 1,60 mg /kg et Limli avec un taux de 1,24 mg/kg (tableaux III).

Les résultats rapportés par **Manai et al. (2012)** sont similaire aux résultats obtenus pour les deux huiles des deux variétés Chemlal et Limli, hors que l'huile de la variété Azeradj a enregistré une teneur plus élevée.

Les faibles teneurs en chlorophylle sont souhaitées pour éviter l'action pro-oxydante de ces pigments et pour assurer ainsi une bonne conservation des huiles ; d'où l'intérêt de produire des huiles d'olive à partir d'olives au stade tournant et de procéder au défeuillage lors de l'extraction de l'huile. En effet, au début de la maturité des olives, la concentration en

chlorophylles est élevée. Cette valeur diminue continuellement au fur et à mesure de la maturité des olives. Cette diminution est due à la dégradation de la chlorophylle en phéophytines qui confèrent à l'huile sa couleur jaune (Boulfane *et al.*, 2015).

II.2. Teneur des composés phénoliques

II.2.1. Teneur des composés phénoliques totaux

Les polyphénols sont considérés comme des antioxydants naturels qui sont responsables de la stabilité des huiles d'olives pendant le stockage et le chauffage (Brenes, 2002).

L'étude statistique a révélé des différences significatives ($p < 0,05$) entre les trois variétés d'huiles d'olives étudiées (figure 6). Les résultats obtenus montrent que les huiles renferment des teneurs en composés phénoliques totaux qui varient entre 13 et 32 mg/kg.

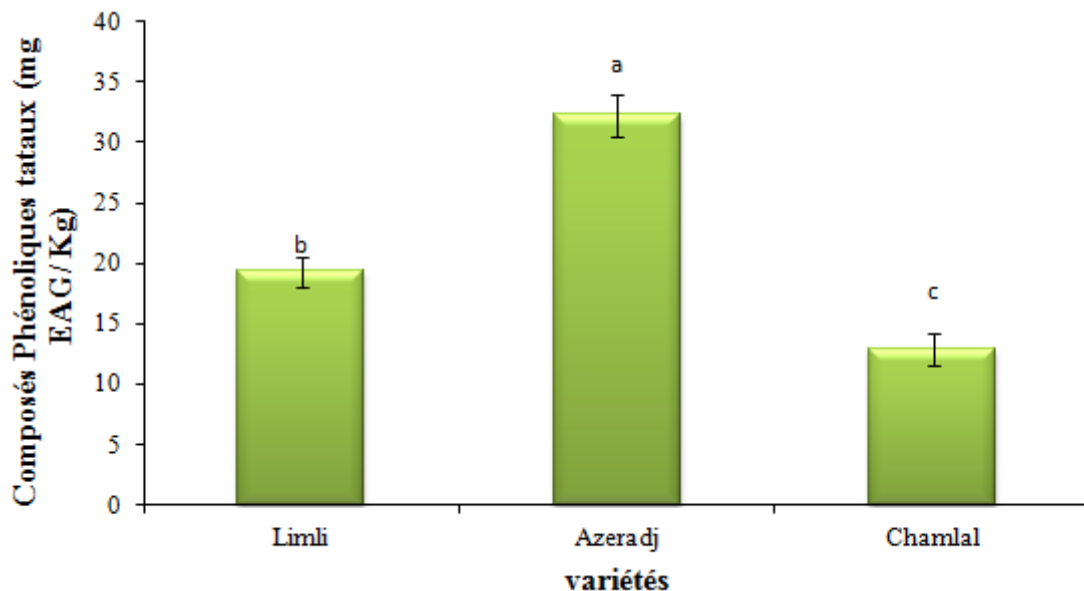


Figure 6 : Teneur en polyphénols totaux des huiles étudiées.

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

Les teneurs obtenues sont très faibles par rapport à celles trouvées par Metlef *et al.* (2017) qui a mené une étude sur l'activité antioxydante de quelques huiles algériennes de l'Est et du centre de l'Algérie, et celles enregistrées par Tamborrino *et al.* (2020).

Les variations des teneurs des polyphénols peuvent s'expliquer par plusieurs facteurs à savoir la maturité des olives, le stockage avant la trituration des olives, le processus

technologique d'extraction de l'huile, mais elles dépendent également de la variété cultivée et de la zone géographique (Garcia *et al.*, 2003).

II.2.2. Teneur des *ortho*-diphénols

L'analyse statistique des résultats montre qu'il n'existe aucune différence significative entre les huiles des deux variétés Limli et Azeradj (figure5).

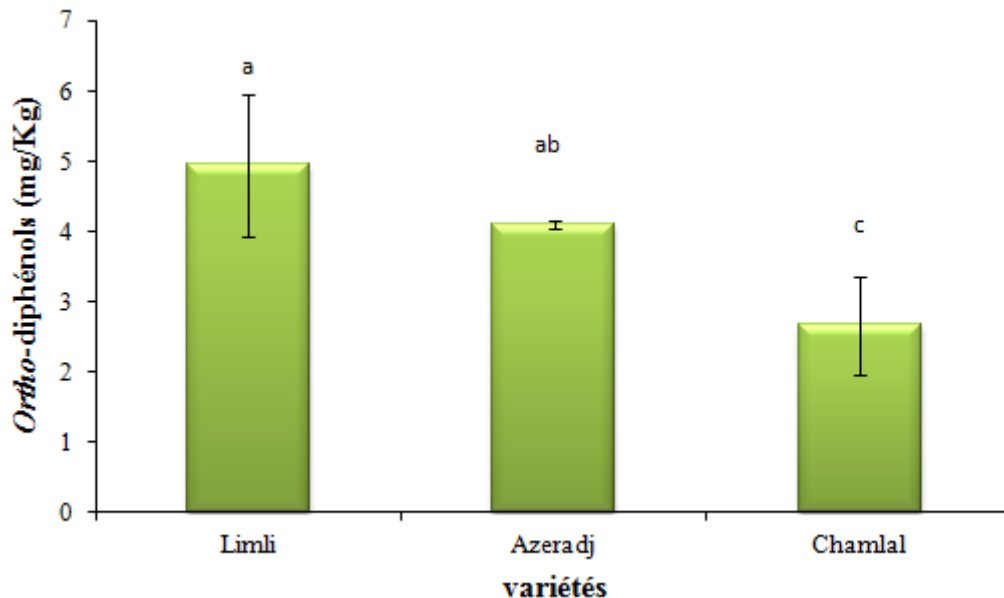


Figure 7 : Teneur en Ortho-diphénols des variétés d'huiles étudiées.

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

Les huiles analysées renferment des teneurs en *ortho*-diphénols plus faibles que celles obtenues par Blekas *et al.* (2002), et à celles de Zegane *et al.* (2015).

Le cultivar est un facteur important influençant la composition en polyphénols totaux et en *Ortho*-diphénols (Zarrouk *et al.*, 2009 ; Soufi *et al.*, 2014). En outre, cette composition n'est pas seulement liée à la variété, mais aussi aux interactions complexes entre plusieurs facteurs à savoir: le degré de maturité, l'état sanitaire des olives, la zone géographique, le système d'extraction de l'huile (Haddam *et al.*, 2014).

II.2.3. Dosage des flavonoïdes

L'analyse statistique a révélé que aucune différences significatives au seuil $p < 0,05$ entre les deux huiles Limli et Chemlal étudiées n'est enregistrées, les résultats sont illustrées dans la figure 8. L'huile de la variété Azeradj renferme la teneur la plus élevée 372 mg/kg.

Par ailleurs, les résultats obtenus sont plus élevés à ceux enregistrés par **Portal et al. (2017)**. Les flavonoïdes constituent généralement une fraction mineur des phénols de l'huile d'olive (**Murkovic et al., 2004 ; Ocakoglu et al., 2009**).

