

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Abderrahmane Mira - Bejaia
Faculté des Sciences de la Nature et la Vie
Département de Biologie Physico-chimique

Mémoire de Fin de Cycle

En Vue de l'Obtention du Diplôme de Master en Biochimie appliquée.

Thème

Etude comparative d'un point de vue physico-chimique et composition entre des huiles d'olives de variétés cultivées et sauvage.

Réalisées par :

M^{elle} AOUIDAD Nassima,
M^{elle} TAMMDRARI Djida.

Membres du Jury :

Président : M^{me} LEHOUCHE R (M.A.A) Université de Bejaia,
Promotrice : M^{elle} BOUCHEFFA S (M.A.B) Université de Bejaia,
Examinatrices : M^{elle} LAINCER F (M.A.B) Université de Bejaia,
M^{elle} ZEMOURI S (M.A.B) Université de Bejaia.

Année universitaire : 2012- 2013.

Remerciements

Nous tenons à exprimer nos sentiments de reconnaissance à toutes les personnes qui ont participé à ce travail, qui nous ont appris une infinité de choses et qui nous ont aidé, conseillé et soutenu à tout moment afin de réaliser ce travail dans les meilleures conditions.

Nous tenons à remercier en premier lieu M^{elle} .BOUCHEFFA d'avoir accepté de nous encadrer et de nous diriger. Nous ne saurions jamais oublier sa disponibilité. Son soutien et son suivi scientifique le long de la réalisation de ce travail. Nous la remercions beaucoup pour la confiance qu'elle nous a témoigné et pour les encouragements et les conseils qu'elle nous a prodigué.

Nous exprimons mes sincères gratitude, à M^{me} .LEHOUCHE pour l'honneur qu'il nous fait de présider le jury et d'évaluer ce travail. J'adresse mes remerciements à l'égard de M^{elle} LAINCER et M^{elle} ZEMOURI qui nous ont fait l'honneur de juger ce travail.

Nous aimerions remercier aussi Mr SEBAI, le directeur de l'I.T.A.F.V. de Takrietz, pour son accueil et d'avoir accepté de nous fournir les échantillons. Ainsi que M^{elle} KECIRI.S pour son aide précieuse et sa disponibilité. Et que tout le personnel de l'I.T.A.F.V. trouve ici nos remerciements les plus sincères.

Nous tenons à remercier le personnel du laboratoire Central Huile de CEVITAL. Particulièrement M^{me}. TERKI. D, Mme BOUALIT. S, Mme KOUADRI. L, Mr. BAHIRENE. Nous remercions également Mr.TERZI. H et M^{elle}. CHERCHOUR .

On désire témoigner notre reconnaissance à Mr TAMENDJARI de nous avoir accueillis au sein de son laboratoire

♣ *Nous remercions nos parents à qui nous dois tant* ♣

Dédicaces

A Mes très chers parents

A mes très chers frères

« Faouzi et Toufik »

A mes très chères sœurs

« Samia, Nabila, Linda, Hassiba et Amina »

A mes beaux frères

« Sadek, Nouamene et Rachid »

A mes neveux

« Massinissa, Bilal, Nabil et Wael »

A mes nièces

« Leticia, Ounissa, Alicia et Lina »

A mon oncle

« Hamid »

A ma tante

« Toukfa »

Et

A mes amies.

Nassima

Dédicaces

Ce travail est dédié à :

*Mes parents qui m'ont toujours soutenue et encouragé tout au long de mon
cursus,*

A mes trois frères (Idir, mohend Arezki et Abde Arrahmane).

Ainsi qu'à tout les personnes chères à mon cœur.

Bien faible témoignage de reconnaissance que ce modeste geste.

Djida

Sommaire

Liste des abréviations	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Introduction	1

Synthèse Bibliographique

Chapitre I : L'olivier et l'huile d'olive

1. Culture de l'olivier	3
1.1. Oléiculture dans le monde	3
1.2. Oléiculture en Algérie	3
2. Olivier	3
2.1. Origine botanique	3
2.2. Historique et domestication	4
2.3. Olivier sauvage	4
2.4. Olivier cultivé	5
2.5. Fruit d' <i>Olea europaea</i>	5
3. L'huile d'olive	6
3.1. Définition	6
3.2. Classification de l'huile d'olive	6
3.3. Composition biochimique de l'huile d'olive cultivée et sauvage	6
3.3.1. Fraction saponifiable	6
3.3.2. Fraction insaponifiable	7

Chapitre II : La stabilité oxydative de l'huile d'olive

1. Stabilité oxydative de l'huile d'olive	13
2. Facteurs influençant la stabilité oxydative d'une huile d'olive	13
2.2. Stabilité oxydative liée à la composition de l'huile d'olive	15

2.2.1. Profil en acides gras	15
2.2.2. Effets des antioxydants sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive	16
2.3. Méthodes de détermination de la stabilité oxydative des lipides	18

Partie expérimentale

Chapitre I : Matériel et méthodes

1. Matériel végétal.....	20
2. Récolte et extraction.....	20
3. Déterminations sur les fruits	20
3.1. Indice de maturité.....	20
3.2. Poids des fruits	21
4. Analyses effectuées sur l'huile d'olive	21
4.1. Indices de qualité de l'huile d'olive	21
4.1.1. Acidité	21
4.1.2. Indice de peroxyde	22
4.1.3. Extinction spécifique dans l'Ultraviolet.....	23
5. Analyses d'identification.....	23
5.1. Indice de réfraction.....	23
5.2. Indice d'iode.....	23
5.3. Humidité	24
5.4. Densité	25
5.5. Viscosité	25
5.6. Couleur	25
6. Composition en acides gras.....	26
7. Dosages des pigments	27
8. Dosage des composés phénoliques	27
8.1 Extraction des composés phénoliques.....	27
8.1.1. Dosage des polyphénols totaux	28
8.1.2. Dosage des <i>ortho</i> -diphénols	28
9. Stabilité oxydative en utilisant le Rancimat	28
10. Analyse statistique.....	29

Chapitre II : Résultats et discussion

1. Déterminations sur les fruits.....	30
1.1. Indice de maturité	30
1.2. Poids des fruits	30
2. Indices de qualité de l'huile d'olive.....	31
2.1. Acidité	31
2.2. Indice de peroxyde	32
2.3. Extinction spécifique dans l'Ultraviolet.....	33
3. Indices d'identification des huiles.....	34
3.1. Indice de réfraction.....	34
3.2. Indice d'iode.....	35
3.3. Humidité	36
3.4. Densité.....	37
3.5. Viscosité.....	37
3.6. Couleur.....	38
4. Composition en acides gras.....	39
5. Pigments.....	41
5.1. Chlorophylles.....	41
5.2. Caroténoïdes.....	42
6. Dosages colorimétriques des composés phénoliques.....	43
6.1. Dosage colorimétrique des polyphénols totaux.....	43
6.2. Dosage des <i>ortho</i> -diphénols.....	44
7. Stabilité oxydative utilisant le Rancimat.....	45
Conclusion	48

Références bibliographiques**Annexes**

Liste des abréviations

AG : Acide gras

AGS : Acide gras saturé

AGMI : Acide gras monoinsaturé

AGPI : Acide gras polyinsaturé

COI : Conseil Oléicole International

D : Densité

HPLC : Chromatographie liquide à haute performance

IM : Indice de maturité

ISO : International Standard Organization

I.T.A.F.V : Institut Technique de l'Arboriculture Fruitière et de la Vigne

Meq : Milliéquivalent

mm²/S : millimètres au carré par seconde

mpas : millipascal par seconde

PAL : L-phénylalanine ammonia lyase

UV : Ultraviolet

Vit E : Vitamine E

TIR : Temps d'Induction au test Rancimat

Liste des figures

N	Titre	Page
1	Acidité des trois échantillons d'huile d'olive.	32
2	Indice de peroxyde des trois échantillons d'huile d'olive.	33
3	Absorbance à 232nm des trois échantillons d'huile d'olive.	34
4	Absorbance à 272nm des trois échantillons d'huile d'olive.	35
5	Indice de réfraction des trois échantillons d'huile d'olive.	36
6	Indice d'iode des trois échantillons d'huile d'olive.	37
7	Teneur d'humidité des trois échantillons d'huile d'olive.	38
8	Densité des trois échantillons d'huile d'olive.	38
9	Viscosité des trois échantillons d'huile d'olive.	39
10	Couleur des trois échantillons d'huile d'olive.	40
11	Teneur en chlorophylles des trois échantillons d'huile d'olive.	43
12	Teneur en caroténoïdes des trois échantillons d'huile d'olive.	44
13	Teneur en polyphénols des trois échantillons d'huile d'olive.	45
14	Teneur en <i>ortho</i> -diphénols des trois échantillons d'huile d'olive.	46
15	Temps d'induction des trois échantillons d'huile d'olive.	47

Figures en annexe

N	Titre
16	Courbes d'étalonnage pour le dosage 1) des composés phénoliques 2) des <i>Ortho</i> -diphénols.
17	Chromatogrammes des esters méthyliques des acides gras de l'huile 1) d'Oléastre 2) de la variété <i>Abbani</i> .
18	Chromatogramme des esters méthyliques des acides gras de l'huile de variété <i>Aaleh</i> .
19	Courbes de conductivité du Rancimat (98°C, 10 l/h) de l'huile 1) d'oléastre 2) variété <i>Abbani</i> 3) variété <i>Aaleh</i> .
20	Corrélations entre la stabilité oxydative et 1) les <i>ortho</i> -diphénols, 2) le rapport C _{18:1} /C _{18:2} .

Liste des tableaux

N	Titre	Page
I	Composition en acides gras (%) de quelques huiles d'oléastres et de variétés cultivées.	8
II	Teneurs en antioxydants (mg/Kg) de quelques huiles d'oléastres et de variétés cultivées.	11
III	Temps d'induction (h) de quelques huiles d'oléastres et de variétés cultivées.	14
IV	Valeurs de l'indice de maturité et poids moyen des olives.	31
V	Composition en acides gras des échantillons d'huiles étudiés.	41

Tableaux en annexe

N	Titre
VI	Norme Commerciale Applicable Aux Différentes Huiles D'Olives, (Les Normes de COI 2011).
VII	Norme Commerciale Applicable Aux Différentes Huiles D'Olives (Normes de CODEX Stan 33-2011).
VIII	Teneur en acides gras de l'huile d'olive vierge (COI, 2011).

Introduction

Introduction

Depuis l'antiquité, l'olivier a façonné le paysage méditerranéen. Ce dernier occupe la 24^e place des 35 espèces les plus cultivées dans le monde (Breton, 2008).

L'olivier se caractérise par un fruit, l'olive, à partir duquel on extrait de l'huile. Cette huile, sous réserve d'être extraite à partir du fruit frais, se distingue par son goût particulier à la fois fruité et amer qui peut être consommée en l'état « vierge ». La qualité de cette huile ne dépend pas seulement des pratiques de culture, de l'époque de récolte et des techniques de récolte et post-récolte utilisées mais aussi de la variété (Dugo *et al.*, 2004). En effet, ce sont les caractères génétiques qui influent sur la résistance ou la sensibilité des olives aux maladies, aux ravageurs et aux aléas climatiques et qui déterminent de près la qualité de l'huile (Torres et Maestri, 2006).

Basant sur des données archéologiques, l'olivier a été domestiqué à partir de l'olivier sauvage (oléastre) au cours de l'ancien Néolithique dans le Proche-Orient (Besnard *et al.*, 2001). La différence phénotypique entre l'oléastre et l'olivier cultivé est que ce dernier porte des feuilles plus épaisses et un fruit plus grand avec une distribution plus vaste que l'oléastre (Hannachi *et al.*, 2009).

L'importance de l'oléastre a été signalée dans l'alimentation des anciens habitants de Djerba, en Tunisie (Boudribila, 2004). En Algérie l'oléastre a toujours été considéré comme porte greffe qui forme de vrais forêts, soit délaissé, abandonné aux incendies quand il n'est pas indécemment coupé pour son bois ou pour alimenter le bétail. Son huile dont on ne sait pratiquement rien de ces vertus, peut être produite en grande quantité puisque il en est une espèce endémique, qui n'a jamais bénéficié d'intervention humaine pour se propager. La qualité de cette huile est hautement affectée par les facteurs génétiques et environnementaux ainsi que par la période de récolte (Baccouri *et al.*, 2008).

De nombreuses études ont été menées sur la caractérisation des principaux cultivars, mais peu d'attention a été attribuée à l'étude de la composition et de la qualité de l'huile obtenue à partir de l'oléastre algérien. Pour cela, il est intéressant d'étudier cette huile pour permettre sa valorisation et connaître ainsi ses bienfaits nutritionnels et thérapeutiques.

L'objectif de notre étude est de caractériser d'un point de vue physico-chimique, composition et stabilité oxydative de l'huile extraite des fruits d'un olivier sauvage et de comparer celle-ci à des huiles de deux variétés cultivées, il s'agit des variétés *Aaleh* et *Abbani*

d'origine de Khenchela introduite à Bejaia. Une telle caractérisation est indispensable pour une valorisation de cette huile abandonnée.

La première partie de ce travail consiste en une synthèse bibliographique sur l'olivier et l'huile d'olive et leur stabilité oxydative.

La deuxième partie, expérimentale, est consacrée à la détermination des indices de qualité, des indices d'identification, la composition en acides gras, le dosage des pigments et des composés phénoliques et l'estimation de la stabilité oxydative des trois échantillons d'huile d'olive prévues pour ce travail.

*Synthèse
bibliographique*

Chapitre I : L'olivier et l'huile d'olive

1. Culture de l'olivier

1.1. Oléiculture dans le monde :

L'olivier est cultivé aujourd'hui dans toutes les régions du globe se situant entre les latitudes 30 et 45 des deux hémisphères, des Amériques, en Australie et jusqu'en Chine, en passant par le Japon et l'Afrique du Sud. L'olivier est également cultivé de nos jours en Algérie du sud (Ryan et Robards, 1998) et en Argentine (COI, 2010). On compte actuellement plus de 900 millions d'oliviers cultivés à travers le monde mais le bassin méditerranéen est resté sa terre de prédilection, avec près de 95 % des oliveraies mondiales (Benhayoun et Lazzeri, 2007).

La production de l'huile d'olive dans le bassin méditerranéen présente plus de 98 % de la production mondiale concentré essentiellement au pourtour des pays méditerranéens, dont près des 2/3 relèvent de l'Espagne et l'Italie (COI, 2008).

1.2. Oléiculture en Algérie :

L'Algérie fait partie des principaux pays méditerranéens dont le climat est des plus propices à la culture de l'olivier (Bellahcene, 2001). Cette culture revêt une importance non négligeable pour l'Algérie. Elle couvre plus de 200.000 ha et représente 49 % du verger arboricole. Cette oléiculture est localisée principalement en Kabylie et dans la région oranaise. Le nombre d'arbres plantés est estimé à 32 millions rapporté par Laribi *et al.*, 2011).

Durant la campagne 2011, l'Algérie avait enregistré 728 050 hl d'huile sur une superficie de 102893 ha soit 1,9% de la production mondiale. La récolte des olives pour la campagne de cueillette 2012-2013 avait avoisiné les 40 000 quintaux, affichant ainsi un bon rendement dans la production.

2. Olivier

2.1. Origine botanique :

L'olivier, plante dicotylédone, appartient à l'ordre botanique des Ligustrales, famille des oléacées, qui comprend divers genres dont le genre *Olea* (Gaussorgues, 2009). Ce dernier comprend 35 espèces différentes, distribuées dans le monde, parmi lesquelles la seule espèce portant des fruits comestibles l'*Olea europaea*, qui se divise en deux sous espèces:

Olea europæa var. *sylvestris* ou oléastre (l'olivier sauvage) et *Olea europæa* var *sativa* ou l'olivier cultivé (Boskou, 2008).

L'olivier se distingue des autres espèces fruitières par sa longue durée de vie. Il a été longtemps considéré comme un arbre rustique produisant des fruits sans l'intervention de l'homme (Conde *et al.*, 2008).