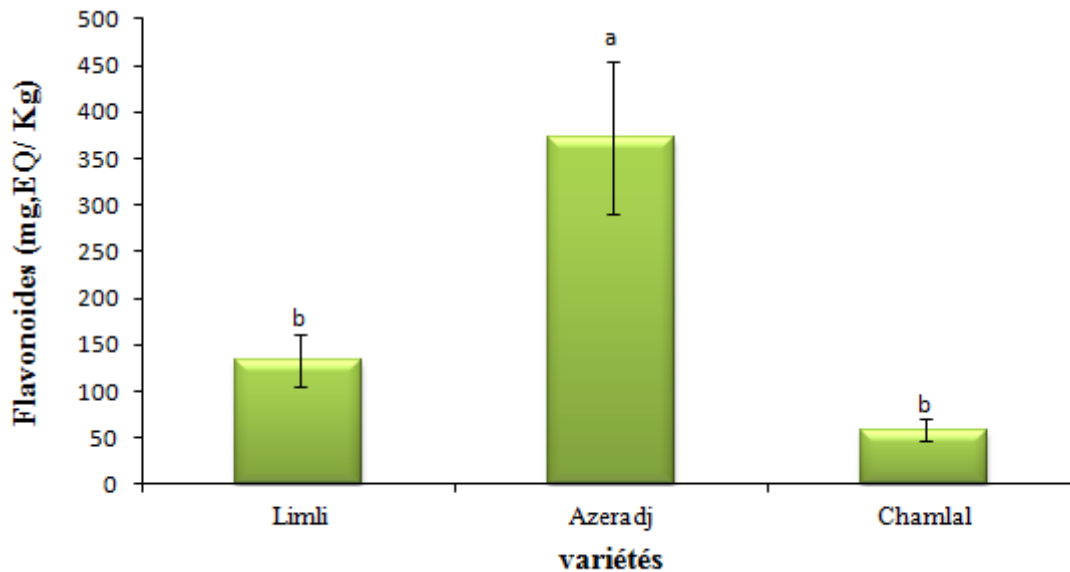


Figure 8 : Teneur en flavonoïdes des variétés d'huiles étudiées.

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

II.3. Mesure de l'activité antioxydante

II.3.1. Activité anti radicalaire

Les huiles d'olive analysées possèdent une capacité à piéger le radical DPPH• ; aucune différence significative n'est observée entre les huiles des variétés Limli et Azeradj (figure 9).

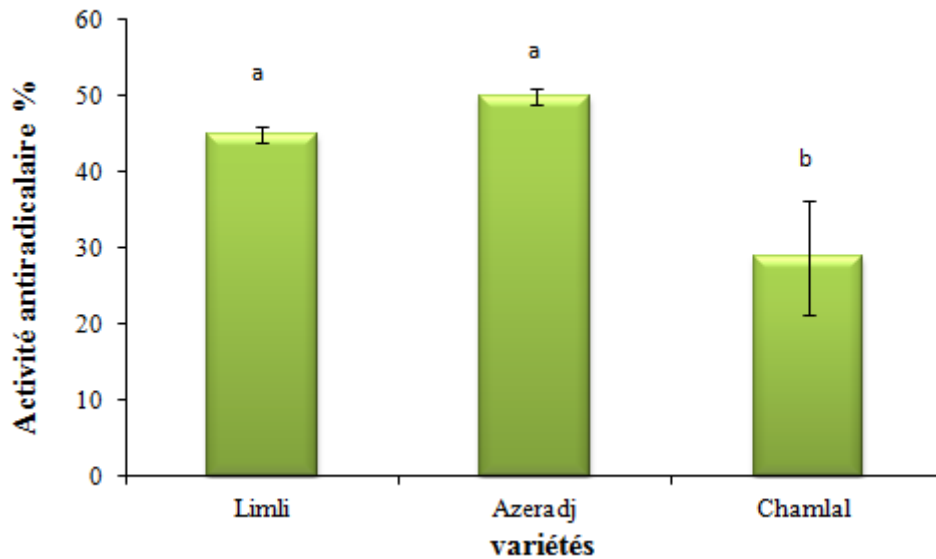


Figure 9: Activité anti-radicalaire des variétés des huiles étudiées.

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

De même que pour les composés dosés, les extraits de la variété Azeradj exercent l'activité anti-radicalaire la plus élevée (50 %), l'huile de la variété Limli avec un taux d'inhibition de 45 %, et l'huile de la variété Chemlal enregistrée la valeur le plus faible 29%.

Les résultats enregistrés obtenus dans la présente étude sont supérieurs à ceux de certaines huiles d'olive algériennes de l'Est et du centre Algérien (Melfef *et al.*, 2017), mais similaire à ceux des huiles d'olive extraites par méthode traditionnelle (Merouane *et al.*, 2014).

II.3.2. Pouvoir réducteur

L'analyse statistique a montrée des différences significatives entre les d'huiles des variétés analysées (figure10). On remarque que l'extrait d'huile de la variété Azeradj présente la meilleure capacité à réduire le fer ferrique (Fe^{3+}) en fer ferreux (Fe^{2+}), suivie d'extrait d'huile de la variété Limli, puis l'extrait d'huile de la variété Chemlal qui exerce le pouvoir réducteur le plus faible.

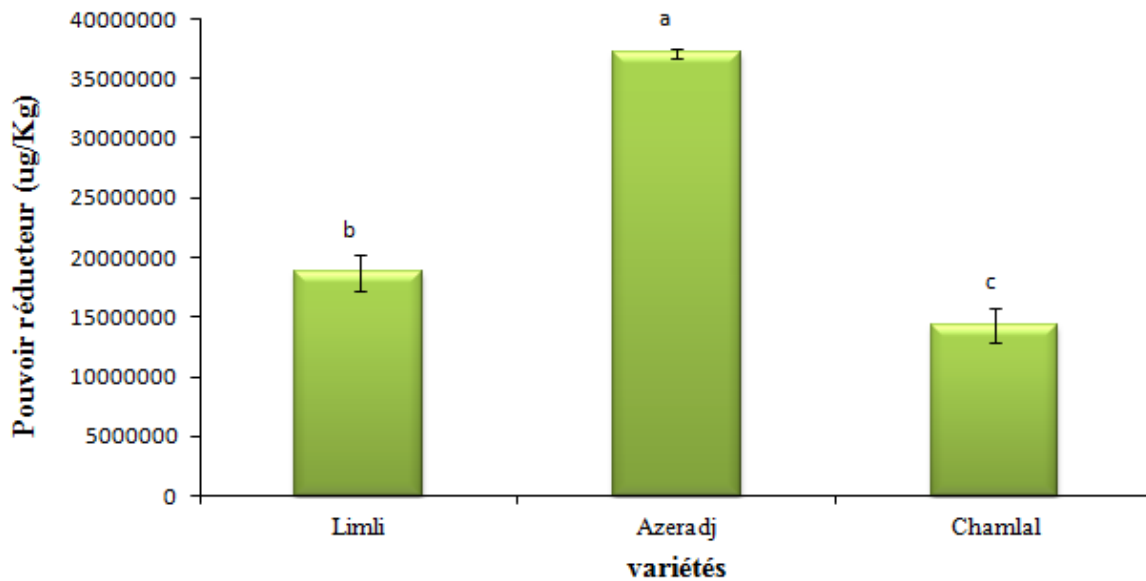


Figure 10 : Pouvoir réducteur des variétés d’huiles analysées.

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

Les valeurs obtenues sont similaires à celles de quelques huiles analysées par **Abdallah M et al. (2018)**, et elles sont inférieures à celles enregistrées par **Elaasser et al. (2020)** portant sur trois cultivars tunisiens.

Les résultats de la présente étude confirment ceux de plusieurs études, en effet, les polyphénols présents dans les extraits d’huiles d’olives réagissent comme donneurs d’électrons entraînant la réduction du complexe ferrique Fe^{3+} (de couleur jaune) en fer ferreux Fe^{2+} (de couleur bleus verdâtre), dont l’intensité est proportionnelle au pouvoir réducteur (**Gulçin et al., 2007**).

II.3.3. Pouvoir chélateur de fer

Les résultats obtenus montrent que les différents extraits d’huiles analysées interfèrent avec la formation du complexe (Fe^{2+} -Ferrozine), donc ces extraits possèdent une activité chélatrice de fer ferreux avant sa complexation avec la ferrozine.

Une différence significative ($p < 0,05$) entre l’huile de la variété Limli et les deux autres variétés est constatée (figure 11), toutefois aucune différence significative n’est observée entre les huiles Azeradj et Chamlal.