2.2. Historique et domestication :

La culture de l'olivier, ainsi que la production et l'utilisation de l'huile d'olive ont été des pratiques bien connues et établies dans la région méditerranéenne il y a plus de 7000 années (Gaussorgues, 2009).

L'olivier est certainement l'un des plus anciens arbres cultivés. Pour certains historiens depuis le néolithique: 2000 à 3000 ans avant Jésus-Christ en Syrie, en Asie Mineure et au Proche-Orient. Pour d'autres, c'est en Afrique du côté de l'Égypte ou de l'Éthiopie qu'il a d'abord été cultivé vers 3200 à 3800 ans avant Jésus-Christ (Gaussorgues, 2009). Les Phéniciens l'ont introduit dans la Péninsule Ibérique. Les Romains ont ensuite développé sa culture car l'huile était appréciée à Rome (Gaussorgues, 2009).

Des études archéo-biologiques, génétiques, géographiques et biologiques rendent compte que l'olivier cultivé dérivait de la domestication de l'oléastre dans plusieurs points du bassin méditerranéen sur une très longue période (Besnard *et al.*, 2001). La domestication était multi-locale; plusieurs origines ont été suggérées en Tunisie, Algérie, Corse, Maroc, Italie, Palestine et France, car les cultivars partagent des ressemblances génétiques avec les oléastres locaux de ces régions (Breton *et al.*, 2008).

Actuellement les variétés cultivées diffèrent des oléastres par la taille supérieure et la teneur en l'huile de leur fruits, critères qui ont été à l'origine de leur sélection pour la culture, qui était possible grâce à des propagations végétatives faciles (Fabbri *et al.*, 2009).

2.2.1. Olivier sauvage :

Originaire de l'Afrique du Nord où il pousse spontanément à l'état naturel, l'olivier sauvage ou *Olea europæe* L. var *sylvestris*, plus communément nommé oléastre «Azeboj en berbère» est généralement un arbuste buissonnant épineux de 2 à 15 m de hauteur, à petites feuilles rondes ou légèrement allongées de 3 à 4 cm à face inférieure argentée couverte de poils et à petits fruits sphériques qui contiennent peu d'huile (Hannachi *et al.*, 2008b).

Les populations d'oliviers sauvages sont limitées à quelques secteurs isolés des forêts natales de la Méditerranée, où le pollen peut être distribuer par le vent et les oiseaux (Lumaret *et al.*, 2004). Il est présent sous 2 formes non distinguables morphologiquement, soit indigène, soit feral dérivant de descendant ensauvagé d'olivier (Besnard et Bervillé, 2000).

L'importance de l'oléastre a été signalée dans l'alimentation des anciens habitants de Djerba, en Tunisie qui, en pressant ses fruits, obtenaient de l'huile, ce qui nécessitait sûrement une grande quantité des graines d'oléastre et exigeait certainement une maîtrise d'une technique plus ou moins développée, pour soigner les arbres et même les greffer ou les planter afin d'obtenir de bons rendements (Boudribila, 2004).

2.2.2. Olivier cultivé :

L'olivier cultivé est un arbre d'une hauteur de 5 à 10 m au tronc sinueux dont l'écorce est crevassée qui présentent des feuilles lancéolées persistantes de 2 à 3 ans et des fruits de forme et de teneur en huile assez variables selon la variété considérée. Sa longévité et sa productivité dépassant la centaine d'années et la production commence après 5 à 6 ans de plantation (Fabbri *et al.*, 2009).

Par l'action de l'homme et à l'issue de patients travaux de sélection, de nombreuses variétés ont été obtenues. Selon la destination des fruits de cet arbre, elles ont été classifiées en variétés à olives de table ou variétés à olives à huile ou variétés dites à deux fins (Doveris et Baldoni, 2007).

2.3. Fruit d'*Olea europaea* :

Le fruit est une drupe à épicarpe d'abord vert puis noirâtre à maturité complète de forme ovoïdes ou ellipsoïdes et de dimensions très variables selon les variétés. En général, l'oléastre présente un petit fruit (0,5-1,2 cm) par rapport à l'olivier cultivé (1,2-4 cm). Cela dépend du génotype, de l'environnement ainsi que du nombre de fruits portés par l'arbre (Baccouri *et al.*, 2008; Hannachi *et al.*, 2008).

L'olive est constituée de 3 parties: l'épicarpe (cuticule), mésocarpe (la pulpe) et l'endocarpe (noyau). Le mésocarpe constitue la majeure partie du fruit (70-90%) et qui contient des vacuoles chargées d'huile (Conde *et al.*, 2008).

L'olive atteint son poids maximal après 8 mois suivant la période de floraison et subit des modifications physiologiques et des changements de couleur indiquant sa maturité et son développement morphologique final (Bouaziz *et al.*, 2004).

Ce développement engendre un changement de taille, de couleur, de composition, de texture, de saveur ainsi qu'une augmentation de la susceptibilité aux pathogènes (Baccouri *et al.*, 2008; Conde *et al.*, 2008).

3. Huile d'olive

3.1. Définition :

L'huile d'olive est l'huile provenant uniquement du fruit de l'olivier (*Olea europaea* L.) à l'exclusion des huiles obtenues par solvant ou par des procédés de réestérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature (COI, 2011).

3.2. Classification de l'huile d'olive :

L'huile d'olive peut être classée selon diverses catégories établies selon les caractéristiques des huiles. Le Conseil Oléicole International (COI, 2011) a clairement défini les différents types d'huile d'olive qui sont réparties en quatre catégories qui sont l'huile d'olive vierge extra, huile d'olive vierge, vierge courante et vierge lampante .

Les différentes catégories d'huile d'olive ainsi que les limites des critères de qualité établies par le COI (2011), sont représentées dans l'annexe (1).

3.3. Composition biochimique de l'huile d'olive cultivée et sauvage :

La composition chimique de l'huile d'olive dépend de la variété du fruit, de l'altitude, du degré de maturité des olives (Kalua *et al.*, 2007), de la région de culture, des conditions climatiques, ainsi que des conditions d'extraction et de stockage de l'huile (Gomez-Rico *et al.*, 2008).

Comme toutes les huiles végétales, l'huile d'olive est composée d'une fraction saponifiable (98% de lipide), et d'une fraction insaponifiable (2% de la composition totale) qui comprend les stérols, les pigments, les hydrocarbures, les composés aromatiques, les tocophérols et les composés phénoliques (Ollivier *et al.*, 2004).

3.3.1. Fraction saponifiable :

La fraction saponifiable représente environ 98% de la composition de l'huile d'olive. Elle se compose essentiellement d'acides gras et de leurs dérivés.

a) Les acides gras :

La composition en acides gras constitue un aspect essentiel pour l'évaluation qualitative d'une huile et elle a été récemment utilisée comme paramètre pour la classification des huiles d'olives (Baccouri *et al.*, 2007a). Des normes telles que celles du COI régulent la variabilité des taux en acides gras en plaçant des limites hautes et basses sur les proportions de chacun des acides gras (annexe 2).

Peu d'attentions ont été rapportées à la composition de l'huile d'oléastre. D'après les études menées par Dabbou *et al.* (2011) et Hannachi *et al.* (2012), la composition en acides gras de l'huile d'oléastre est comparable à celle d'une huile de variété cultivée et sauvage, et elle est conforme aux normes données par le conseil oléicole international (COI).

L'abondance de l'acide oléique (C_{18:1}) caractérise le profil en acides gras (AG) de l'huile d'olive cultivée et sauvage qui présentent des taux de 71,1-86% (Zarrouk *et al.*, 2008) et 59-82% (Hannachi *et al.*, 2012). De plus, ces huiles sont constituées d'acides gras poly-insaturés essentiels, notamment l'acide linoléique (C_{18:2}) et l'acide linoléique (C_{18:3}), et d'acides gras saturés à savoir les acides palmitique (C_{16:0}) et stéarique (C_{18:0}) qui sont présents en des teneurs moindres et certains à l'état de trace (Douzane *et al.*, 2010 ; Hannachi *et al.*, 2012) (Tableau I).

b) Les glycérides :

Les triglycérides constituent le principal composant de l'huile d'olive, ils résultent de l'estérification du glycérol par les acides gras, et présentent plus de 95% des lipides totaux (Zarrouk *et al.*, 1996), dont la majorité (environ 25 à 58,76%) se présente sous forme de trioléine (Ollivier *et al.*, 2003).

3.3.2. Fraction insaponifiable :

Cette fraction dénommé constituants mineurs de l'huile d'olive; présente 1 à 2 % de la composition totale de l'huile où ils sont introduits plus de 230 composés différents (Huang *et al.*, 2008). Ces composés dérivent uniquement de fruits ayant subi un processus d'extraction physique (Dilis et Trichopoulou, 2008).

Tableau I: Composition en acides gras (%) de quelques huiles d'oléastres et de variétés cultivées.

Huiles		Origine	C ₁₆ :0	C ₁₈ :0	C ₁₈ :1	C ₁₈ :2	C ₁₈ :3	C ₂₀ :0	référence	
Oléastres	Oléastre1	Tunisie	12,9	2,58	68,9	12,52	0,86	0,51	Hannachi <i>et al.</i> (2009)	
	Oléastre2		16,51	2,79	57,81	19,83	1,65	0,56		
	Oléastre3		12,11	1,7	71,55	12,52	1,34	0,13		
	Oléastre1		Tunisie	11,1	2,1	76,8	6,8	0,65	0,47	Baccouri <i>et al.</i> (2008)
	Oléastre2			8,7	3	78,4	7,1	0,7	0,5	
	Oléastre3			9,2	3,5	74,8	10	0,8	0,5	
	Oléastre4			11,9	2,2	71,1	12,4	0,72	0,4	
	OIch2		Tunisie	0,27	ND	71,55	ND	ND	ND	Hannachi <i>et al.</i> (2012)
	OIch1			0,16		47,03				
	OIch3			0,16		55				
Variétés cultivées	<i>Jemri Guerdan</i>	Tunisie	18,07	2,67	63,22	12,29	0,69	ND	Zarrouk <i>et al.</i> (2008)	
	<i>Chemlali Zarzis</i>		15,01	3,22	69,54	9,17	0,69			
	<i>Zalmati</i>		18,23	2,68	58,83	17,09	0,66			
	<i>Chétoui</i>	Tunisie	0,61	ND	57,20	ND	ND	ND	Hannachi <i>et al.</i> (2012)	
	<i>Chemlali</i>		0,31		64,90					
	<i>Azeradj</i>	Algérie	12,83	1,73	77,03	6,01	0,11	0,59	Douzane <i>et al.</i> (2010)	
	<i>Chemlal</i>		1,93	0,98	73,38	6,54	traces	traces		
	<i>Limli</i>		1,47	0,72	75,0	7,08	0,21	0,04		
	<i>Takesrit</i>		1,5	0,98	75,0	7,0	0,50	0,30		
	<i>Zard</i>	Iran	13,55	2,62	79,24	2,64	0,36	ND	Abouzar <i>et al.</i> (2010)	
<i>Coratina</i>	11,41		1,98	80,72	3,41	0,45				
<i>Arbequina</i>	14,79		1,99	76,81	2,48	0,40				

a) Les composés phénoliques :

Les composés phénoliques sont des éléments importants des qualités sensorielles et nutritionnelles des végétaux consommés par l'homme (Servili *et al.*, 2004) ainsi qu'à sa bonne stabilité oxydative (Gomez-Alonso *et al.*, 2002). Mais s'ils sont aujourd'hui au centre de nombreuses études, c'est surtout pour leur potentiel en matière de prévention de la santé humaine (Garcia-Villalba *et al.*, 2010).

Ces composés ont en commun la présence d'un ou de plusieurs cycles benzénique porteur d'un nombre variable de fonction hydroxyles. Leur classification est basée sur le nombre et la nature des substituants (D'Archivio *et al.*, 2007).

Une forte teneur en composés phénoliques semble constituer un attrait nutritionnel et donc pourrait favoriser une variété d'olive plutôt qu'une autre. Les teneurs usuelles pour une huile d'olive oscillent généralement entre 75 à 700 mg /Kg (Issaoui *et al.*, 2007). Des teneurs se trouvant dans cet intervalle, ont été notées pour des huiles d'oléastres (Hannachi *et al.*, 2012) (Tableau II).

b) Les tocophérols :

Les tocophérols sont des dérivés prenylés du benzodihydropyrane constitués d'un noyau chromane méthylé et d'une chaîne polyisoprénique plus ou moins saturée. On distingue quatre formes de tocophérols, (α , β , γ et δ) qui diffèrent seulement par le nombre et la position de groupes méthyles sur le noyau aromatique (Azzi et Stocker, 2000).

L' α -tocophérol représente 95% de l'ensemble des tocophérols présent dans l'huile d'olive (Ryan et Robards, 1998). Sa présence est en relation avec la qualité de l'huile, et son activité antioxydante dépend de sa concentration en relation avec la fraction phénolique polaire (Boskou, 2008).

Les teneurs en tocophérols dans l'huile sont significativement dépendantes de la variété et du degré de maturité des fruits. Les teneurs, généralement rapportées pour une huile d'olive d'une bonne qualité, varient de 100 à 300 mg/Kg (Allalout *et al.*, 2009). Les taux rapportés pour des huiles d'oléastres oscillent entre 309 à 782 mg/Kg et sont significativement dépendants du génotype et du degré de maturité des fruits (Baccouri *et al.*, 2008). (Tableau II)

c) Les pigments :

La couleur est un attribut de base pour la détermination des caractéristiques de l'huile d'olive, elle est associée pour la plupart des consommateurs à la notation de qualité (Mateos

et García-Mesa, 2006). L'huile d'olive contient divers pigments: les chlorophylles, les phéophytines et les caroténoïdes, qui sont transférés du fruit d'olive à l'huile durant le système d'extraction (Cerretani *et al.*, 2008).

➤ **Les chlorophylles :**

Les chlorophylles sont les pigments les plus abondants dans la nature. Ils sont responsables de la nuance verdâtre de l'huile d'olive dont les taux varient en dépend des facteurs génétiques et du stade de maturation des fruits (Baccouri *et al.*, 2008). Les teneurs en chlorophylles d'huile d'olive de variété et d'oléastre oscillent respectivement entre 1,9 - 13,47 mg/kg (Allalout *et al.*, 2009 ; Abouzar *et al.*, 2010) et 5,3 – 7,1 mg/kg (Hannachi *et al.* , 2012) (Tableau II).

➤ **Les caroténoïdes :**

Les caroténoïdes sont des molécules tétraterpéniques caractérisées par une longue chaîne carbonée à double liaisons conjuguées. Ils sont responsables des colorations rouge, orange et jaune des fruits et légumes, et présentent également une activité provitaminique (Çinar, 2004) et antioxydante (Giuffrida *et al.*, 2006).

L'huile d'olive renferme des teneurs variables en caroténoïdes. Ces teneurs sont affecté par la variété, les conditions environnementales, les conditions d'extraction et notamment de stockage (Criado *et al.*, 2008). Dans l'huile d'oléastre, les teneurs en caroténoïdes oscillent entre 1-4,2 mg/kg et elles sont remarquablement influencées par le stade de maturité des fruits (Baccouri *et al.*, 2007c) et pour l'huile d'olivier cultivé, les teneurs en caroténoïdes fluctuent entre 3,02 – 4,97 mg/kg (Abouzar *et al.*, 2010) (Tableau II).

d) Les stérols :

Les stérols correspondent à 20% de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive (Ben tamim *et al.*, 2008) et sont présents sous forme libre ou estérifiée au acides gras (Phillips *et al.*, 2002). Ce sont des composés important pour la stabilité de l'huile puisque ils agissent comme inhibiteurs des réactions de polymérisation à température élevée et fournissent un important paramètre pour la détection de l'adultération des l'huiles (Velasco et Dobargane, 2002). Les teneurs en stérols de l'huile d'olive varient de 1000 à 3000 mg/Kg (Matos *et al.*, 2007a).

Tableau II : Teneurs en antioxydants (mg/Kg) de quelques huiles d'oléastres et de variétés cultivées

Huiles		Origine	Polyphénols totaux	Ortho diphénols	α -tocophérols	Chlorophylles (mg/Kg)	Caroténoïdes (mg/Kg)	Référence
Oléastres	H3	Tunisie	435	217,6	590	5,1	4,2	Baccouri <i>et al.</i> (2008)
	ZI2		355	176,3	427	6,4	3,9	
	ZI1		255	140	367	2,6	1	
MAT22	186		105	208	3,2	2,3		
	Oléastre		832,95	ND	312,95	10,00	3,92	Dabbou <i>et al.</i> (2011)
	OTeb		59.58	ND	ND	12.17	ND	Hannachi <i>et al.</i> (2012)
	OIch1		537.6	/	/	13,45	/	
Variétés cultivées	Aghenfas	Algérie	161,78	13,15	ND	ND	ND	Laribi <i>et al.</i> (2011)
	Chemlal		234,38	15,49	/	/	/	
	Tabelout		239,79	19,38	/	/	/	
	Chétoui	Tunisie	490.06	ND	ND	7,1	ND	Hannachi <i>et al.</i> (2012)
	Chemlali		214.47	/	/	7,1	/	
	Zard	Iran	181,63	ND	ND	6,99	3,02	Abouzar <i>et al.</i> (2010)
	Coratina		168,72	/	/	9,51	4,97	
	Arbequina		152,29	/	/	5,69	3,75	

e) Le squalene :

Le squalene est un terpène insaturé largement distribué dans la nature. C'est un intermédiaire dans la biosynthèse du cholestérol chez les animaux et des phytostérols chez les végétaux. Il compte plus de 90 % des hydrocarbures présents dans l'huile d'olive (Owen *et al.*, 2000). Son taux dans l'huile d'olive est de 136 à 708 mg/100g (Manzi *et al.*, 1998) et il est caractérisé par une stabilité élevée sous des conditions d'autooxydation et contribue ainsi à la stabilité de l'huile après exposition à la lumière (Grigoriadou *et al.*, 2007).

f) Les substances aromatiques :

Il existe plus de cent composés responsables de l'arôme délicat et unique de l'huile d'olive. Ces composés proviennent des fruits de l'olivier et sont formés durant le broyage et le malaxage des olives (Angerosa *et al.*, 2004). Ces arômes sont un mélange de composés volatiles : les aldéhydes saturés et insaturés, les alcools, les esters et les cétones (Morales *et al.*, 2005).

La teneur en composés volatiles varie d'un cultivar à un autre, et dépend étroitement de l'activité des enzymes de la voie de la lipoxygénase (Runcio *et al.*, 2008). Plus de 64 composés aromatiques ont été détectés dans 39 variétés cultivées étudiées par Luna *et al.* (2006). Par ailleurs 45 composés uniquement ont été déterminés dans l'huile de 5 oléastres qui subissaient d'importantes variations en fonction du génotype (Baccouri *et al.*, 2007b).

Chapitre II : Stabilité oxydative de l'huile d'olive

1. Stabilité oxydative de l'huile d'olive

La stabilité oxydative permet de donner une estimation préliminaire sur la durée de conservation d'une huile (Beltran *et al.*, 2005); elle donne une estimation de la susceptibilité à la dégénérescence oxydative, qui est la cause majeure du rancissement (Velasco et Dobargane, 2002).

Ce processus prend place en présence d'une atmosphère riche en oxygène, générant ainsi des radicaux libres instables qui sont réactifs et capables de modifier les caractéristiques sensorielles et nutritionnelles de l'huile d'olive (Boskou, 2008).

L'huile d'olive se caractérise par une stabilité oxydative remarquable. Proprement stockée, elle retient ses caractéristiques pendant 18 mois (Boskou, 2008). En effet elle est riche en constituants qui retardent le processus d'oxydation et qui préviennent la propagation de la peroxydation lipidique. Cela est attribué à la composition en acides gras monoinsaturés (Salvador *et al.*, 1999) ainsi qu'au pool en composés antioxydants (Matos *et al.*, 2007a).

Baccouri *et al.* (2007b), rapportent que l'huile d'oléastre présente une stabilité oxydative importante, et qu'elle est classée parmi les variétés les plus répandues en Tunisie à savoir *Chemlali*, *Chetoui* et *Oueslati* par rapport à ce paramètre. Cette stabilité est hautement affectée par le facteur génétique ainsi que par le processus de maturation des fruits (Baccouri *et al.*, 2008).

2. Facteurs influençant la stabilité oxydative d'une huile d'olive

a) La variété :

Le cultivar joue un rôle important dans la qualité de l'huile et par conséquent sur la stabilité de l'huile d'olive. En effet, ce sont les caractères génétiques qui influent sur les résistances ou sur la susceptibilité aux maladies, ravageurs et aléas climatiques du cultivar qui déterminent largement la qualité et la stabilité de l'huile. Selon Oueslati *et al.* (2009), la composition en acides gras et la stabilité de l'huile d'olive variaient en fonction du cultivar et de lieu de plantation. Dans le tableau (III) sont représentés les résultats obtenus par certains auteurs concernant quelques variétés d'huile d'olive et l'huile d'oléastres.

Tableau III : Temps d'induction (h) de quelques huiles d'oléastres et de variétés cultivées.

Huile		Origine	Stabilité oxydative (h)	Auteur
Variétés cultivées	<i>Nostrana di Brisighella</i>	Brisighella	43,10	Cerretani <i>et al.</i> (2004)
	<i>Ghiacciolo</i>		36,19	
	<i>Arbequina</i>	Argentine	8,1	Ceci et Carelli. (2007)
	<i>Picual</i>		14,7	
	<i>Barnea</i>		9,7	
	<i>Frantoio</i>		10,0	
<i>Manzanilla Criolla</i>	18,6			
Oléastres	<i>Chemlali</i>	Tunisie	81,4	Oueslati <i>et al.</i> (2009)
	<i>Fakhari</i>		70,4	
	<i>Zarrazi</i>		75,7	
	<i>Dhokar</i>		20,6	
	H3	83,47	Baccouri <i>et al.</i> (2008)	
	ZI2	70,36		
	ZI1	40,3		

b) Le degré de maturité des fruits d'olivier :

La stabilité oxydative de l'huile diminue légèrement lorsque les fruits avancent dans la maturation. Cette régression est généralement attribuée aux différentes réponses métaboliques des variétés et à la diminution de la teneur en polyphénols au cours de la maturation (Beltran *et al.*, 2005).

d) Les paramètres agronomiques :

Les facteurs agronomiques ont tous une influence sur le comportement physiologique de la plante et par conséquent sur la qualité de l'huile produite.

L'effet des conditions climatiques pendant le développement du fruit, ainsi que les travaux prodigués (irrigation) peuvent avoir une incidence sur le profil en composés phénoliques, et par conséquent sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive (Gomez-Rico *et al.*, 2007). D'autres auteurs ont constaté que les huiles d'olive de basse altitude montrent des teneurs élevées en stérols, polyphénols et tocophérols, mais un contenu inférieur en

chlorophylles et acides gras insaturés que les huiles issues des fruits récoltés à de haute altitude (Mousa *et al.*, 1996).

e) Le processus d'extraction :

L'huile d'olive est très appréciée pour sa flaveur caractéristique et sa valeur biologique et nutritionnelle. Ces caractéristiques sont fortement liées à la qualité et la stabilité qui, elles-mêmes, sont influencées par plusieurs paramètres tel que les modes d'extraction. (Ben Hassine *et al.*, 2007).

Pour un cultivar donné et un stade de maturité défini, les diverses étapes d'extraction peuvent avoir une incidence sur les caractéristiques de l'huile notamment les composés phénoliques et par conséquent sur la stabilité oxydative (Cicerale *et al.*, 2009). Des températures de chauffage élevées et l'ajout d'eau à la pâte, ont des effets négatifs sur la qualité et la stabilité de l'huile (Ben Hassine *et al.*, 2007).

L'étude menée par Ben Hassine *et al.* (2007) nous a permis de conclure que le système à deux phases est le système le plus fiable et le plus performant pour avoir une huile stable et de bonne qualité.

g) Le stockage de l'huile d'olive:

Selon les conditions de stockage, l'huile d'olive est sujette à une oxydation qui peut avoir un impacte plus ou moins important sur ses propriétés gustatives et nutritionnelles. Il a été montré que le procédé de stockage de l'huile d'olive avait une influence sur sa composition en acides gras, composés phénoliques, tocopherols, pigments par conséquent sa stabilité oxydative (Morello *et al.*, 2004).

2.2. Stabilité oxydative liée à la composition de l'huile d'olive

2.2.1. Profil en acides gras :

La stabilité oxydative d'une huile ou de toute matière grasse est liée à son taux en acides gras monoinsaturés et polyinsaturés (Krichene *et al.*, 2010). L'huile d'olive est caractérisée par un profil en acides gras dominé par l'acide oléique (55 à 83 %) qui participe fermement à sa stabilité oxydative vu qu'il est beaucoup moins susceptible à l'oxydation comparés à des huiles contenant des taux élevés en acides gras polyinsaturés (Gallina-Toschi *et al.*, 2005).

D'après l'étude d'Aparicio *et al.* (1999), sur 79 échantillons d'huiles d'olive des variétés *Picual* et *Hojiblanca*, la contribution de la composition en acides gras à la stabilité oxydative est estimée à environ 24 %. Un degré d'insaturation élevé des acides gras offre une grande susceptibilité à la formation de radicaux libres (Martin-Polvillo *et al.*, 2004).

2.2.2. Effets des antioxydants sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive

L'huile d'olive est une source importante d'antioxydants naturels, à savoir les tocophérols, les composés phénoliques, les caroténoïdes et autres. Ces antioxydants qui agissent par différents mécanismes contribuent différemment à la stabilité de l'huile (Bendini *et al.*, 2006). Certains auteurs les ont estimés à 51% pour les composés phénoliques, environ 11% pour l' α -tocophérol et 6% pour les caroténoïdes (Aparicio *et al.*, 1999).

a) Les composés phénoliques :

Les inhibiteurs naturels de l'oxydation que sont les polyphénols, contribuent à accroître la stabilité de l'huile d'olive. Cette dernière, présente des taux élevés en composés phénoliques naturels qui exercent un effet protecteur en interrompant la chaîne radicalaire de l'oxydation lipidique (Unal, 1994). Un rapport linéaire a été noté entre la teneur en polyphénols et la stabilité de l'huile d'olive vierge à l'oxydation (Perrin, 1992).

Les composés phénoliques exercent une activité antioxydante par plusieurs mécanismes: piégeage des radicaux libres, transfert d'atome d'hydrogène et chélation des métaux (Shahidi et Wanasundara, 1992).

Les résultats d'une étude menée par Bendini *et al.* (2006) sur l'effet protecteur des composés phénoliques de l'huile d'olive en présence et en absence d'ions cuivre, indiquent que les phénols polaires réduisent les formes oxydées de l' α -tocophérol et que certains aglycones d'oleuropéine possèdent une capacité chélatrice du cuivre.

D'après Velasco et Dobargane, (2002), les *ortho*-diphénols essentiellement l'hydroxytyrosol, l'acide caféique et l'oleuropéine sont les principaux composés phénoliques contribuant activement à la stabilité oxydative de l'huile d'olive, s'y ajoute l'acide protocatechique et l'acide caféique. L'hydroxytyrosol, ayant le meilleur pouvoir antioxydant (Del Carlo *et al.*, 2004). La capacité de ces derniers réside dans leur aptitude à former des liaisons hydrogènes intramoléculaires durant leur action avec des radicaux libres (Carrasco-Pancorbo *et al.*, 2005). En effet, Chimi *et al.* (1991), indiquent que les composés phénoliques

se dégradent avec le temps comme conséquence de leur activité antioxydante et que leur vitesse de dégradation est positivement corrélée à leur efficacité antioxydante.

b) Les tocophérols :

Les tocophérols protègent essentiellement contre l'oxydation des acides gras polyinsaturés. Ils bloquent l'accumulation des radicaux lipidiques qui sont réduits dès leur formation. En effet, une molécule de tocophérol peut protéger 10^3 à 10^6 molécules d'acides gras polyinsaturés à des indices de peroxyde faibles (Kamal-Eldin et Andersson, 1997).

Les tocophérols exercent leur effet antioxydant par de nombreux mécanismes biochimiques et biophysiques. Ils agissent soit comme donneurs d'électrons, retardant la réaction d'oxydation, ou comme accepteurs d'électrons agissant sur l'oxygène singulet, inhibant ainsi l'oxydation induite par ces derniers (Caponio *et al.*, 2005) ; sa présence offre un effet protecteur d'autant plus important vis à vis du phénomène de photooxydation que la concentration soit plus élevée, comme il protège le β -carotène contre l'oxydation (Perrin, 1992).

Outre le bêtacarotène, l'alphatocophérol, qui est le tocophérol prédominant dans l'huile d'olive (90-100 %), montre un effet inhibiteur de l'auto- et la photo-oxydation, aussi bien des systèmes modèles que de l'huile d'olive. À l'obscurité, l' α -tocophérol interrompt la réaction en chaîne du processus radicalaire en agissant avec les radicaux hydroperoxydes par transfert d'hydrogène avec formation d'hydroperoxydes et de radicaux aryloxydes qui se couplent avec d'autres radicaux hydroperoxydes, dans une réaction de terminaison, pour former des produits non radicalaires (Ben Takaya et Hassouna, 2006).

L'association α -tocophérol/ β -carotène semble être moins efficace que α -tocophérol seul pour inhiber ces réactions (Perrin, 1992). En outre, l'action de l' α -tocophérol ne devient effective dans l'huile d'olive que lorsque la fraction phénolique polaire est réduite et que les produits primaires d'oxydation ont atteint un certain seuil. Une activité légèrement prooxydante de ce composé a également été enregistrée dans les premiers stades de l'auto-oxydation de l'huile d'olive, dépendant de sa concentration (Ben Takaya et Hassouna, 2006).

c) Les caroténoïdes :

En plus de leur rôle comme pigment, les caroténoïdes, en particulier le β -carotène, est un antioxydant efficace. Ils protègent contre l'effet de la lumière, de l'air et des pigments

sensibles, en agissant comme des inhibiteurs de la photooxydation en désactivant l'oxygène singulet (Beltran *et al.*, 2005).

2.3. Méthodes de détermination de la stabilité oxydative des lipides

L'objectif des méthodes de détermination de la stabilité oxydative des lipides est d'acquérir une indication sur la durée de conservation des huiles et matières grasses dans une courte durée (Farhoosh, 2007). En outre, elles sont utiles pour vérifier l'effet des composés mineurs sur la stabilité oxydative d'une huile (Cerretani et Bendini, 2010). La prolongation de la période d'induction est liée à l'efficacité antioxydante de l'huile; elle est exprimée par la période de temps (heures ou jours) nécessaire pour atteindre un point critique d'oxydation, responsable d'un changement sensoriel et une accélération soudaine du processus oxydatif (Mateos *et al.*, 2006). Cette stabilité oxydative est déterminée par différentes tests :

a) Mesure de l'oxygène absorbé :

Cette méthode permet de suivre simultanément le cours de l'oxydation et de mesurer l'indice d'oxydation de l'huile traitée. L'oxygène absorbé est mesuré par des méthodes volumétriques ou électrochimiques (Rahmani, 2007).

b) Test de stabilité de Swift :

Ce test consiste à oxyder par l'air, la matière grasse maintenue à 98°C. La mise en évidence de l'oxydation est montrée par la mesure de l'indice de peroxyde en fonction du temps (Rialland, 1972).

c) Méthode à l'étuve ou test Shaal :

Le test consiste à oxyder la matière grasse dans une étuve éclairée à 60°C. La mise en évidence de l'oxydation est montrée par la mesure de l'indice de peroxyde sur des prélèvements faits toutes les 4, 8, ou 24h. (Wolff, 1968). Cette méthode présente l'avantage de se rapprocher des conditions réelles de stockage.

d) Test au Rancimat :

Ce test est très utilisé dans les cahiers de charges pour évaluer la stabilité oxydative des matières grasses. La spécification de TIR (Temps d'Induction au test Rancimat) exprimé en (heures) correspond au temps pendant lequel la matière grasse a résisté à un stress oxydatif.