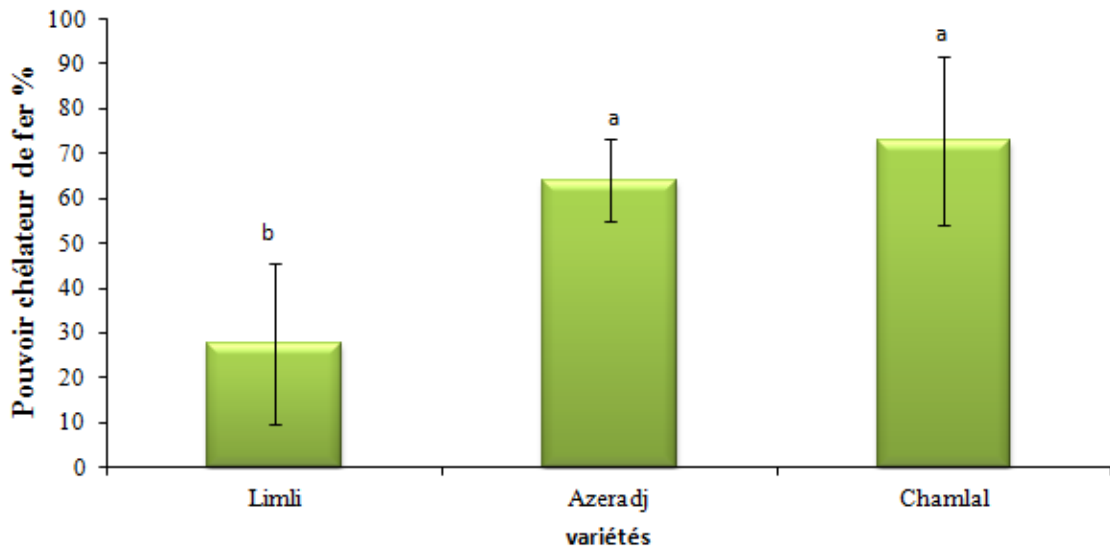


Figure 11: Pouvoir chélateur de fer des variétés d'huiles étudiées.

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

Ces résultats indiquent que l'huile de la variété Chamlal présente un pouvoir chélateur de fer élevée (73%), puis celui de l'huile d'olive de la variété *Azeradj* (64%), et enfin celui de l'huile de la variété *Limli* (28%).

Les résultats obtenus sont relativement similaires à ceux obtenus par (**Zegane et al., 2015**), pour l'huile d'olive de la variété *Limli* et inférieures à celles des deux autres variétés (*Azeradj* et *Chemlal*)

Conclusion

Conclusion

Ce travail nous a permis de déterminer quelques paramètres de qualité, les composés chimiques, ainsi que les teneurs en substances antioxydantes et l'activité des huiles d'olive issues de trois variétés algériennes : Lilmi, Azeradj et Chemlal.

Les résultats des analyses physicochimiques (l'acidité, indice de peroxyde et l'extinction spécifique dans les l'UV) des huiles d'olive sont conformes aux normes fixées par C.O.I.

Les teneurs en composés phénoliques sont appréciables pour les trois variétés analysées, la variété Azeradj présente la teneur la plus élevée en polyphénols totaux (32,84 mg/Kg); la teneur la plus élevée en *ortho*-diphénol a été enregistrées par la variété Limli (5,27mg/kg), par ailleurs, l'huile de la variété Chemlal renferme la teneur la plus élevée en flavonoïdes (392 mg/kg).

Concernant l'estimation de l'activité antioxydante, la méthode au pouvoir réducteur et l'activité anti radicalaire a révélé que l'extrait d'huile de la variété Azeradj exerce les meilleures activités, tandis que le meilleur pouvoir chélateur de fer est noté dans les extraits de la variété Chemlal.

L'étude de la fraction phénolique des extraits d'huile d'olive constitue un outil important pour la caractérisation des huiles d'olive qui sont une source considérable en divers antioxydants qui exercent plusieurs activités biologiques, ce qui confirme l'intérêt de leur consommation.

En perspective, il serait souhaitable de poursuivre cette étude par les analyses sensorielles, microbiennes, HPLC...etc, le suivi de la stabilité des huiles ainsi que la caractérisation par des méthodes plus performantes. Élargir la zone d'étude en augmentant le nombre d'échantillon, et traiter d'autres variétés.

*Références
bibliographiques*

Références bibliographiques

A

- **Abdallah M, Marzocco S, Adesso S, Zarrouk M, Guerfel M. (2018).** Olive oil polyphenols extracts inhibit inflammatory markers in J774A.1 murine macrophages and scavenge free radicals. *Acta Histochem.*120, 1–10. [https://doi. Org /10.1016/j.acthis.2017.10.005](https://doi.org/10.1016/j.acthis.2017.10.005).
- **AFNOR, (1984).** (Association Française de normalization). Corps gras-graines oléagineuses produits dérivés, 4eme édition, Paris, P 459.
- **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 agricultur and Food Chemistry*, 3415-3421.
- **Alais C., Linden G. et Miclo L. (1999).** Lipides. In : *Biochimie alimentaire*. Ed Dunod, p. 51- 71.
- **Allalout A., Krichène D., Methenni K., Taamalli A., Daoud D. et Zarrouk M. (2011).** Behavior of super-intensive spanish and greek olive cultivars grown in northern Tunisia. *Journal of Food Biochemistry*, 35: 27-43. .
- **Angerosa F., Servili M., Selvaggini R., Taticchi A., Esposto 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.
- **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.
- **Bajoub A., Carrasco-Pancorbo A., Ajal E. A., Ouazzani N. et Fernandez-Gutierrez A. (2015).** Potentiel of LC–MS phenolic profiling combined with multivariate analysis as an approach for the determination of the geographical origin of north morocco an virgin olive oils. *Food Chemistry*, 166: 292-300.

- **Benyahia N et Zet K (2003).** Analyses des problèmes de l'industrie de l'huile d'olive et solution récemment développées. Contribution spéciale de sustainable business associées (suisse) à SESEC 11.28-29.
- **Beltron G., Del Rio C., Sanchez S. & Martínez L. (2004).** Influence of harvest date and crop yield on the fatty acid composition of virgin olive oils from. *Picual Journal of agricultural and foodchemistry*, 3434-3440.
- **Ben Tekaya I et Menasser H (2007).** Effet des chlorophylles de la beta carotène de l'alphatocopherol du tyrosol et de leurs interactions sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive Tunisienne. *OCL*, 14(1): 60-6.
- **Beirão A.R.B. ET Bernardo-Gil M.G. (2006).** Antioxidants from *lavandula luisieri*. 2nd mercosur congress engineering on chemical. Portugal. 8p.
- **Ben Sassi, A., Boularbah, A., Jaouad, A., Walker, G., Boussaid, A. (2006).** Acomparision of Olive oil Mill Wastewaters (OMW) from three different processes in Morocco. *Process Biochem.* 41(1): 74-78.
- **Bentemim S., Manai H., Methnni K. (2008).** Sterolic composition of Chetoui virgin olive oil: Influence of geographical origin. *Food Chemistry* (10), 366-374.
- **Benabid H., Naamoune H., Noçairi H., N (2008).** Rutledge D., *Journal of food, agriculture & Environment.* 6 43-51.
- **Benlemlih M et Ghannam J. (2012).** Polyphénols d'HUILE d'OLIVE, trésors santé! .Ed. Medicatrix: 19-35.
- **Benrachou N. (2013).** Etude des caractéristiques physicochimiques et de la composition biochimique d'huiles d'olive issues de trois cultivars de l'Est algérien. (Université Badji Mokhtar Annaba).
- **Bianchi, G. (2003).** Lipids and phenols in table olives. *European Journal of Lipid Science Technology*, 105:229-242.
- **Blekas G. Psomiadou E. Tsimidou M. and Boskou D. (2002).** On the importance of total polar phenols to monitor the stability of greek virgin olive oil. *European Journal of lipid Science and technology*, 104(6): 340-346.
- **Boskou D. (1996).** Olive Oil, Chemistry and Technology. AOCS Press, Champaign, IL, USA, pp. 96-100.
- **Boskou D. (1996).** Olive Oil; Chemistry and Technology. American Oil Chemist's Society. Press: champaign, IL, USA, pp.52-83.

- **Boskou, D. (2015).** Olive oil. In Specialty Oils and Fats in Food and Nutrition, (Elsevier), pp. 3 38.
- **Boskou D., Tsimidou M. et Blekas G. (2006).** Polar Phenolic Compounds. Food Chemistry and Technology, 5: 73-92.
- **Boskou D, Blekas G, Tsimidou M., (2006).** Olive oil composition, Olive oil. Chemistry and technology, Champaign Illinois: American oil Chemists society USA. pp 41 72.
- **Boublenza I, (2009).** Contribution à l'étude de l'analyse de l'huile de *Citrus colocyne* (coloquinte) et de son pouvoir antimicrobien. Mémoire de magister de biologie ; Université abou-bekrbelkaid, Tlemcen.P. 2-3
- **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.
- **Bouhadjra K. (2011).** Etude de l'effet des antioxydants naturels et de synthèse sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge. thèse pour l'obtention du diplôme de magister. Université Mouloud Mammeri.Tizi-Ouzou. P.
- **Boulfane S., Maata N., Anouar A., Hilali S. (2015).** Caractérisation physicochimique des huiles d'olive produites dans les huileries traditionnelles de la région de la Chaouia-Maroc. Journal of Applied Biosciences. 87: 8022– 8029.
- **Bruni U., Cortesi N. & Fiorano P. (1994).** Influence des techniques agronomiques, des cultivars et des zones d'origine sur les caractères de l'huile d'olive vierge et les niveaux de certains de ses composants « mineurs ». *Olivae*. 53, 28-34.
- **Brenes M., Garcia A., Rios J., Garcia P. & Garrido A. (2002).** Use of 1-acetoxypinoresinol to authenticate Picual olive oils. International Journal of Food Science and Technology. 37: 615–625.

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

- **Chimi H., (2001).** Qualité des huiles d'olive au Maroc, enquête national et analyses au laboratoire, Transfert de technologie en agriculture-bulletin mensuel d'information et de liaison du PNTTA., 79 4.
- **Covas M.I. (2007).** Olive oil and the cardiovascular system. *Nutritional Pharmacology*, 55 (3): 175-186.
- **Conseil oléicole international(C.O.I). (2000).** Catalogue mondial des d'olivier variétés.
- **Conseil Oléicole International (C.O.I). (2006).** Guide de gestion de la qualité de l'industrie de l'huile d'olive: les moulins. T.33/Doc. N° 2-4 2006.
- **Conseil Oléicole International. (2019).** Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive P : 7 et 8.
- **Conseil Oléicole International. (2019).** Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive P : 1,2 et 3.

D

- **De Leonardis A., Macciola V., De Felice M. (1998).** Rapid determination of squalene in virgin olive oils using gas-liquid chromatography. *It. J. Food Sci.* 1, 75-80.
- **Del Carlo M., Sacchetti G., DI Mattia C., Compagnone D., Mastrocola D., Liberatore L., Cichelli A., (2004).** *Journal Agricultural and Food Chemistry.* 52 4072.
- **De Faveri D., Aliakbarian B., Avogadro M., Perego P. et Converti A. 2008.** Amélioration d'huile d'olive composés phénoliques contenus par le biais de formulations enzymatiques: *Biochemical Engineering Journal*, 41: 149-156.
- **Di Giovacchino L. (1991).** L'extraction de l'huile des olives par les systèmes de la pression, de la centrifugation et de la percolation incidence des techniques d'extraction sur les rendements en huile. *Olivae*, 21 (10): 15-3.
- **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: 33-4.
- **Dugo G., Lo Turco V., Pollicino D., Mavrogeni E. and Pipitone F. (2004).** Caractérisation d'huiles d'olive vierges siciliennes. Variation qualitative des huiles des fruits des cultivars « Biancolilla , Nocellara del Belice , Cerasuola , Tonda Iblea et

Crastu » en fonction des techniques et de l'époque de récolte des olives. *Olivae*, 101 : 44-52.

- Direction des Services Agricoles (DSA) 2020 : en dépit de l'augmentation de la production oléicole.

E

- **Essiari M., Bachir S., Zouhair R., Chimi H., Misbahi H and Boudkhil 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'olives de la Région de Saïs (Maroc). *European Journal of Scientific Research*, vol 125, p. 95-114.
- **Elaasser MM., Morsi M.K.S., Galal S.M., Abd El-Rahman M.K and Katry M.A (2020).** Antioxidant, anti-inflammatory and cytotoxic activities of the saponifiable fraction of extra virgin olive oil 0017-3495.

F

- **Fakourelis N., Lee E.C., Min D.B., (1987).** Effects of chlorophyll and carotenoid composition in virgin olive oils from various Spanish olive varieties. *Journal of the Science of Food and Agriculture* 27, 31.
- **Favati F., Caporale G. and Bertuccioli M. (1994).** Rapide determination of phenol content in extra virgin olive oil .*Grasas y Aceites* ,45 :68-70.
- **Folly P. (2000).** Catabolisme de la chlorophylle b structurtes, mécanismes et synthèse, 200p. Doctorat en sciences naturelles : Fribourg (Suisse) :Faculté des sciences de l'université de Fribourg.

G

- **Gandul-Rojas B. Minuez Mosquera M. I. (1996)-** Chlorophyll and carotenoid composition in vingin olive iols from various Spanish olive varieties. *J.Sci food Agric. N°*, pp: 31-39.
- **Garrido-Fernández A., Fernández-Díez M. J et Adams M. R. (1997).** Table olives: Production and processing. In *Olives and table olives* (pp. 10–21). Chapman and Hall. London, UK.

- **Garcia, A. Brenes, M. Garcia, P. Romero, C. et Garrido, A. (2003).** Phenolic content of commercial olive oils. *European Food Research and Technology*. 216 (6) : 520-525.
- **Gallina Toschi T., Cerretani L., Bendini A., Bonoli-Carbognin M., Lercker G. (2005).** Oxidative stability and phenolic content of virgin olive oil: An analytical approach by traditional and high resolution techniques. *J. Sep. Sci.*, 28, 859-870.
- **Gargouri M, Ben Akacha N, Kotti F, Ben Rejeb I, (2008)** Voie de la lipoxygénase : valorisation d'huiles végétales et biosynthèse de saveurs 12 (2), 185-202
- **Ghedira, K. (2008).** L'olivier. *Phytothérapie*, 6(2), 83-89.
- **Gharbi I., Issaoui M., et Hammami M. (2014).** Oil crops and supply chain in africa OCL, 21(2):1-3.
- **Gutiérrez, F., Jimenez, B., Ruiz, A., & Albi, M. A. (1999).** Effect of olive ripeness on the oxidative stability of virgin olive oil extracted from the varieties Picual and Hojiblanca and on the different components involved. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47(1), 121-127.
- **Gülçin İ., Oktay M., Küfrevioğlu İ., et Aslan A. (2002).** Determination of antioxidant activity of lichens *Cetraria islandica* (L) Ach. *Journal of Ethnopharmacology* 79: 325-329.
- **Gülçin I., Elias R., Gepdiremen A., Boyer L. et Köksal E. (2007).** A comparative study on the antioxidant activity of fringe tree (*Chionanthus virginicus* L.) extracts. *Journal biotechnology*, 6(4): 410-418.

H

- **Haddada F M., Manai H D., Daoud D., Fernandez X., Lizzani-Cuvelier L., Zarrouk M, (2007)** Profiles of volatile compounds from some monovarietal Tunisian virgin olive oils. Comparison with French PDO *Food Chemistry* 103 -467–476.
- **Hannachi H., M'sallem M., Benalhadj S., El-Gazzah M. (2007).** Influence du site géographique sur les potentialités agronomiques et technologiques de l'olivier (*Olea europaea*) en Tunisie. *C.R. Biologies* 330, p 135-142.
- **Harliansyah, Noor Azian Murad, Wan Zurinah Wan Nagh Yassmin Anum Mohd Yusof (2007).** ANTIPROLIFERATIVE, antioxydant and apoptosis effects of zingiber officinale and 6-gingerol on Hep G2 cells *Asian journal of biochemistry* 421-426.

- **Haddam M., Chimi H., El-Antari A., Zahouily M., Mouhibi R., Zaz A., Ibrahimi M. et Amine A. (2014).** Caractérisation physico-chimique et stabilité oxydative des huiles d'olive des variétés Picholine marocaine, Haouzia, Koroneiki et Arbéquine de la région oléicole centrale du Maroc (Chaouia-Ouardigha). OLIVÆ, 119 : 23-35.

I

- **International Standard Organization, (1996).** Méthode ISO/3961. Corps gras d'origines animale et végétale- détermination de l'indice d'iode. Ed.3.

J

- **Justine Pastre. (2005).** Intérêt de la supplémentation en antioxydants dans l'alimentation des carnivores domestiques. Thèse de doctorat. 2005-TOU3-4116.
- **Jiménez B, Sánchez-Ortiz A, Lorenzo ML, Rivas A. (2013).** Influence of fruit ripening on agronomic parameters, quality indices, sensory attributes and phenolic compounds of Picudo olive oils. Food Res. Int. 54, 1860–1867. <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodres.2013.08.016>.