Le principe du test consiste à vieillir prématurément les matières grasses par décomposition thermique, sous un bullage intensif d'air. Les acides organiques, produits de dégradation de cette oxydation poussée, sont entraînés par un courant d'air et recueillis dans une cellule de mesure remplie d'eau distillée. Le temps d'induction est déterminé par conductimètre. Le test au Rancimat offre l'avantage de suivre plusieurs échantillons en parallèle, avec des durées d'analyse réduites (Jude, 2004).

Partie
expérimentale

Chapitre I. Matériels et méthodes

1. Matériel végétal

La présente étude porte sur trois échantillons d'huiles d'olives de la campagne oléicole 2012/2013. Un échantillon est issu des fruits d'un olivier sauvage de la région de Sidi aich; les deux autres échantillons d'huiles sont issus des variétés cultivées « *Abbani* » et « *Aaleh* » d'origine de Khenchela introduite à Bejaia au niveau de l'Institut Technique de l'Arboriculture Fruitière et de la Vigne (*I.T.A.F.V*) situé à Takerietz commune de Souk-Oufella.

2. Récolte et extraction

La récolte des olives est réalisée à la main sur différents arbres, choisis au hasard à hauteur d'homme et aux quatre points cardinaux. Le transport des échantillons est effectué dans des caisses en plastiques aérées. Les olives sont effeuillées et bien homogénéisées puis lavées. L'extraction de l'huile est effectuée au niveau du laboratoire de l'*I.T.A.F.V* de Takerietz au moyen d'un oléodoseur (Levi-Dilon-Lerogsame), selon les étapes suivantes :

- Le broyage est réalisé par un broyeur à marteau ;
- Le malaxage est effectué en deux temps : 15 minutes sans eau et 15 minutes après ajout de 50 ml d'eau à 30°C pour 920g de pates d'olives ;
- La centrifugation pendant une minute de la pate malaxée est réalisée à l'aide d'une centrifugeuse verticale ayant une vitesse de 4845 tours /min; qui sépare la phase liquide de la phase solide.

Après décantation, les huiles sont recueillies dans des flacons en verre fumé, remplis, étiquetés et conservés à une température de 4°C.

3. Déterminations sur les fruits

3.1. Indice de maturité :

La détermination de l'indice de maturité est réalisée selon la méthode mise au point par l'Institut National des Recherches Agronomiques de Jean en Espagne rapporté par Rahmani (1996), en se basant sur la couleur du fruit (épiderme et pulpe).

Sur cent fruits choisis au hasard sur un lot d'un kilogramme, l'indice de maturité est déterminé par la notation visuelle selon une échelle de coloration de 0 à 7 variant d'un épiderme vert intense jusqu'à un épiderme noir et une pulpe entièrement violette.

L'indice de maturité est donné par la formule suivante :

$$IM = [(0 \times n_0) + (1 \times n_1) + (2 \times n_2) + (3 \times n_3) + (4 \times n_4) + (5 \times n_5) + (6 \times n_6) + (7 \times n_7)] / 100$$

Où :

n est la fréquence sur cent olives et les chiffres de 0 à 7 représentent :

0 : épiderme vert intense ;

1 : épiderme vert jaunissant ;

2 : épiderme vert avec taches rougeâtres ;

3 : épiderme rougeâtre à violet ;

4 : épiderme noir à pulpe blanche ;

5 : épiderme noir et pulpe violette sur moins de la moitié de la pulpe ;

6 : épiderme noir et pulpe violette sur plus de la moitié de la pulpe ;

7 : épiderme noir et pulpe entièrement violette.

3.2. Poids des fruits :

Le poids des fruits qui permet d'évaluer la grosseur du fruit, est mesuré par une balance de précision à 0,001g près, sur le même lot utilisé pour l'indice de maturité. Un échantillon de cent fruits est prélevé au hasard puis pesé (El Antari *et al.*, 2003).

4. Analyses effectuées sur les huiles d'olives

Ces analyses sont effectuées dans différent lieu, l'acidité, l'indice de peroxyde, les indices d'identification et la stabilité oxydative sont analysés au niveau de laboratoire de l'huile de Cevital. Le reste est réalisé au niveau de laboratoire de biochimie de l'université de Bejaia.

4.1. Indices de qualité de l'huile

4.1.1. Acidité :

L'acidité mesure le pourcentage en acides gras libres, exprimé conventionnellement en acide oléique. Elle est déterminée selon la Méthode ISO (1996).

Le principe de la méthode consiste en un titrage des acides gras libres présents par une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium. Un échantillon d'huile de 10 g est solubilisé dans 100 ml d'un mélange (V/V) d'oxyde diéthylique-ethanol à 95 %.

Le mélange est titré, en agitant, avec une solution d'hydroxyde de potassium à 0,1 N jusqu'à virage de l'indicateur coloré (la phénolphtaléine), vers un rose persistant pendant au moins 10 secondes. L'acidité est exprimée en pourcentage en poids d'acide oléique, elle est égale à :

$$A \% (\text{d'acide oléique}) = (V - V_0) \times (N \times M / 10 \times m)$$

Où:

V et V_0 : volume en ml de KOH nécessaire pour neutraliser l'échantillon et le blanc, respectivement;

N : normalité de l'hydroxyde de potassium;

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

m : masse en g de la prise d'essai.

4.1.2. Indice de peroxyde :

L'indice de peroxyde représente la quantité des substances de l'échantillon (exprimée en milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme) qui oxydent l'iodure de potassium avec libération d'iode. La méthode utilisée est celle d'ISO 3960, (2007). 5 g d'huile sont mis en solution dans 12 ml de chloroforme, 18 ml d'acide acétique glaciale et 1ml d'une solution saturée d'iodure de potassium sont ajoutés. Après réaction pendant 5 min à l'obscurité, 75 ml d'eau distillée sont ajoutés et l'iode libéré est titré par une solution de thiosulfate de sodium 0,01 N en présence d'empois d'amidon comme indicateur. Un essai témoin est réalisé dans les mêmes conditions. L'indice de peroxyde est exprimé en milliéquivalent d'oxygène actif par kilogramme selon la formule :

$$\text{Indice de peroxyde} = N (V - V_0) \times 1000/m$$

Où:

N: normalité de thiosulfate de sodium;

V, V_0 : volume en ml de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ nécessaire pour le titrage de l'échantillon et de l'essai à blanc, respectivement;

m : masse en gramme de la prise d'essai.

4.1.3. Extinction spécifique dans l'Ultraviolet :

L'absorbance à 232 nm et 270 nm d'un corps gras renseigne sur la présence de système diéniques et triéniques conjugués. Le taux de ces substances, exprimé comme extinction spécifique, est déterminé selon la méthode décrite par le COI, (1996). Un échantillon de 0,25g d'huile filtrée est ajusté à 25ml avec de l'hexane. L'absorbance est mesurée aux deux longueurs d'ondes 232 nm et 270 nm. Les extinctions spécifiques à 232 nm et 270 nm sont exprimées comme suit :

$$E_{1\text{cm}}(\lambda) = A(\lambda) / (C \times I)$$

Où:

E : extinction spécifique à la longueur d'onde λ ;

A λ : densité optique à λ nm;

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

I: épaisseur de la cuve en cm.

5. Indices d'identification

5.1. Indice de réfraction :

L'indice de réfraction d'une substance est le rapport de la vitesse de la lumière à une longueur d'onde définie dans le vide et sa vitesse dans la substance. Il permet de mesurer la pureté d'un échantillon.

La mesure est effectuée à l'aide d'un réfractomètre, d'ABBE gradué entre $n_D=1.3000$ et 1.7000 à une température de 20°C . Cet instrument sert à mesurer la déviation de la lumière lorsqu'elle passe dans un liquide. La méthode suivie est celle d'ISO 6320 (2000).

5.2. Indice d'iode :

L'indice d'iode d'un corps est la masse d'iode, exprimée en gramme, que l'on peut fixer par 100 grammes. Il permet d'évaluer le degré d'insaturation (Tyrine, 1980).

Le principe se base sur le titrage, par le thiosulfate de sodium, de l'excès de réactif de Wijs transformé en iode par l'addition de l'iodure de potassium ISO 3961 (1996).

0,2g d'huile d'olive pesé dans une fiole de 500 ml est mis en solution dans 15 ml de tétrachlorure de carbone et 15 ml de réactif de Wijs sont ajoutés. Une fois bouchée, la fiole est agitée doucement et placée dans un endroit à l'abri de la lumière pendant 1 heure à 20°C . Après ce temps, 20ml d'iodure de potassium à 10% et 150ml d' H_2O distillée sont additionnés.

L'échantillon est titré avec le thiosulfate de sodium (0,1N) en utilisant comme indicateur une solution d'empois d'amidon à 0,5% (quelques gouttes). Le titrage est poursuivi jusqu'au moment où la couleur bleu disparaît, après agitation très vigoureusement. Un essai à blanc sans l'huile est réalisé en même temps dans les mêmes conditions. L'indice d'iode est déterminé ci après :

$$\text{Indice d'iode} = \frac{V_0 - V}{P} \times 1,269$$

Où:

1,269 : nombre de gramme d'iode correspondent à 1 ml de thiosulfate de sodium (0,1N);

P : masse d'huile d'olive;

V₀ : volume de Na₂S₂O₃ pour l'essai à blanc;

V : volume de Na₂S₂O₃ pour la prise d'essai.

5.3. Humidité :

L'eau et les matières volatiles sont déterminées par la perte en masse, subit par le produit (huile) après chauffage à 103°C, pendant un temps suffisamment court pour éviter l'oxydation, mais suffisamment long pour permettre l'élimination total de l'eau et les produits volatils. Elle est exprimée en % ISO 662 (1998).

Un échantillon de 5g d'huile est mis à l'étuve à 103°C. Celui-ci est régulièrement pesé après refroidissement au dessiccateur jusqu'à poids constant. La teneur en eaux et matières volatiles est donnée par l'expression ci après :

$$\% \text{ humidité} = \frac{(P1 - P2)}{P} \times 100.$$

Où:

P1: poids de cristalliseur et le poids de la prise d'essai;

P2: poids de l'échantillon avec le cristalliseur après séchage;

P: poids de la prise d'essai.

5.4. Densité:

La densité relative d'une huile ou d'une graisse est le quotient de la masse, dans l'atmosphère, d'un certain volume de cette huile à 20°C par la masse du même volume d'eau à la même température. Elle augmente au fur et à mesure que le poids des acides constituant le corps gras diminue et que leurs insaturations augmentent.

200 ml d'huile à analyser sont mis dans une éprouvette de 250 ml, ensuite un densimètre est trempé dans l'éprouvette. Après stabilisation, la lecture est directement effectuée sur le densimètre (Karleskind, 1992).

Les valeurs de densité sont déterminées par la formule suivante:

$$D_{t'} = D_t + 0,00069 (t - t')$$

Où:

D_t : est la densité lue directement sur le densimètre à une température t ;

$D_{t'}$: est la densité à une température t' qui est égal à 20°C;

0,00069: est un facteur de correction.

5.5. Viscosité :

La viscosité d'un corps gras augmente avec le poids moléculaire et diminue avec l'augmentation du nombre d'insaturation (doubles liaisons) et de la température.

Le principe de la viscosité est basé sur la mesure du temps mis par un volume déterminé de prise d'essai, contenue dans le réservoir d'un viscosimètre, pour s'écouler entre deux repères (Karleskind, 1992).

Un volume déterminé d'huile est introduit dans le réservoir d'un viscosimètre de type Ooswald ayant un facteur de correction égale à 3,009 mm²/S plongé dans un bain thermostat.

Le temps mis par ce volume pour s'écouler entre les deux repères R1, R2 du capillaire à une température de 20°C est mesuré. Les résultats sont lus directement sur l'appareil.

5.6. Couleur :

La détermination de la couleur est effectuée par un colorimètre Lovibond PFX995 Tintometre constitué de deux séries de verres colorées : jaune et rouge, la couleur de l'huile

est comparée à une couleur obtenue suite à la superposition de ces verres colorés (ISO 15305,1998).

Le principe consiste à verser l'échantillon à analyser dans la cellule du lovibond, puis déterminer la couleur correspondante en faisant la comparaison avec les lames de couleur standard. La lecture se fait par le réglage de deux faces et l'observation jusqu'à l'obtention de la même couleur des deux cotés, ensuite, il faut lire sur la planche les valeurs du jaune et rouge.

Les résultats s'expriment en terme de nombre d'unités jaune et rouge nécessaires afin d'obtenir la couleur correspondante.

6. Composition en acides gras

a) Préparation des esters méthyliques :

Les esters méthyliques sont préparés selon la norme internationale E.C. (2002), relative aux corps gras d'origine animale et végétale. Un échantillon de 0,5 g d'huile est dissout dans 5 ml d'hexane, 0,5 ml d'une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium 2N préalablement préparée, sont ajoutés, le tout est agité pendant 30 secondes, puis centrifugé à 3000 tours/min, 2 gouttes du surnageant sont prélevées avec une pipette et mélangées avec 1 ml d'hexane.

b) Dosage quantitatif et qualitatif :

Un volume de 1 µl des esters méthyliques sont injectés dans un chromatographe en phase gazeuse de type Chrompack C 9002 dont les conditions d'analyse sont décrites ci après :

- ✓ Injecteur : SPLIT 1/100;
- ✓ Colonne capillaire DB 23 : (longueur : 30, diamètre intérieur : 0.32 mm et épaisseur : 0.25 µm);
- ✓ Gaz vecteur: Azote;
- ✓ Détecteur: FID;
- ✓ Températures :(injecteur : 250 °C, détecteur : 250 °C et le four : 200 °C);
- ✓ Quantité injectée: 01µl;
- ✓ Vitesse du papier: 0.5 cm/min;
- ✓ Programme (gradient de température).

6,5°C/min 2,75°C/min 40°C/min
130°C —→ **170°C** —→ **215°C** —→ **230°C**.
 1 min 12 min 3 min

✓ **Analyses qualitative :**

Les acides gras sont identifiés en fonction de leur temps de rétention au niveau de la colonne par comparaison à des acides gras étalons.

✓ **Analyse quantitative :**

La quantité de chaque acide gras est donnée en % d'acide gras totaux.

7. Dosages des pigments

Le protocole adopté au dosage des chlorophylles et des caroténoïdes est celui de Mínguez-Mosquera *et al.* (1991).

Un échantillon de 7,5g d'huile est ajusté à 25 ml avec du cyclohexane. Le maximum d'absorption à 670 nm renseigne sur la fraction chlorophyllienne, alors que la fraction caroténoïde est détectée à 470 nm. La valeur du coefficient d'extinction spécifique appliquée est $E_0=613$ pour la pheophytine comme composant majeur des chlorophylles et $E_0=2000$ pour la lutéine comme caroténoïde majeur. Ainsi le contenu en pigments est déterminé comme suit :

$$\text{Chlorophylle (mg Kg}^{-1}\text{)} = A_{670} \times 10^6 / 613 \times 100 \times T$$

$$\text{Caroténoïdes (mg Kg}^{-1}\text{)} = A_{470} \times 10^6 / 2000 \times 100 \times T$$

Où:

A: Absorbance

T : Trajet optique (épaisseur de la cuve 1cm).

8. Dosage des composés phénoliques

8.1. Extraction des composés phénoliques totaux :

La méthode appliquée pour extraire les composés phénoliques est celle de l'extraction liquide- liquide selon Ollivier *et al.* (2004).