K

- **Karleskind, A (1992).** Généralités. In: Manuel des corps gras. Ed: Lavoisier, Tec. Et Doc, paris, p.1-46
- **Karleskind A. (1992).** Manuel des corps gras. Paris : Lavoisier, p.999-1571. ISBN : 2-85-206662-9.
- **Kamal-Eldin A., Maatta K., Toivo J., Lampi A. M., Piironen V. (1998).** Acid-catalyzed isomerization of fucosterol and delta5-avenasterol. Lipids, 33:1073 1077.
- **Kahkonen M.P., Hopia A.I., Vuorela H.J., Rauha J-P., Pihlaja K., Kujala T.S., Kim D-O., Chun O.K., Kim Y.J. Moon H-Y and Lee C.Y. (1999).** Quantification of Polyphenolics and Their Antioxidants Capacity in Fresh Plums. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 51: 6509-6515.
- **Kiritsakis A. K., (1998).** Journal of the American Oil Chemists Society. 75 673.
- **Kim D-O., Chun O.K., Kim Y.J. Moon H-Y and Lee C.Y. (2003).** Quantification of Polyphenolics and Their Antioxidants Capacity in Fresh Plums. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 51: 6509-6515.

- **Khelif M; Rekik H. et Krichen A. (1994).** L'étude d'extraction de l'huile d'olive, résultat préliminaire (les pertes d'huile et stabilité). In: acte des journées nationales sur les acquis récents de la recherche agronomique, Hammamet, Tunisie.

L

- **Lanzon A., Albi, T., Cert A., Gracian J. (1994).** The hydrocarbon fraction of virgin olive oil and changes resulting from refining. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 71, 285-291.
- Leroy I. (2001). L'huile d'olive dans tous ses états pp 50-51 : Thèse pour Le Diplôme De Docteur D'état En Pharmacie.
- **Leonardis A. et Macciola V.(2002).**Catalytic effet of the Cu (II) and (III) cyclohexanecarboxylates on olive oil oxidation measured by rancimat. *European Journal of Lipids and Science and technology*, 156-160.
- **León L., Beltrán G., Aguilera MP., Rallo L., Barranco D. et De La Rosa R. 2011.** Oil composition of advanced selections from an olive breeding program. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 113:870-875.
- **Li, X., Xing, Y., Jiang, Y., Ding, Y., and Li, W. (2009).** "Antimicrobial activities of ZnO powder-coated PVC film to inactivate food pathogens." *International Journal of Food Science & Technology*, 44(11), 2161-2168.
- **Luna G., Morales M.T. and Aparicio R. (2006).** Characterisation of 39 varietal virgin olive oils by their volatile compositions. *Food chemistry*, 98: 243-252.

M

- **Maestro-Duran R., Leao-Cabello R., Ruiz-Gutierrez V., Fiestas P., Vasquez-Roncera A. (1994),** *Grasas y Aceites*. 45 332.
- **Mannan F. (1994).** Tocopherol contents of Pakistani seed oils studied by normal phase HPLC. *Journal of Islamic Academy of Sciences*, 7, 34-37.
- **McDonald S., Prenzler P. D., Antolovich M. et Robards K. (2001).** Phenolic content and antioxidant activity of olive extracts. *Food Chemistry*, 73, 73-84.
- **Méndez A.I., Falque E. (2007).** Effect of storage time and container type on the quality of extra-virgin olive oil. *Food Control*, 18, 521-529.
- **Minuez Mosquera M. I. et Gandul-Rojas B. (1996)-**Chlorophyll and carotenoid composition in virgin olive oils from various Spanish olive varieties. *J.Sci food Agric.*N°,pp:31-39.

- **Matos L.C., Cunha S.C., Amaral J.S., Pereira J.A., Andrade P.B., Seabra R.M. Oliveira B.P.P. (2007).** Chemometric characterization of three varietal olive oils (Cvs. Cobrançosa, Madural and Verdeal Transmontana) extracted from Olives with different maturation indices. *Food Chemistry*. 102:406-414.
- **Manai D. H., Kriche D., Ouni Y., Gallardo L., Sanchez J., Osorio E., Daoud D., Guido F. & Zarrouk M. (2012).** Chemical profiles of five minor olive oil varieties grown in central Tunisia. *Journal of Food Composition and Analysis*. 27, 109-119.
- **Metlef S, Dilmi-Bouras A, Zidane A and Benali A., (2017)** Antioxydant Activity of Some Algerian Olive Oil Samples in the Eastern and Center of Algeria 5 (2017) 885-890.
- **Meftah H., Latrache H., Hamadi F., Hanine H., Zahir.H., El louali M., (2013).** Comparaison des caractéristiques physicochimiques des huiles d'olives issus de différentes zones de la région Tadla Azilal (Maroc) [Comparison of the physico-chemical characteristics of the olive oil coming from different zones in Tadla Azilal area (Morocco)] 5 (2) 641-646.
- **Merouane A, Noui A, Medjahed H, Nedjari K, Benhadj A et Saadi A (2014)** Activité antioxydante des composés phénoliques d'huile d'olive extraite par méthode traditionnelle 8(4): 1865-1870,
- **Metlef Sarra , Dilmi-Bouras Abdelkader., Zidane Azdinia³ and Benali Ali (2017).** Antioxydant Activity of Some Algerian Olive Oil Samples in the Eastern and Center of Algeria. *Journal of Pharmacy and Pharmacology* 5 (2017) 885-890
- **Michelakis N. (1992).** L'amélioration de la qualité de l'huile d'olive en grec. Passé, présent et avenir. *Olivae*, 42: 22-28.
- **Minguez-Mosquera M. I., Gandul-Rojas B., Garrido-Fernandez J. et GallardoGuerrero L. (1990).** Pigments present in virgin olive oil. *Journal of American Oil Chemistry Society*. 67, 192-196.
- **Montedoro G., Servili N., Baldioli M., Miniati E., J (1992).** *Agric. Food Chem.*, 40 1571.
- **Mousa Y.M., Gerasopoulos D., Metzidakis I. et Kiritsakis A. (1996).** Effect of altitude on fruit and oil quality characteristics of 'Mastoides' olives. *Journal of Science of Food and Agriculture*, 71: 345-350..

- **Morelló, J. R., Romero, M. P., & Motilva, M. J. (2004).** Effect of the maturation process of the olive fruit on the phenolic fraction of drupes and oils from Arbequina, Farga, and Morrut cultivars. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 32(19), 6002-6009.
- **Morales M.T., Luna G. et Aparicio R. (2005).** Comparative defects. *Food Chemistry*, 91 (2): 293-301.
- **Murkovic M., Lechner S., Pietzka A., Bratacos M. and Katzogiannos E. (2004).** Analysis of minor components in olive oil. *Journal of Biochemical and Biophysical Methods*, 61 : 155-160.

N

- **Nergiz C., Unal K. (1990).** The effect of extraction systems on triterpene alcohols and squalene content of virgin olive oil. *Grasas Aceites*, 41, 117-121.
- **Norshazila, S., Syed Zahir, I., Mustapha Suleiman, K., Aisyah, M., and Kamarul Rahim, K. (2010).** "Antioxidant levels and activities of selected seeds of Malaysian tropical fruits." *Malaysian journal of nutrition*, 16(1).

O

- **Ocakoglu D., Tokatli F., Ozen B. and Korel F. 2009.** Distribution of simple phenols, phenolic acids and flavonoids in Turkish monovarietal extra virgin olive oils for two harvest years. *Food Chemistry*, 113: 401-410.
- **Ollivier, D., Boubault, E., Pinatel, C., Souillol, S., Guérère, M., & Artaud, J. (2004).** Analyse de la fraction phénolique des huiles d'olive vierges. In *Annales des falsifications, de l'expertise chimique et toxicologique* (Vol. 965, pp. 169-196).
- **(ONAGRI), 2020,** Le marché de l'huile d'olive au niveau national et mondial et mécanismes de régulation, en ligne : <http://www.onagri.nat.tn/uploads/veille/marche-de-lhuile-olive.pdf>.
- **Osman M., Metzidakis I., Gerasopoulos D. et Kiritsakis A. (1994).** Qualitative changes of olive oil from fruits collected from trees grown at two altitudes. *Riv. Ital. Sost. Grasse*, 71:187–190.
- **Ouaouich .A et Chimi .H . (2007).** Le guide de production de l'huile d'olive. Ed. ONUD. Vienne: 4-23.

- **Oueslati I., Anniva C., Daoud D., Tsimidou M.Z. et Zarrouk M. (2009).** Virgin olive oil (VOO) production in Tunisia: The commercial potential of the major olive varieties from the arid Tataouine zone. *Food Chemistry*, 112: 733–741.
- **Ouedrhiri, M., Benismail, C., El Mohtadi, F., & Achkari-Begdouri, A. (2016).** Evaluation de la qualité de l'huile de pulpe d'olive vierge de la variété Picholine marocaine. *Revue Marocaine des Sciences Agronomiques et Vétérinaires*, 5(2).
- **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.
- **Owen R.W., Haubner R., Wurele G., Hull W.E., Speieelhalder et Bartsch H. (2004).**Olives and olive oil in cancer prevention. *European Journal of Cancer Prevention*, 13(4), 319-326.