Une quantité de 10 g d'huile a été pesée et mélangé avec 10 ml de méthanol / eau (80/20) dans un tube à centrifuger. L'ensemble est vortexé pendant 10 min. Le volume total subit une séparation par centrifugation à 3800 tour / min pendant 15min. La phase méthanolique est récupérée et transférée dans une fiole jaugée de 50 ml. L'opération est reconduite 2 fois et on complète au trait de jauge avec la solution méthanol/eau (80/20).

8.2. Dosage des polyphénols totaux :

La teneur en composés phénoliques totaux des différents extraits est déterminée selon le protocole de Favati *et al.* (1994), basée sur la réduction en milieu alcalin de la mixture phosphotungstique phosphomolybdique du réactif de Folin par les groupements oxydables des composés phénoliques, conduisant à la formation de produits de réduction de couleur bleu. Ces derniers présentent un maximum d'absorption à 765 nm et dont l'intensité est proportionnelle à la quantité de polyphénols présents dans l'échantillon (Georgé *et al.*, 2005).

Dans un flacon de 20 ml, un volume de 0,5 ml de réactif Folin-Ciocalteu est ajouté à 2 ml de l'extrait concentré en polyphénols. Après 3 min, un volume de 4 ml d'une solution de carbonate de sodium (10%) est ajouté, puis ajusté avec de l'eau distillée (5ml).

Après 90 min à l'obscurité, la solution est centrifugée et l'absorbance est réalisée à 765nm. Un essai à blanc est effectuée. Les concentrations en polyphénols exprimées en équivalent d'acide gallique, sont déterminées en se référant à une courbe étalon (annexe 3).

8.3. Dosage des *ortho*-diphénols :

La concentration en *ortho*-diphénols des extraits méthanoliques des échantillons d'huiles est déterminée suivant le protocole de Mateos *et al.* (2001). Cette méthode est basée sur la formation de complexes entre les *ortho*-diphénols et les ions molybdates.

4 ml d'extrait méthanolique, sont ajoutés 1 ml d'une solution de molybdate de sodium dihydraté à 5% dans l'éthanol-eau (v/v). Le mélange est agité vigoureusement et après 15 mn d'incubation à l'obscurité, l'absorbance des solutions phénoliques est mesurée à 370nm. Les teneurs en *ortho*-diphénols des échantillons sont calculées à partir de l'équation de régression de la gamme d'étalonnage établie avec l'acide caféique (annexe 3).

9. Stabilité oxydative utilisant le Rancimat

Pour évaluer la qualité des huiles, il convient d'estimer de façon rapide et simple, leur stabilité et durabilité par un test d'oxydation accéléré. Le principe du Rancimat consiste à

vieillir prématurément les huiles et graisses par décomposition thermique. Les composés volatils dégagés au cours du processus d'oxydation sont entraînés par l'air dans une fiole contenant de l'eau distillée dans laquelle est immergée une électrode de mesure de la conductivité électrique. L'électrode est connectée à un dispositif de mesure et d'enregistrement. La fin de la période d'induction est indiquée lorsque la conductivité se met à augmenter rapidement. Cette augmentation accélérée est provoquée par l'accumulation d'acides carboxyliques volatils produits au cours de l'oxydation (Farhoosh, 2007).

La stabilité de nos huiles est déterminée selon ISO/6886/96, à l'aide d'un appareil Rancimat Metrohm n°743. Un flux d'air fixé à 10 l/h traverse un échantillon d'huile de 3 g chauffé à 98°C.

La période d'induction exprimée en heures correspond au temps écoulé entre le début de la mesure et le moment où la formation de produits d'oxydation commence à augmenter rapidement (Point d'inflexion de la courbe de conductivité), entre autre le temps pendant lequel la matière grasse a résisté à un stress oxydatif.

10. Analyse statistique

Une étude statistique a été réalisée pour la comparaison des résultats et la mise en évidence des différences significatives entre les échantillons pour certains tests (l'extinction spécifique dans l'Ultraviolet, dosage des pigments et les composés phénoliques) réalisées en 3 essais, en appliquant une analyse de la variance (ANOVA) suivie du test de Newman-keuls à l'aide d'un logiciel STATISTICA 5.5. Le degré de signification des résultats est pris à la probabilité $p < 0,05$.

Chapitre II : Résultats et discussion.

1. Déterminations sur les fruits

1.1. Indice de maturité :

L'indice de maturité est un paramètre qui renseigne d'une façon globale sur la maturité des fruits (Ait Yacine *et al.*, 2001). Les résultats des indices de maturité des échantillons de fruits étudiés sont consignés dans le tableau (IV). Ils sont de 3,9 pour les fruits d'olivier sauvage; 4,18 pour la variété « *Abbani* » et 4,01 pour la variété « *Aaleh* ».

Bien que les échantillons de fruits soient récoltés à des périodes différentes, ils montrent toutefois, des valeurs d'indice de maturité proches, ceci est probablement lié à des facteurs génétiques; certaines variétés entrent en maturité plus vite que d'autres. Des résultats similaires ont été observés par El Antari *et al.* (2003) qui ont noté que la variété marocaine *Manzanilla* se distingue par sa vitesse élevée d'entrée en maturité.

D'autres facteurs peuvent également influencer l'indice de maturité dont la charge de l'olivier en fruits (El Antari *et al.*, 2000), qui engendre une compétition entre les fruits dont résultent les faibles valeurs d'indice de maturité au moment de la récolte.

Tableau IV: Valeurs de l'indice de maturité et poids moyen des olives.

Echantillon de fruit	Origine	Date de récoltes	Indice de maturité	Poids moyen (g)
Oléastre	Sidi- aich	05-01-2013	3,9	0,9
<i>Abbani</i>	Takerietz	18-11-2012	4,18	1,6
<i>Aaleh</i>	Takerietz	12-11-2012	4,01	1,5

1.2. Poids des fruits :

Le poids moyen des fruits montre des valeurs variables (tableau IV). L'oléastre présente le poids moyen le plus faible 0,9 g alors que la variété *Abbani* présente le poids moyen le plus élevé (1,6 g). La variété *Aaleh* présente un poids moyen de 1,5 g.

D'après les résultats obtenus et en se référant à Abaza *et al.* (2002), on peut classer les échantillons étudiés par rapport au poids moyen des fruits à une classe des variétés à poids faible (entre 1 et 2 g). D'après Hannachi *et al.* (2007), chaque individu, dans son milieu, exprime différemment ses potentialités génétiques, ce qui pourrait être à l'origine de cette variabilité. La charge des arbres en fruits influe également sur le poids des drupes (El Antari *et al.*, 2000).

2. Indices de qualité de l'huile d'olive

2.1. Acidité :

L'acidité libre est un facteur qui renseigne sur l'altération de l'huile par hydrolyse. Les résultats enregistrés pour les échantillons analysés sont représentés dans la figure 1.

Les acidités enregistrées oscillent entre 0,08% pour l'huile d'olive de la variété *Abbani* et 0,14% pour l'huile d'oléastre, qui présente l'acidité la plus élevée, mais qui restent inférieure à la limite établies par le COI (2011) qui est de 0,8% pour une huile d'olive extra vierge. L'échantillon d'huile d'olive de la variété *Aaleh* présente une acidité de 0,11%.

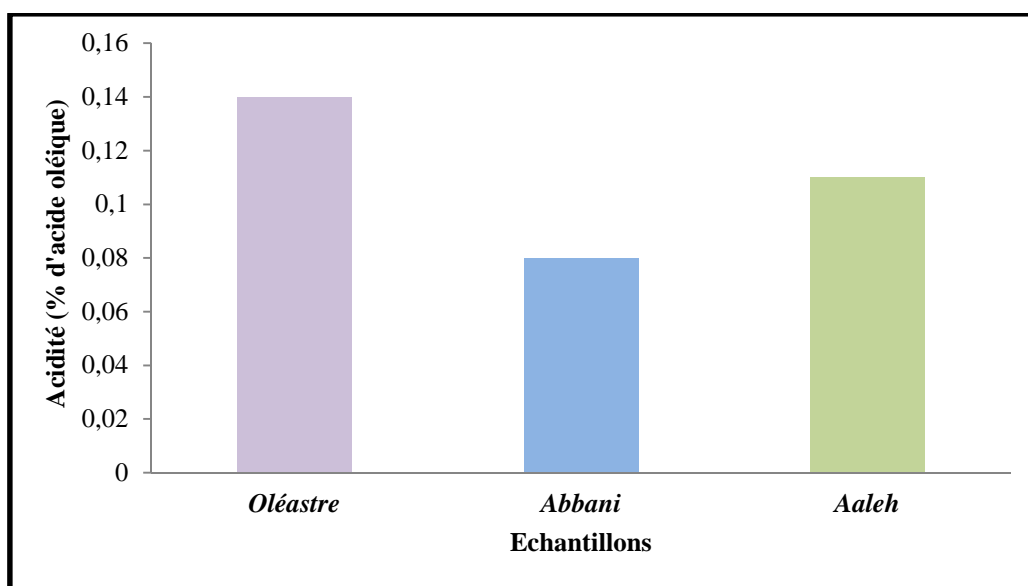


Figure 1 : Acidité des trois échantillons d'huile d'olive.

Ces faibles acidités traduisent une faible hydrolyse durant l'extraction et le stockage de l'huile. Elles sont une conséquence directe d'une récolte à la main et d'une extraction immédiate sans procéder au stockage des olives. D'après Ajana *et al.* (1999), dans de telles conditions, l'acidité ne doit pas dépasser 0,5 %, ce qui est le cas de nos huiles.

Les résultats des échantillons d'huiles étudiées sont proches ceux des huiles des variétés algériennes analysées par Laribi *et al.* (2011), pour lesquelles l'acidité libre est comprise entre 0,08 et 0,23% d'acide oléique, mais inférieure aux huiles d'oléastres tunisiennes (entre 0,3 à 0,5% en acide oléique) analysées par Baccouri *et al.*, (2007a).

2.2. Indice de peroxyde :

L'indice de peroxyde détermine la quantité d'hydroperoxydes présents dans l'huile d'olive, ce qui permet de mesurer l'autooxydation des lipides (Haddada *et al.*, 2008).

Les valeurs de l'indice de peroxyde enregistrées (Figure 2), sont inférieures à 20 meq d'O₂/Kg limite fixée par le COI, (2011) pour une huile d'olive extra vierge.

Ces valeurs sont comprises entre un minimum de 1,2 meq O₂/Kg pour l'huile d'oléastre et un maximum de 3,5 meq O₂/kg pour l'huile d'olive de la variété *Abbani*. La variété *Aaleh* présente un indice de peroxyde de 2 meq O₂/Kg. Ces valeurs faibles de l'indice de peroxyde traduit une faible oxydation des huiles.

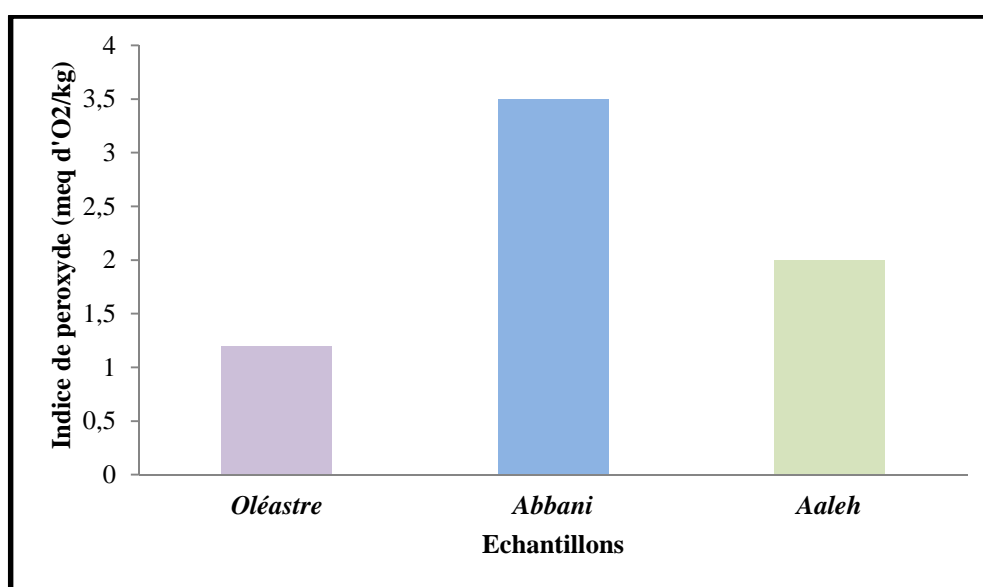


Figure 2: Indice de peroxyde des trois échantillons d'huile d'olive.

Plusieurs facteurs peuvent influencer l'indice de peroxyde d'une huile d'olive, à savoir l'état sanitaire des fruits et les conditions de transformation (récolte, transport et stockage des olives).

Les indices de peroxyde enregistrés pour les trois échantillons d'huiles sont inférieurs à ceux enregistrés pour les huiles des variétés turques (entre 7,37 et 16,08 meq d'O₂/Kg) analysées par Ocakoglu *et al.*, (2009), ainsi que des huiles d'oléastres (entre 2,4 à 7,66 meq O₂/Kg) analysées par Baccouri *et al.* (2007a).

2.3. Extinction spécifique dans l'Ultraviolet :

Les extinctions spécifiques d'une huile d'olive à 232 et 270 nm reflètent son état d'oxydation. L'oxydation conduit à la formation des diènes conjugués qui absorbent à 232 nm, les produits secondaires d'oxydation présentent un maximum d'absorbance vers 270 nm.

D'après nos résultats (Figure 3,4) concernant les absorbances spécifiques (K_{232} , K_{270}), toutes les valeurs enregistrées s'inscrivent parfaitement dans les limites fixées par le COI, (2011) pour une huile d'olive extra vierge ($K_{232} \leq 2,5$; $K_{270} \leq 0,20$).

Des différences significatives ($p < 0,05$) sont relevées au sein des échantillons. La valeur minimale du coefficient K_{232} est obtenue pour la variété *Abbani* (1,99), la valeur maximale pour la variété *Aaleh* (2,44). Quant au coefficient K_{270} , les valeurs se situent entre 0,12 et 0,18 pour les échantillons d'huiles.

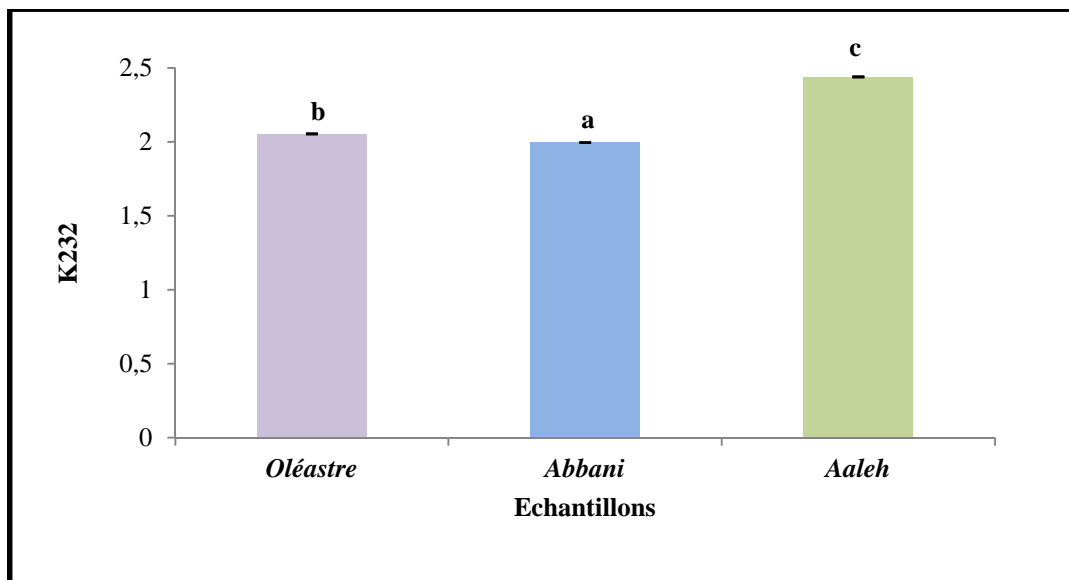


Figure 3: Absorbance à 232nm des trois échantillons d'huile d'olive.

* les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ($p < 0,05$),

* les barres verticales représentent les écarts types.

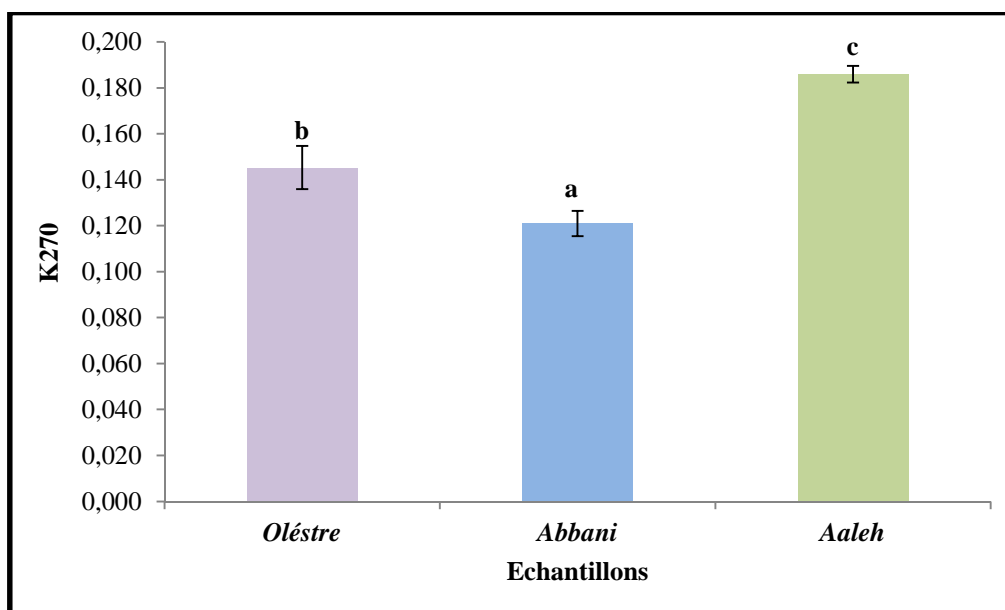


Figure 4 : Absorbance à 272nm des trois échantillons d'huile d'olive.

* les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ($p < 0,05$),

* les barres verticales représentent les écarts types.

Nos résultats sont proches de ceux enregistrés pour les variétés européennes introduites en Tunisie *Ascolana Tenera*, *Koroneiki* et *Picholine* qui varient entre 1,6 et 2,8 pour le coefficient K_{232} et entre 0,1 et 0,2 pour coefficient K_{270} (Dabbou *et al.*, 2009).

Compte tenu des résultats des indices de qualité (acidité, indice de peroxyde et coefficients d'extinction spécifique dans l'UV « K_{232} , K_{270} » qui sont inférieurs aux limites établies par le COI (2011) pour une huile d'olive extra vierge, l'huile oléastre ainsi que les deux huiles des variétés cultivées peuvent être classées dans la catégorie extra vierge.

3. Indices d'identification des huiles

3.1. Indice de réfraction :

L'indice de réfraction permet de mesurer la pureté d'un échantillon. Les résultats des indices de réfraction des huiles analysées sont représentés dans la figure 5.

Les valeurs sont comprises entre 1,467 et 1,468 et correspondent aux valeurs données par la norme du Codex Stan 33-2011 qui sont de 1,4677 à 1,4705 pour une huile d'olive vierge. L'indice de réfraction de l'huile d'oléastre est comparable à celui des huiles des variétés *Aaleh* et *Abbani*.

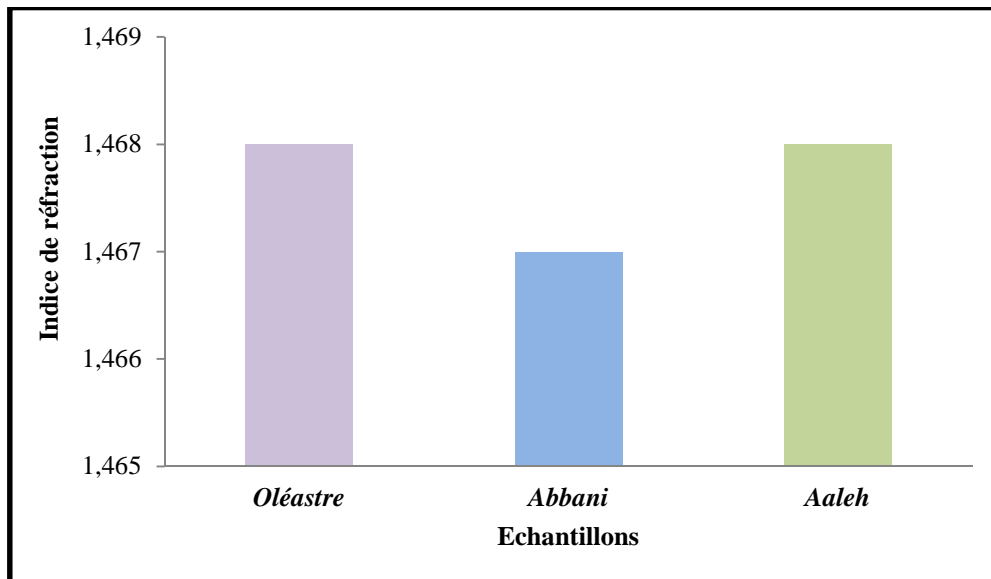


Figure 5: Indice de réfraction des trois échantillons d'huile d'olive.

Ogutcu *et al.* (2008) ont rapporté des indices de réfraction de 1,467 à 1,469 pour des variétés turques. Les mêmes indices ont été notés par Rahmani et Csallany. (2000) sur des huiles de la variété *Picholine* marocaine.

3.2. Indice d'iode :

L'indice d'iode peut caractériser une variété donnée ; il est en relation avec le degré d'insaturation des acides gras constituant l'huile. La figure 6 montre les valeurs d'indice d'iodes enregistrés pour les échantillons analysés.

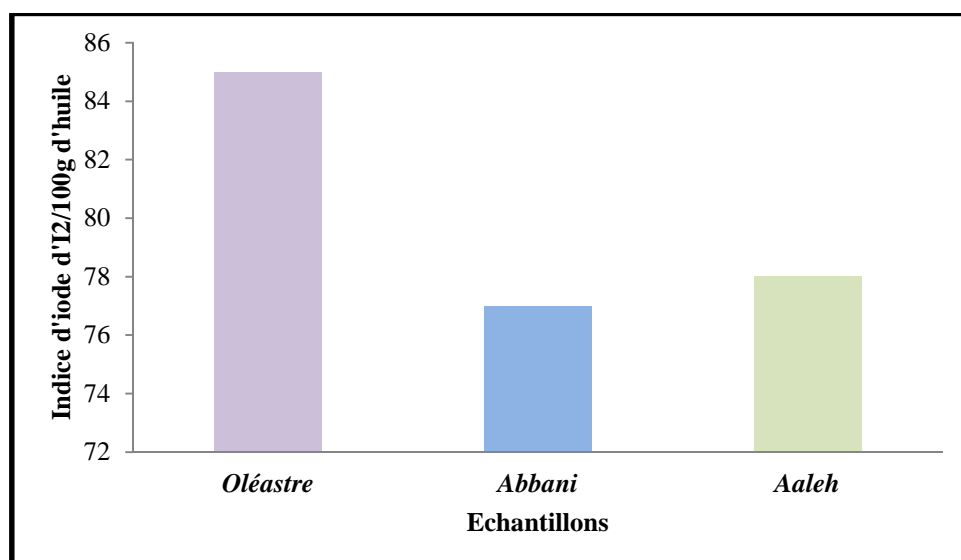


Figure 6 : Indice d'iode des trois échantillons d'huile d'olive.

Il ressort de ces résultats que les trois échantillons d'huiles étudiés sont conformes aux normes fixées par le CODEX STAN 33-2011 qui recommande des valeurs allant de 75 à 94g de I₂/100g d'huile pour une huile d'olive vierge. Les valeurs oscillent entre 77 et 85g de I₂/100g.

Etant donné que l'indice d'iode nous renseigne sur les doubles liaisons, en conséquence sur l'oxydation des huiles, on peut déduire que l'huile des variétés *Abbani* et *Aaleh* n'ont pas ou ont subi une faible oxydation comparé à l'huile d'oléastre qui présente un taux d'insaturations plus élevé (85g de I₂/100g).

3.3. Humidité :

La teneur en eau est un critère de qualité utilisé essentiellement pour estimer le degré d'humidité de l'huile. Elle renseigne sur la stabilité du produit contre les risques d'altération durant la conservation.

Pour les différents échantillons, les résultats obtenus (Figure 7) sont de 0,24%, 1,43% et 2,07% pour l'huile d'oléastre, *Abbani* et *Aaleh* respectivement. Ces résultats ne sont pas conformes à la norme fixées par le COI (2011) caractérisant les huiles d'olives vierges ($\leq 0.2\%$).

Ces valeurs élevées d'humidité peuvent être expliquées par le fait que l'huile est additionnée d'une quantité d'eau au cours du processus d'extraction de l'huile (Chabour, 2003) et qui n'est pas complètement éliminée lors de la séparation des phases, d'autre part; il est connu que les huiles d'olives ne subissent pas de séchage.

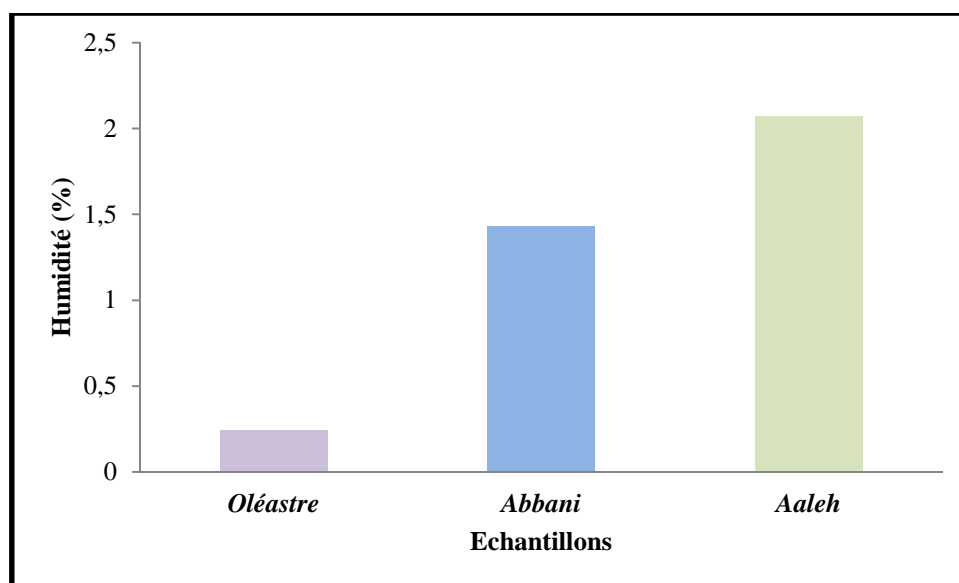


Figure 7 : Teneur d'humidité des trois échantillons d'huile d'olive.

3.4. Densité :

La densité est considérée comme un critère physique qui permet de contrôler la pureté d'une huile. Les résultats de la densité de nos échantillons sont présentés dans la figure 8.

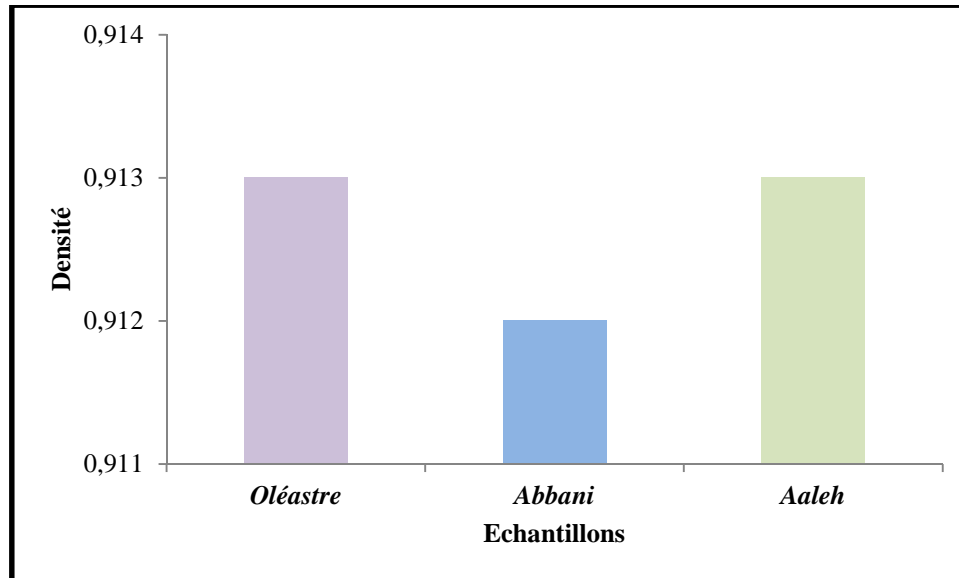


Figure 8 : Densité des trois échantillons d'huile d'olive.

Pour ce paramètre, les valeurs enregistrées par nos huiles sont de 0,913, 0,912 et 0,913 respectivement pour l'oléastre, *Abbani* et *Aaleh*. Ces valeurs de densité correspondent à celles fixées par la norme de CODEX STAN 33-2011 pour une huile d'olive extra vierge (entre 0,910 et 0,916).

3.5. Viscosité :

La viscosité peut nous renseigner sur la présence de fonctions secondaires. Elle croit avec la présence de ces fonctions et le degré de saturation (Karleskind, 1992). Les résultats de la viscosité de nos échantillons sont présentés dans la figure 9. Les valeurs obtenues sont variable, elles oscillent entre 78,7 mPas pour la variété *Aaleh* et 85 mPas pour la variété *Abbani*.

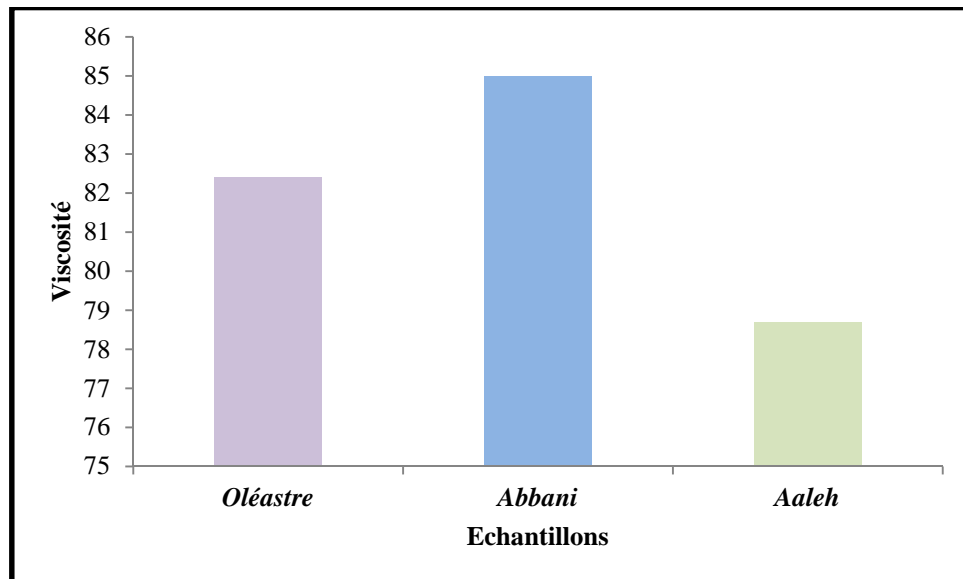


Figure 9 : Viscosité des différents échantillons d'huile d'olive.