P

- **Perrin J.L. (1992).** Les composés mineurs et les antioxygènes naturels de l'olive et de son huile. *Etude et Recherche*, 4: 25-31.
- **Perrin J.L. (1992).** Les composés mineurs et les antioxygènes naturels de l'olive et de son huile. *Revue française des corps gras*, 39(1-2): 25-32.
- **Prieto, P., Pineda, M., & Aguilar, M. (1999).** Spectrophotometric quantitation of antioxidant capacity through the formation of a phosphomolybdenum complex: Specific application to the determination of vitamin E. *Analytical Biochemistry*, 269, 337–341.
- **Psomiadou, E., Tsimidou, M. and D. Boskou. (2000).** A-Tocopherol content of Greek virgin olive oils. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48 (5), 1770-1775.
- **Psomiadou E., Tsimidou M. (2002).** Stability of virgin olive oil. Autoxidation studies. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 50:716-721.
- **Psomiadou E., Konstantinos X., Blekas, K.G. Tsimidou M.Z. and Boskou D. (2003).** Proposed parameters for monitoring quality of virgin olive oil (koroneiki cv). *European Journal of lipid Science and technology*, 105(8): 403-409.

- **Portal V L, Priscilla Azambuja Lopes de Souza , Marcadenti A, (2017)** Effects of Olive Oil Phenolic Compounds on Inflammation in the Prevention and Treatment of Coronary Artery Disease 2017, 9, 1087.

Q

R

- **Ranalli A., De Mattia G., Ferrante M. L. et Giansante L. (1997).**Incidence of olive cultivation area on the analytical characteristics of the oil. Note 1. Sost. Grasse, *LXXIII*, 501-508.
- **Ranalli A., Ferrante M.L., Mattia G. and Costantini N. (1999).** Analytical evaluation of virgin olive oil of first and second extraction. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47(2): 417-424.
- **Ramalakshmi K., Rabrath I., Jerganmohan.Rao et Rao L, (2008).** Antioxidant potentiel of low, grade coffé beans. *Food Research International*, 41: 99.
- **Roca M. et Minguéz-Mosquera M.I. (2001).** Changes in Chloroplast Pigments of Olive Varieties during Fruit Ripening. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 49: 832-939.
- **Runcio A., Sorgona L., Mincione A., Santacotérina S. et Poiana M. (2008).** Volatile compounds of virgin olive oil obtained from italian cultivars grown in calabria. Effet of processing methods, cultivar, stone removal, and antracnoseattack. *Food chemistry*, 106 :735-740.
- **Ryan D. et Robards K. (1998).** Phynolic compounds in olives analyst, May, 123: 3144.
- **Ryan D., Robards K., Lavee S. (1998).** Evaluation de la qualite de l'huile d'olive. *Olivae72*, p. 23-38.

S

- **Salvador M.D., Aranda F., Gomez Alonso S., et Fregapane G. (2000).** Qualitycharacterization of Virgin Olive Oil. *Oil Chem.V1.PP.31-38.*
- **Servili M., Montedoro G., (2002)** *European Journal Lipid Science and Technology.* 104 602.
- **Segura-Carretero A., Menéndez J . et Fernández-Gutiérrez A.(2010).** Polyphenols in Olive Oil: The Importance of Phenolic Compounds in the Chemical Composition of

Olive Oil In „Olives and Olive Oil in Health and Disease Prevention. Editions Elsevier. Preedy V. R. and Ross Watson R. pp. 169-170.

- **Silva S., Gomes L., Leitao F., Coelho A.V. et Vilas Boas L. (2006).** Phenolic compounds and antioxidant activity of *Olea Europaea* L. fruits and leaves. *Food Science Tect Int*,12 (5), 385-396.
- **Sotiroudis T.G. and Kyrtopoulos S.A. (2008).** Anticarcinogenic compounds of olive oil and related biomarkers. *European Journal of Nutritional*, 47: 69–72.
- **Soufi O, Romero C, Hadid M, Hamoumraoui K et Louaileche H. (2018),** caractérisation du profil phénolique et du potentiel antioxydant de quelques cultivars d'huiles d'olive algériennes *journal of food quality and hazards control* 5 (2), 49-53.
- **Stiti N., Msallem M., Triki S., Cherif A., (2002).** Etude de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive de différentes variétés Tunisienne. *La Rivista Italiana dell Sostanze Grasse*.79(10), 357-363.

T

- **Tanouti K., Eaid H., Benali E., Harkous M., Elamrani A. (2011).** Amélioration qualitative d'huiles d'olives produite dans le Maroc. *Les technologies de laboratoire*, 6 (22) :1-12.
- **Tamendjari.A , Djelili-Mamou F, Servili M, Proietti P , Djoudad-Kadji H, (2018)** Physicochemical characteristics and sensorial profile of two Algerian varietal virgin olive oils (Chemlal and Azeradj) and their blends
- **Tamborrino A, Servili M, Leone A, Romaniello R, Perone C, and Veneziani G.(2020)** Partial De-Stoning of Olive Paste to Increase Olive Oil Quality, Yield, and Sustainability of the Olive Oil Extraction Process 2000129
- **Teuscher E., Anton R., and Lobstein A., (2005).** Aromatique épice aromates, condiments et huiles essentielles. *Technology and Documentation*. 720 : 355-360.
- **Tovar M.J., Paz Romero M., Girona J. and Motilva M.J. (2002).** L-phenylalanine ammonia-lyase activity and concentration of phenolics in developing olive (*Olea europaea*_Lcv Arbequina) fruit grown under different irrigation regimes.*Journal of Science of food and Agriculture*, 82:892-898.

- **Turkmen N., Sari F and Velioglu Y.S. (2006).** Effect of extraction solvents concentration and antioxidant activity of black and black mate tea polyphenol determined by ferrous tartrate and Folin-Ciocalteu methods. *Food Chemistry* 99: 835-841.

U

- **Uceda M., Herrera Aguilera MaPaz.etMazzucchelli I.(2010).**Manual de cata y maridajedelaceite de oliva.laedicion : Septiembre de 2010 .Editorial Almuzara ,S.L.
- **UICPA (Union internationale de chimie pure appliquée) (1979).** Méthodes d'analyse de la matière grasse et dérivés, 53, 3,324-329.
- **Uzzan A. (1992).** Olive et huile d'olive .In: Manuel des Corps Gras.Paris: Lavoisier Tec & Doc. 1:221-228.
- **Uzzan A. (1992).** Olive et huile d'olive. In: Manuel des corps gras. Lavoisier, Ed. Technique et Documents, pp. 221-229.

V

- **Van den Berg H., Faulks R., Granado HF., Hirschberg J., Olmedilla B., Sanmann G., Southon S., And Stahl W. (2000).** The potential for improvement of carotenoid levels in foods and likely systemic effects. *Journal of science of Food and Agriculture*. 2000. 80: 880-912.
- **Velasco J., Dobarganes C. (2002).** Oxidative stability of virgin olive oil. *Eur. J.Lipid Sci. Technol.*, 104(9 10), 661 676.
- **Verleyen T. (2002).** Stability of minor components during vegetable oil refining. *Applied biological sciences, chemistry*. University of Gent. Gant. P. 277.
- **Veillet, S., Tomao, V., & Chemat, F. (2010).** Ultrasound assisted maceration: An original procedure for direct aromatisation of olive oil with basil. *Food Chem*, 123(3), 905-911.
- **Visioli F., Galli C., J. Agric(1992).** *Food Chem*. 40 4292.
- **Vichi S., Castellote A.I., Pizzale L., Conte L.S., Buxaderas S. and Lopez-Tamames E. (2003).** Analysis of virgin olive oil volatile compounds by headspace solid-phase micro extraction coupled to gas chromatography with mass spectrometric and flame ionization detection. *Journal of Chromatography A*, 983: 19-33.
- **Vuorela, S. (2005).** Analysis, isolation, and bioactivities of rapeseed phenolics.

W

- **Williams W. B., Cuvelier M.E. et Berset C. (1995).** Use of free radical method to evaluate antioxidant activity. *Food Science and Technology*, 28, 25-30.
- **Wang, H., Gao, X. D., Zhou, G. C., Cai, L., & Yao, W. B. (2008).** In vitro and in vivo antioxidant activity of aqueous extract from *Choerospondias axillaris* fruit *Food Chemistry*, 106(3), 888-895.