3.6. Couleur :

L'observation visuelle de nos huiles montre une couleur jaune claire. Cela est lié au nombre important d'unités jaunes par rapport aux unités rouge (Figure 10).

L'oléastre présente le nombre le plus élevé en unités jaunes (39), alors que les deux variétés *Abbani* et *Aaleh* présente respectivement 21 et 20. Les unités rouges oscillent entre 0,9 et 1,1.

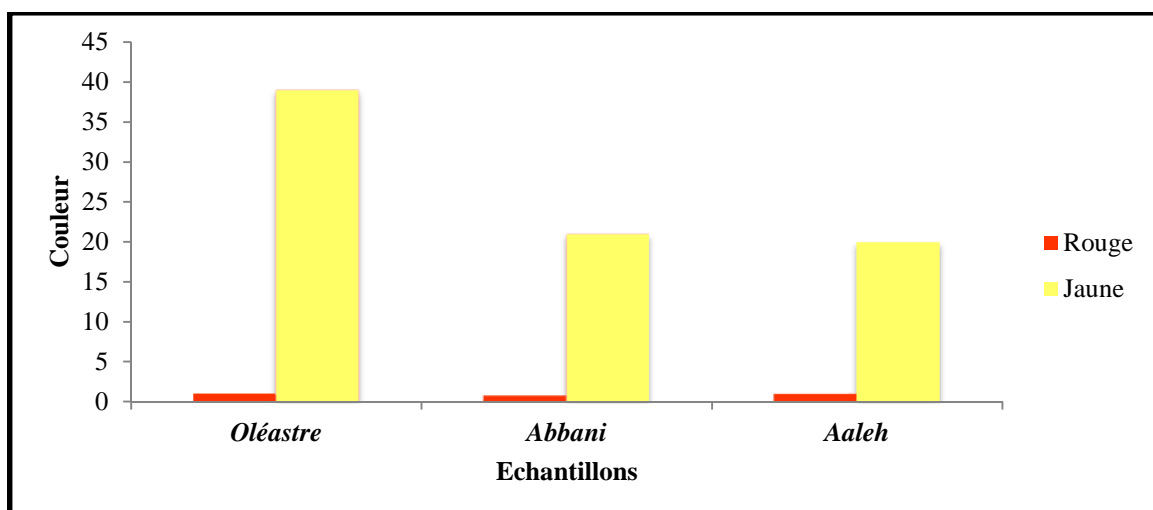


Figure 10: Couleur des trois échantillons d'huile d'olive

Cette couleur est liée à la quantité importante de pigments jaunes (caroténoïdes) à la température ambiante. Cette composition en caroténoïdes au dépend des chlorophylles ne peut

être que bénéfique pour la conservation des huiles vue le caractère prooxydatif de ces composés en présence de la lumière (Gandul-Rojas et Minguez-Mosquera, 1996).

4. Composition en acides gras :

La composition en acide gras totaux (tableau V) est un paramètre de qualité et d'authenticité des huiles. L'analyse des chromatogrammes (annexes 4), montre des similitudes dans la composition qualitative en acides gras ; le contenu est typique pour chaque échantillon d'huile. Le profil révèle :

- Des acides gras saturés : acide palmitique (C_{16:0}), acide stéarique (C_{18:0}) et acide arachidique (C_{20:0});
- Des acides gras monoinsaturés: acide palmitoléique (C_{16:1}), acide oléique (C_{18:1}) et acide gadoléique (C_{20:1});
- Des acides gras polyinsaturés : acide linoléique (C_{18:2}) et acide linoléique (C_{18:3}).

Les trois échantillons étudiés présentent des teneurs en différents acides gras répondant aux normes établies par le COI (2011) pour une huile d'olives extra vierge. Cette composition est analogue à celle observée par d'autres auteurs (Aparicio *et al.*, 2002 ; Abouzar *et al.*, 2010 ; Hannachi *et al.*, 2012) pour les huiles de variétés cultivées et des huiles d'oléastres.

Selon Oueslati *et al.* (2009), la composition en acides gras varie en fonction des facteurs génétiques, de la région de provenance et du degré de maturité des fruits.

L'acide oléique (C_{18:1}) est l'acide gras dominant pour tous les échantillons étudiés. L'échantillon d'huile de la variété *Abbani* se distingue par le taux le plus élevé en acide oléique (73,67 %) et le taux le plus faible (6,85%) en acide linoléique (C_{18:2}); il se caractérise ainsi par le rapport C_{18:1}/ C_{18:2} le plus élevé (10,75%). Les taux enregistrés pour cette variété sont très proches de ceux obtenus par Abaza *et al.* (2002), sur la variété tunisienne *Sayali*.

Tableau V : Composition en acides gras des échantillons d'huiles étudiés.

Echantillons AG	Oléastre	Abbani	Aaleh
C₁₆ :0	17,50	15,68	17,40
C₁₆ :1	1,49	1,78	2,04
C₁₈ :0	2,69	2,00	0,28
C₁₈ :1	59,54	73 ,67	67,73
C₁₈ :2	17,61	6,85	8,96
C₁₈ :3	0,53	ND	0,62
C₂₀ :0	0,41	ND	0,40
C₂₀ :1	0,19	ND	0,20
AGI	79,36	82,3	79,55
AGS	20,6	17,68	18,08
AGI/AGS	3,85	4,654	4,4
C₁₈ :1/C₁₈ :2	3,38	10,755	7,559
AGMI/AGPI	3,37	11,01	7,30

AG : acide gras; C₁₆:0 : acide palmitique, C₁₆:1 : acide palmitoléique, C₁₈:0: acide stéarique, C₁₈:1 : acide oléique, C₁₈:2 : acide linoléique, C₁₈:3 : acide linoléique, C₂₀:0 : acide arachidique, C₂₀:1 : acide gadoléique, AGI : acide gras insaturé, AGS : acide gras saturé, AGMI : acide gras monoinsaturé, AGPI : acide gras polyinsaturé, ND : non détecté.

L'échantillon d'huile d'oléastre présente le taux le plus élevé en acide linoléique (17,61%), et la teneur la plus faible en acide oléique (59,54%) et se caractérise ainsi par le rapport C₁₈:1/C₁₈:2 le plus faible (3,38%). Des teneurs similaires en acide oléique ont été rapportées par Hannachi *et al.* (2012) et Baccouri *et al.* (2008) pour des huiles d'oléastres tunisiennes. L'échantillon d'huile de la variété *Aaleh* présente une teneur de 67,73 % d'acides oléique et un rapport C₁₈:1/ C₁₈:2 de 7,55%.

Les teneurs en acides arachidique et gadoléique sont faibles pour les échantillons analysés, parfois même non détectés. Les teneurs sont de 0,40 et 0,41% pour l'acide arachidique et sont 0,20 et 0,19 % pour l'acide gadoléique respectivement pour l'échantillon d'huile de la variété *Aaleh* et sauvage.

On observe également que l'insaturation permet d'une façon nette de distinguer entre les huiles analysées. L'huile de la variété *Abbani*, présente le pourcentage d'insaturation le plus élevé (82,3%) suivie de la variété *Aaleh* et l'huile d'oléastre qui (79,55% et 79,36% respectivement). Le rapport A.G.I./A.G.S est de 4,65%, 4,4% et 3,85 respectivement pour *Abbani*, *Aaleh* et d'olivier sauvage. D'après Paz Romero *et al.* (2003), l'insaturation est liée à l'activité enzymatique de l'acyl-CoA carboxylase et à l'acide gras synthétase impliquée dans la régulation de l'élongation de la chaîne lors de la biosynthèse des acides gras, ces activités varient en fonction de la variété considérée et de la pluviométrie.

L'ensemble des échantillons présente un rapport A.G.M.I/A.G.P.I. assez élevé, il varie de 3,37% (l'huile d'oléastre) à 11,01% (*Abbani*); ce qui implique que, théoriquement, nos échantillons se caractérisent par une bonne stabilité oxydative.

5. Pigments

5.1. Chlorophylles :

Les teneurs en chlorophylles de nos échantillons sont présentées dans la figure 11.

Les valeurs observées pour l'ensemble des échantillons sont faibles. Elles oscillent entre un minimum de 0,32 mg/Kg pour l'échantillon d'huile d'oléastre et un maximum de 1,68 mg/Kg pour l'huile de la variété *Aaleh*. La variété *Abbani* présente une teneur de 1,65 mg/Kg.

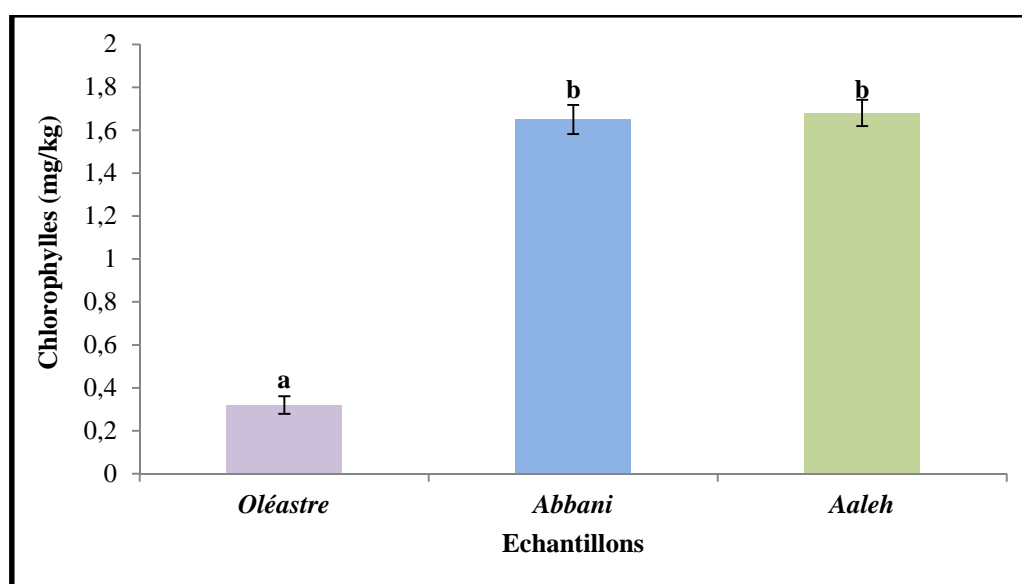


Figure 11 : Teneur en chlorophylles des trois échantillons d'huile d'olive.

* les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ($p < 0,05$),

* les barres verticales représentent les écarts types.

Une différence significative ($p < 0,05$) est enregistrée entre l'huile d'oléastre et les deux variétés *Abbani* et *Aaleh*. Selon Giuffrida *et al.* (2006), la composition quantitative en pigments chlorophylliens diffère d'une huile à une autre, suite à l'effet variétale.

Les teneurs en chlorophylles de nos échantillons sont plus faibles, comparées aux huiles d'oléastres tunisiennes (entre 3,92 et 10 mg/Kg) analysées par Dabbou *et al.* (2011), des huiles de variétés tunisiennes (entre 9,67 à 32,46 mg/Kg) étudiées par Dabbou *et al.* (2011) et des variétés iraniennes (entre 5,69 à 9,51 mg/Kg) analysées par Abouzar *et al.* (2010).

Selon Criado *et al.* (2008), l'ajout d'eau chaude durant le malaxage lors de l'extraction de l'huile, favorise la dégradation des chlorophylles par l'action de la chlorophyllase qui se traduit par la disparition de la coloration verte de l'huile suite à la formation de produits incolores ainsi que l'apparition des anthocyanes; cela pourrait être une cause des faibles teneurs en chlorophylles obtenues pour nos huiles.

5.2. Caroténoïdes :

Les teneurs en caroténoïdes de nos échantillons sont présentés dans la figure 12. Les huiles analysées montrent des teneurs faibles en caroténoïdes. Les valeurs sont comprises entre 1,23 mg/Kg pour la variété *Aaleh* et 1,84 mg/Kg pour la variété *Abbani*. L'huile d'oléastre enregistre une teneur de 1,32 mg/Kg. Aucune différence significative n'est notée entre l'huile d'oléastre et la variété *Aaleh*.

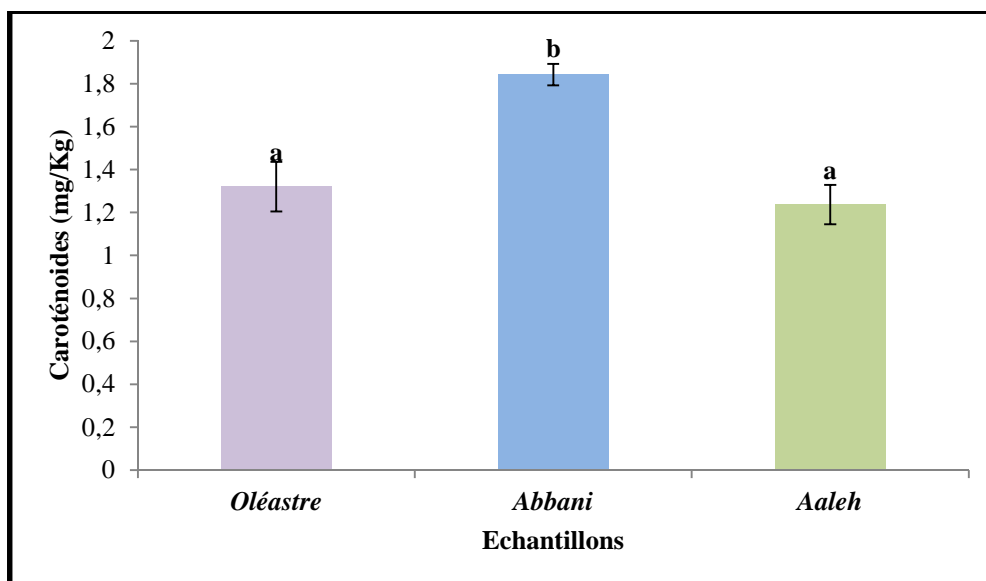


Figure 12 : Teneurs en caroténoïdes des trois échantillons d'huile d'olive.

* les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ($p < 0,05$),

* les barres verticales représentent les écarts types.

D'après Oueslati *et al.* (2009), les teneurs en pigments dépendent de la variété et du stade de maturité des fruits. Cependant, malgré que les fruits de l'oléastre soient à maturation tardive (3,9), ce dernier présente une huile d'une teneur faible en caroténoïdes (1,32 mg/Kg).

Les faibles taux en caroténoïdes enregistrés par nos huiles, peuvent être dus à leur oxydation pendant le processus de maturation, ainsi qu'à leur rôle protecteur contre la photooxydation en désactivant l'oxygène singulet (Perrin, 1992).

Nos huiles présentent des taux faibles en caroténoïdes comparés à ceux des huiles d'oléastres tunisiennes (entre 1,68 à 4,9 mg/Kg) analysées par Baccouri *et al.* (2007a), ceux obtenus par Cerretani *et al.* (2008) pour des variétés italiennes (entre 2,93 à 14,6 mg/Kg), et des variétés iraniennes (entre 3,02 à 4,97 mg/Kg) analysées par Abouzar *et al.* (2010).

6. Dosages colorimétriques des composés phénoliques

6.1. Dosage colorimétrique des polyphénols totaux :

Les résultats du dosage colorimétrique des polyphénols totaux exprimés en milligrammes d'équivalent d'acide gallique/Kg (Figure 13) montrent que les trois huiles analysées contiennent des quantités appréciables en composés phénoliques. Les teneurs en polyphénols totaux diffèrent significativement ($p < 0,05$) d'un échantillon à un autre. Le taux le plus élevé est noté pour la variété *Aaleh* (346,6 mg E.A.G /Kg) alors que le taux le plus faible est enregistré pour l'huile d'oléastre (211,23 mg E.A.G /Kg). La variété *Abbani* présente une teneur de 248,65 mg E.A.G /Kg.