X

Y

Z

- **Zarrouk W., Baccouri B., Taamalli W., Trigui A., Daoud D. et Zarrouk M., (2009).** Oil fatty acid composition of eighteen Mediterranean olive varieties cultivated under the arid conditions of Boughrara (Southern Tunisia). *Grasas y aceites*, 60 (5): 498-506.
- **Zegane O, Louaileche H, Keciri S (2015)** *Ortho*-Diphenol Content, Iron Chelating and Hydrogen Peroxide Scavenging Properties of Algerian Virgin Olive Oils Vol. 1, No. 3, 2015, pp. 211-215.

Les Annexes

Annexe I

Annexe I.1

Tableau I: Critères de qualité des différentes catégories d'huile olive (COI, 2019)

Critères	HOEV	HOV	HOVC	HOVL	Huile d'olive raffinée	Huile d'olive (HOR + HOVs)	Huile de grignons d'olive raffinée	Huile de grignons d'olive (HGO+HOVs)
Caractéristique organoleptique : - Fruit -Défaut	Me = 0,0 Me > 0,0	0,0 < Me < 3,5 Me > 0,0	3,5 < Me < 6,0	Me > 6,0				
Acide libre (% d'acide oléique)	< 0,80	< 2,0	< 3,3	> 3,3	< 0,30	< 1,00	< 0,30	< 1,00
Indice peroxyde (még O ₂ /Kg)	< 20,0	< 20,0	< 20,0	non limité	< 5,0	< 15,0	< 5,0	< 15,0
Extinction (UV) -k ₂₇₀ -k ₂₃₂	< 0,22 < 2,50**	< 0,25 < 2,60**	< 0,30 -	- -	< 1,25 -	< 1,15 -	< 2,00 -	< 1,70 -
Teneur en eau et matières volatile	< 0,2	< 0,2	< 0,2	< 0,3	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1
Teneur en importes insoluble dans éther de pétrole	< 0,10	< 0,10	< 0,10	< 0,20	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05

Annexe I.2

Tableau II : Composition moyenne en acides gras de l'huile d'olive analysée par Chromatographie en phase gazeuse (% m/m d'esters méthyliques) (COI, 2019)

Acide gras	Symbole	Pourcentage %
Acide myristique	C14 :0	< 0,03
Acide palmitique	C16 :0	7,50 - 20,00
Acide palmitoléique	C16 :1	0,30 - 3,50
Acide heptadécanoïque	C17 :0	< 0,40
Acide heptadécénoïque	C17 :1	< 0,60
Acide stéarique	C18 :0	0,50 - 5,00
Acide oléique	C18 :1	55,00 - 83,00
Acide linoléique	C18 :2	2,50 - 21,00
Acide linoléinique	C18 :3	< 1,00
Acide arachidique	C20 :0	< 0,60
Acide gadoléique (eïcosénoïque)	C20 :1	< 0,50
Acide béhénique	C22 :0	< 0,20
Acide lignocérique	C24 :0	< 0,20

Tableau III. : Composition en triglycérides de l'huile d'olive (Ryan *et al.*, 1998).

Nature	glycérides (%)
OOO	40 – 60
POO	10 – 20
OOL	10 – 20
POL	5 – 7
SOO	3 – 7

O : Acide oléique ; **P** : Acide palmitique ; **L** : Acide linoléique ; **S** : Acide stéarique

Annexe I.4

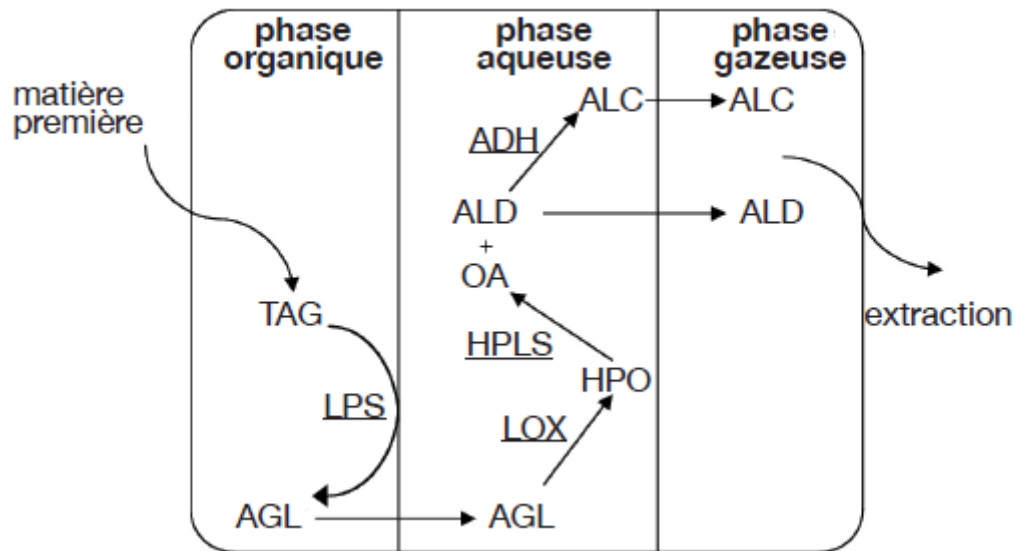


Figure 1 : Voie de la lipoxygénase (Gargouri *et al.*, 2007)

distribution des réactions enzymatiques et des réactifs dans différentes phases du milieu — *Lipoxygenase pathway: enzyme reactions and reagent partition in different phases of the medium.* TAG = triacylglycérols — *triacylglycerols* ; AGL = acides gras libres — *free fatty acids* ; HPO = hydroperoxy-acide gras — *hydroperoxy fatty acid* ; OA = oxo-acide — *oxo-acid* ; ALD = aldéhyde — *aldehyde* ; ALC = alcool — *alcohol* ; LPS = lipase — *lipase* ; LOX = lipoxygénase — *lipoxygenase* ; HPLS = hydroperoxyde-lyase — *hydroperoxyde-lyase* ; ADH = alcool-déshydrogénase en présence de cofacteur — *alcoholdehydrogenase in presence of cofactor.*

Annexes II

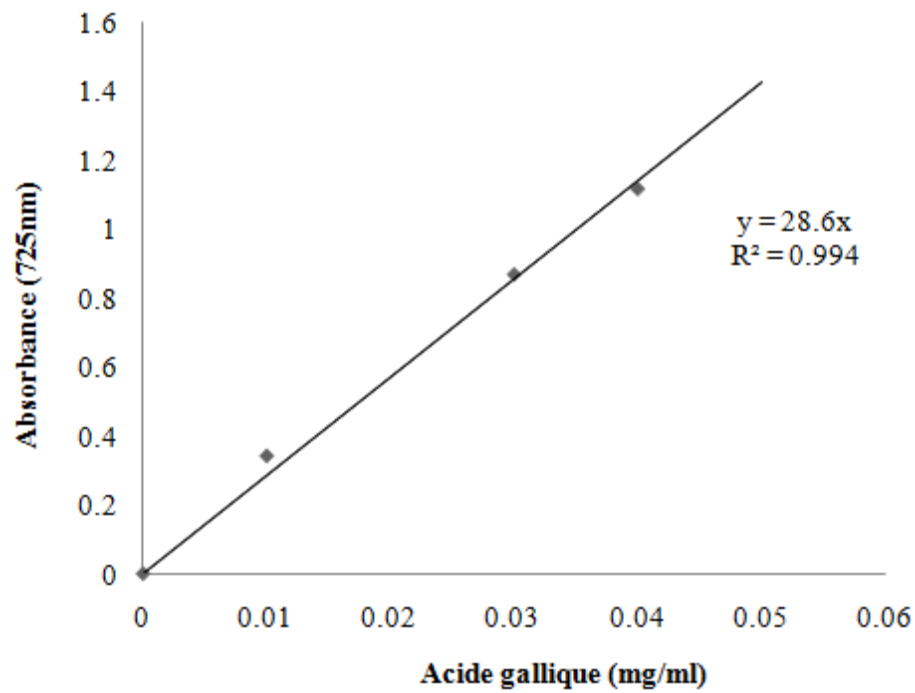
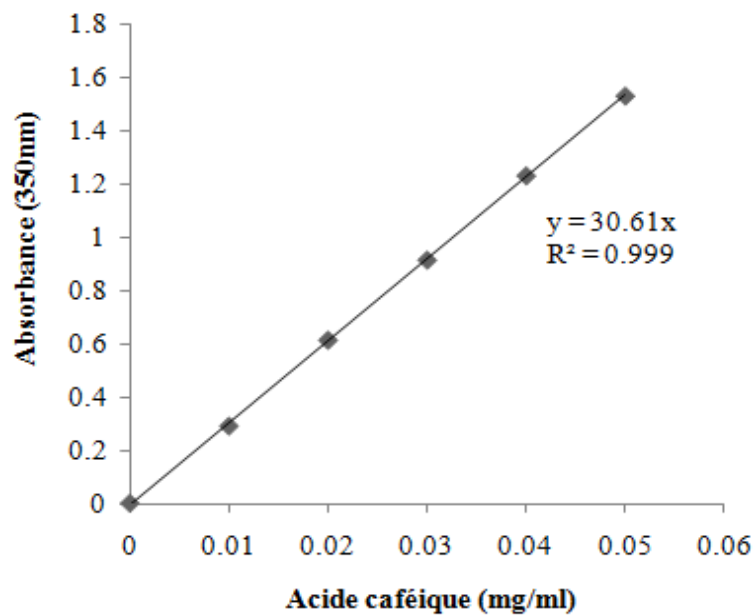


Figure 2 : Courbe d'étalonnage des polyphénols

Figure 3 : Courbe d'étalonnage des *Ortho*-diphénols.

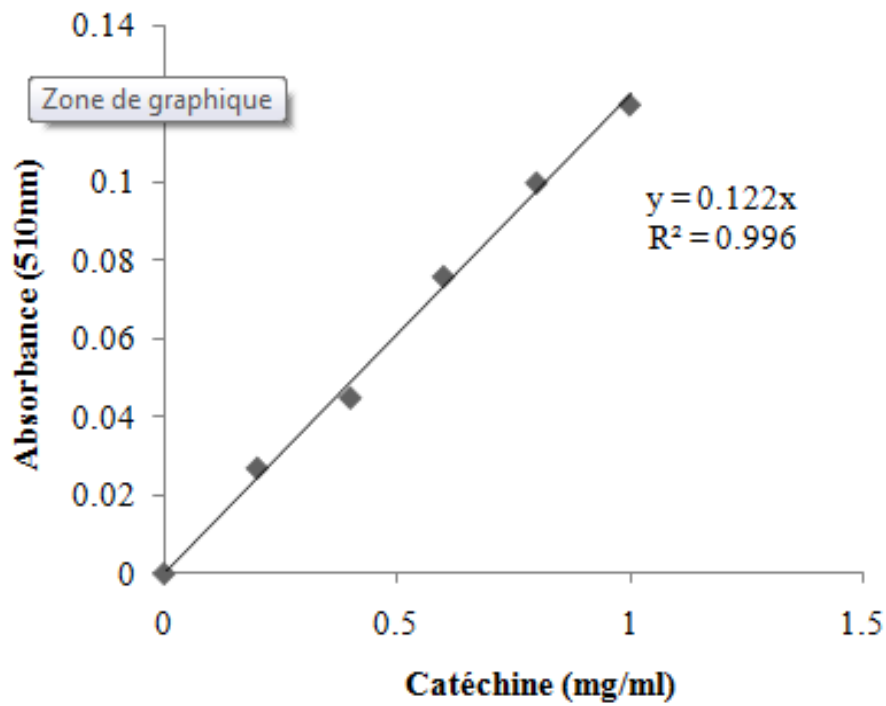


Figure 4 : Courbe d'étalonnage des flavonoïdes

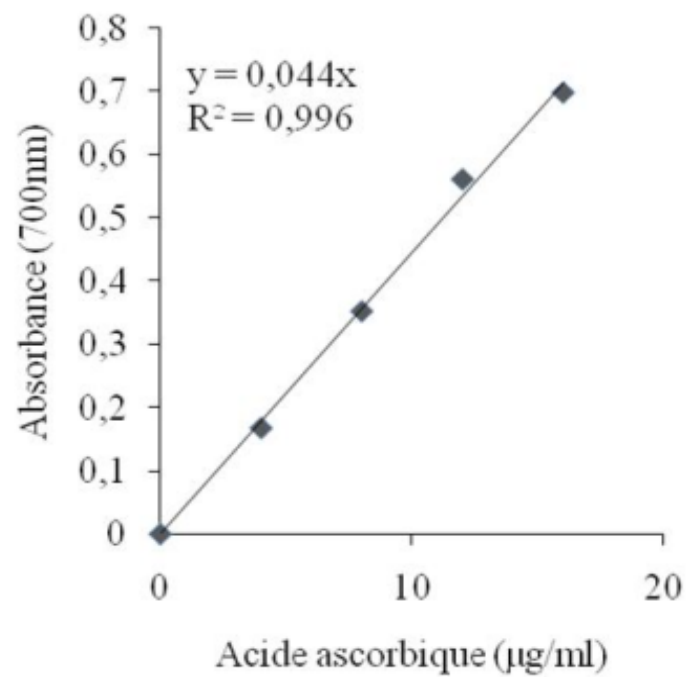


Figure 5 : Courbe d'étalonnage du pouvoir réducteur.

Résumé

Ce travail est consacré à l'étude comparative des teneurs en composés phénoliques ainsi que l'activité antioxydante des huiles d'olive issues de trois variétés algériennes (Limli, Azeradj et Chamlal) récoltées dans la région de Bejaia durant la campagne oléicole 2020/2021. Au cours de cette étude, nous avons testé la qualité de l'huile d'olive en mesurant les paramètres physicochimiques. L'extraction des composés antioxydants a été faite par la méthode liquide-liquide en utilisant le méthanol 60%. Ensuite, un dosage des composés phénoliques a été effectué ainsi que l'activité antioxydante a été mesurée. Les résultats obtenus ont révélé que les valeurs des huiles analysées sont conformes aux normes établies par le C.O.I (2019). La variété Azeradj présente les teneurs les plus élevées en polyphénols totaux et son extrait de l'huile exerce les meilleures activités en pouvoir réducteur et d'activité anti radicalaire. La teneur la plus élevée en *ortho*-diphénol est enregistrée chez la variété Limli. Les extraits de la variété Chemlal note le meilleur pouvoir chélateur de fer. Quelques perspectives pour améliorer ce travail ont été proposées.

Mots clés : huile d'olive, variété, qualité, extraction, composés phénoliques, activité antioxydante.

Abstract

This work aims to compare phenolic compounds contents as well as antioxidant activity of olive oils from three Algerian varieties (Limli, Azeradj and Chemlal) collected in the province of Bejaia during the olive crop of 2020/2021. Within this study, we tested the quality of olive oil by measuring the physicochemical parameters. The extraction of antioxidant compounds was done by the liquid-liquid method using methanol 60%. Then, the phenolic compounds were determined and the antioxidant activity was measured. The results obtained revealed that the values of the oils analyzed are in accordance with the standards established by the C.O.I (2019). The Azeradj variety has the highest content of total polyphenols and its oil extract has the best activities in reducing power and anti-radical activity. The highest content of *ortho*-diphenol is recorded in the Limli variety. The extracts of the Chemlal variety mark down the best iron chelating power. Some perspectives to improve this work have been proposed.

Key words: olive oil, variety, quality, extraction, phenolic compounds, antioxidant activity.

المخلص

هذا العمل مخصص للدراسة المقارنة لمستويات المركبات الفينولية وكذلك النشاط المضاد للأكسدة لزيتون من ثلاثة أصناف جزائرية (ليملي، أزراجوشملي) تم حصادها في منطقة بجاية خلال حملة مدرسة الزيتون 2021/2020. في هذه الدراسة، قمنا باختبار جودة زيت الزيتون من خلال قياس المعلمات الفيزيائية والكيميائية. تم استخلاص المركبات المضادة للأكسدة بطريقة السائل السائل تحت تأثير الميثانول 60%. ثم تم إجراء فحص للمركبات الفينولية وكذلك تم قياس النشاط المضاد للأكسدة. تتوافق، الزيتون التي تم تحليلها مع المعايير الموضوعية من قبل (COI 2019)، حيث يحتوي الصنف أزراج على أعلى محتويات من البوليفينول الكلي، كما أن مستخلص الزيت الخاص به يؤدي أفضل الأنشطة في التقليل القوة *pouvoir réducteur* والنشاط المضاد للجذور *activité antiradicalaire* تم تسجيل أعلى محتوى من *ortho diphenol* في تشكيلة ليملي مقتطفات من صنف شملي لوحظ أفضل قوة مخلبية للحديد *pouvoir chelateur de fer* تم اقتراح بعض وجهات النظر لتحسين هذا العمل.

الكلمات المفتاحية: زيت الزيتون، تنوع، جودة، استخلاص، مركبات فينولية، نشاط مضاد للأكسدة