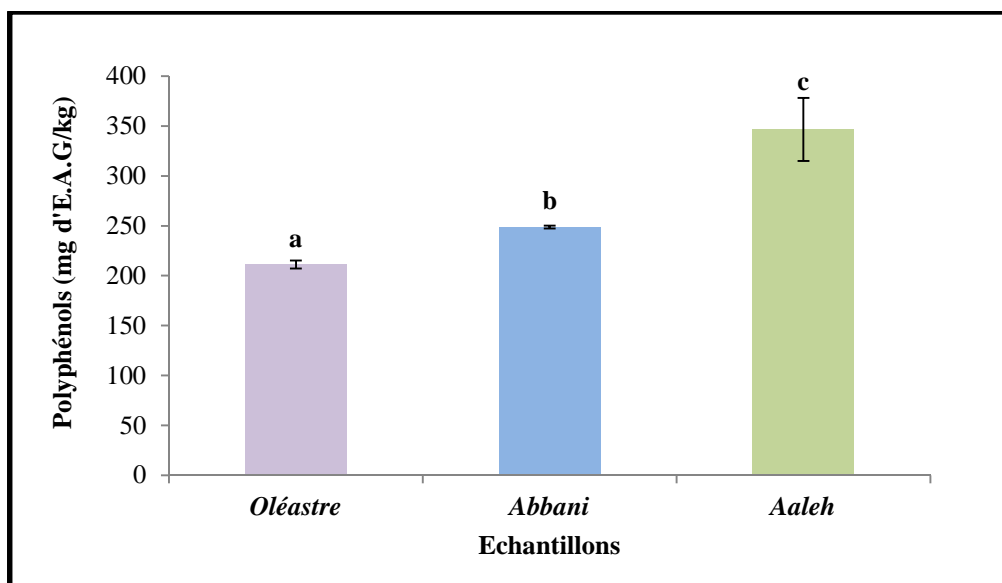


Figure 13 : Teneur en polyphénols des trois échantillons d'huile d'olive.

* les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ($p < 0,05$),

* les barres verticales représentent les écarts types.

D'après Tsimidou (1998), on peut classer les échantillons étudiés par rapport à leurs teneurs en polyphénols dans la catégorie à teneurs moyennes qui oscille entre 200 et 500mg /Kg.

Les teneurs en polyphénols totaux enregistrées pour nos variétés d'huiles (*Abbani*, *Aaleh*) sont proches de celles des 18 variétés italiennes étudiées par Tura *et al.* (2007), pour lesquelles les teneurs oscillent entre 115 et 377 mg /Kg, mais supérieures à celles enregistrées par Dhifi *et al.* (2006) sur des variétés tunisiennes, caractérisées par des teneurs en polyphénols variant entre 18,2 à 162,8 mg /Kg.

La teneur en polyphénols totaux enregistrée pour l'échantillon d'huile d'oléastre (211,23 mg E.A.G /Kg) est supérieure à celle obtenue par Gulfraz *et al.* (2009) sur des huiles d'oléastres pakistanaises (entre 23,6 à 92,4mg /Kg) et des variétés iraniennes (entre 152,29 à 168,72 mg /Kg) analysées par Abouzar *et al.* (2010).

D'après nos résultats, il ressort que le facteur génétique est le facteur primordiale qui influence la composition en polyphénols totaux, tel que déjà observé par plusieurs auteurs (Zarrouk *et al.*, 2008 ; Ocakoglu *et al.*, 2009). La concentration en polyphénols totaux dans l'huile d'olive est conditionnée d'après Tovar *et al.* (2002), par l'activité enzymatique de la L-phénylalanine ammonia lyase (PAL), qui joue un rôle important dans la désamination de la phénylalanine et sa conversion en acide trans-cinnamique impliqué dans la synthèse des composés phénoliques.

6.2. Dosage des *ortho*-diphénols :

Les teneurs en *ortho*-diphénols exprimées en milligrammes d'équivalent d'acide caféique/Kg sont représentées dans la figure 14. Les taux fluctuent entre 16,32 et 36,34 mg E.A.C/Kg. Des différences significatives ($p < 0,05$) sont relevées entre les trois échantillons d'huiles étudiés.

D'après les résultats, on constate que les taux en *ortho*-diphénols suivent ceux des composés phénoliques ($r = 0,89$). La variété *Aaleh* qui a présentée la teneur la plus élevée en polyphénols totaux enregistre la teneur la plus élevée en *ortho*-diphénols (36,34 mg E.A.C /Kg). Selon Blekas *et al.* (2002), une huile ayant une teneur élevée en composés phénoliques totaux, présente un taux élevé en *ortho*-diphénols.

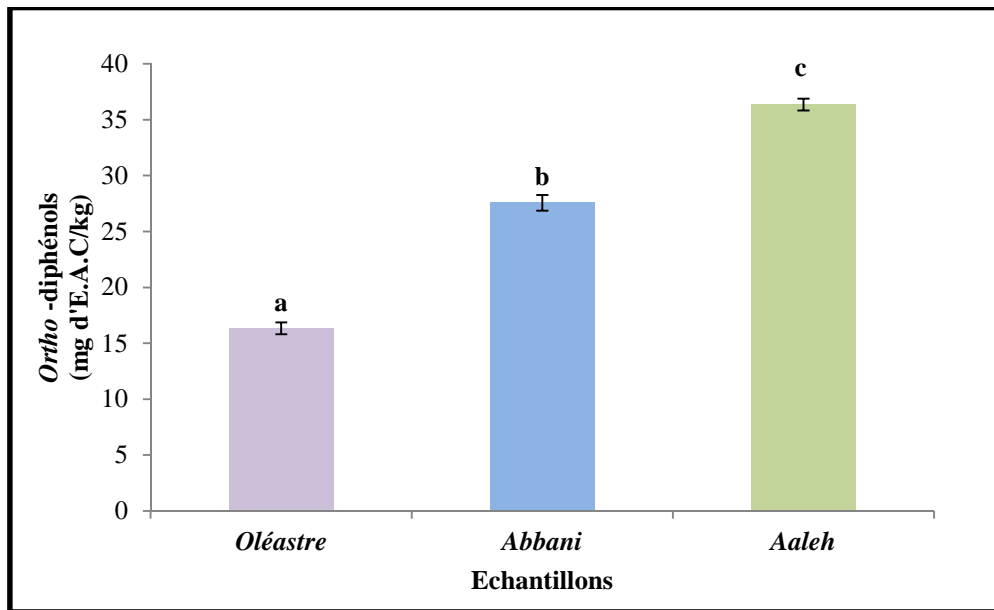


Figure 14 : Teneur en *ortho*-diphénols des trois échantillons d'huile d'olive.

* les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ($p < 0,05$),

* les barres verticales représentent les écarts types.

La teneur la plus faible en *ortho*-diphénols est notée pour l'huile obtenue des fruits d'olivier sauvage (16,32 mg E.A.C /Kg). Cependant, l'huile de la variété *Abbani* enregistre un taux de 27,56mg E.A.C /Kg.

Les teneurs en *ortho*-diphénols enregistrées pour les huiles analysées sont proches de celles montrées par des huiles de variétés turques (entre 5,03 et 76,89 mg/Kg) analysées par Kiralan *et al.* (2009) mais inférieures à celles des huiles de variétés espagnoles (entre 40,88 et 154,92 mg E.A.C/Kg) analysées par Allalout *et al.* (2009).

7. Stabilité oxydative utilisant le Rancimat :

Pour estimer la stabilité ou la susceptibilité de l'huile à l'oxydation, les échantillons ont été soumis à un test d'oxydation accéléré sous des conditions standardisées à l'aide d'un appareil Rancimat Metrohm n°743. Les résultats (Figure15) sont exprimés en temps d'induction (heures), déterminés grâce à une courbe de conductivité (annexe 5).

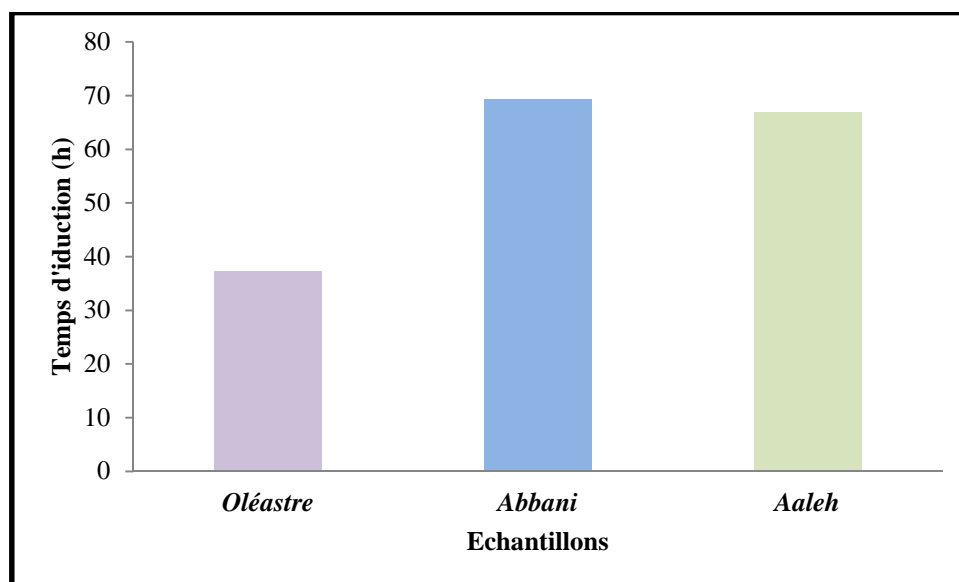


Figure 15: Temps d'induction des trois échantillons d'huile d'olive.

Les valeurs moyennes de stabilité oxydative des trois échantillons étudiés fluctuent entre 37,38h et 69,26h. Les valeurs moyennes observées pour nos huiles s'avèrent largement supérieures à celle de *Chemlali* (23h) analysée par Baccouri *et al.* (2008).

On constate que le temps d'induction maximal (69,26h) est enregistré par l'huile de la variété *Abbani*. Cette dernière présente une teneur appréciable en polyphénols totaux et *ortho*-diphénols (248,65 mg/Kg et 27,56 mg/Kg respectivement). De plus, cette variété est caractérisée par le rapport $C_{18:1}/C_{18:2}$ le plus élevé (10,75). En effet, ce rapport est rapporté comme indicateur de stabilité par Gallina-Toschi *et al.* (2005) et Allalout *et al.* (2009). D'après Aparicio *et al.* (1999), la stabilité oxydative de la variété *Picual* est essentiellement liée à son rapport appréciable en $C_{18:1}/C_{18:2}$ comparé à la variété *Hojiblanca*. Un degré d'insaturation élevé en acides gras offre une grande susceptibilité à la formation de radicaux libres qui accentuent le processus d'oxydation (Martin-Polvillo *et al.*, 2004).

L'échantillon d'huile de la variété *Aaleh* présente un temps d'induction appréciables (66,78h). Cela est directement lié à ses teneurs élevées en polyphénols essentiellement en *ortho*-diphénols (36,34mg/Kg). L'échantillon d'huile d'oléastre présente le temps d'induction le plus faible (37,38h). En effet, cette huile présente une teneur modeste en acide oléique et par conséquent le rapport $C_{18:1}/C_{18:2}$ le plus faible (3,38). Elle montre également le taux le plus faible en *ortho*-diphénols (16,32mg/Kg). D'après Carrasco-Pancorbo *et al.* (2007), les composés phénoliques sont les antioxydants primaires qui inhibent l'oxydation thermique de

l'huile d'olive, ils agissent comme briseurs de chaînes en donnant un hydrogène au radical alkyl-peroxyl formé pendant le déclenchement de l'oxydation lipidique.

La stabilité oxydative présente des corrélations linéaires avec les composants des huiles analysées (annexe 6). Les coefficients de corrélation sont estimés à 0,86 entre la stabilité oxydative et le rapport C₁₈:1/C₁₈:2 et un coefficient de corrélation de 0,75 pour les *ortho*-diphénols. Baccouri *et al.* (2008) ont abouti à des corrélations de 0,88 entre la stabilité oxydative et les teneurs en *ortho*-diphénols.

La mesure du temps d'induction sous des conditions standards est généralement utilisée comme indice d'efficacité antioxydante (Carrasco-Pancorbo *et al.*, 2007). La stabilité oxydative ne dépend pas seulement du pool en antioxydant, elle est notamment affectée par les composés prooxydants pouvant exister dans l'huile (Bester *et al.*, 2008).

Conclusion

Conclusion et perspectives

Le présent travail a été réalisé en vue de caractériser une huile d'oléastre et la comparé à deux variétés cultivées qui sont *Abbani* et *Aaleh*.

L'étude a été axée sur la détermination du poids des fruits, la qualité et les indices d'identification de l'huile, le dosage des substances antioxydantes et des pigments ainsi que l'évaluation de la stabilité oxydative des huiles.

Sur la base des critères pomologiques considérés, les fruits des trois échantillons sont classés comme petits fruits. L'évaluation des indices de qualité des huiles d'olives montre que les huiles produites à partir de trois échantillons d'olives, présentent toutes, sans exception, des valeurs d'acidité, d'indice de peroxyde et des coefficients d'extinction spécifique dans l'UV (K_{232} , K_{270}) inférieures aux limites établies par le COI (2011) pour une huile d'olive extra vierge, ce qui nous permet de les classer dans la catégorie « extra vierge ».

La détermination des indices d'identification des huiles étudiées montrent que les valeurs obtenues d'indice de réfraction, d'indice d'iode, la viscosité, la densité et la couleur sont conformes aux normes établies par le CODEX STAN 33-2011 pour une huile d'olive extra vierge. Exception faite pour l'humidité dont les taux sont supérieurs à la norme.

Concernant la composition en acides gras, toutes les huiles étudiées présentent des teneurs en acides gras répondant aux normes établies par le COI (2011), pour une huile d'olives extra vierge, avec une prédominance de l'acide oléique; la valeur la plus élevée est enregistrée chez la variété *Abbani* (73,67%). L'huile d'oléastre présente une composition qualitative en acides gras comparable à celles de cultivars analysés (*Abbani* et *Aaleh*). Cette composition qui est un critère déterminant de la qualité de l'huile, a permis de révéler en particulier la performance de l'huile d'oléastre qui se distingue par un taux notable en acide oléique (59,54%) mais qui reste supérieures à quelques variétés connues.

Les taux en pigments sont assez faibles pour l'ensemble des huiles analysées, l'oléastre à présenté les teneurs les plus faibles. Cependant, les teneurs en composés phénoliques sont appréciables pour les trois échantillons analysés, la variété *Aaleh* a présenté les teneurs les plus élevées en polyphénols totaux (346,6 mg/Kg) et *ortho*-diphénols (36,34mg/Kg), alors que l'huile d'oléastre a enregistré les taux les plus faibles (211,23 mg/Kg et 16,32 mg/Kg pour les polyphénols totaux et *ortho*-diphénols respectivement) mais qui reste supérieures à quelques variétés connues.

Pour ce qui est de l'étude de la stabilité oxydative, qui est un indicateur important pour estimer la durée de conservation de l'huile, on constate que les périodes d'inductions enregistrées sont variables. Les huiles des variétés *Abbani* et *Aaleh* présentent la meilleure stabilité oxydative (69,26 et 66, 87 h respectivement) par rapport à l'huile d'oléastre (37, 38 h). Celle ci est fortement influencée par la composition en acides gras et en *ortho*-diphénols d'où l'obtention de corrélations linéaires essentiellement avec le rapport $C_{18}:1/C_{18}:2$ ($r=0,85$) et les *ortho*-diphénols ($r= 0,75$).

En conclusion, les fruits d'oléastre produisent une huile de bonne qualité en termes d'antioxydants naturels et de composition en acides gras, proche à celles des huiles des variétés analysées et même supérieures à celles de quelques variétés les plus connues.

Cependant, les critères physico-chimiques ne pourraient constituer les seuls facteurs critiques pour l'évaluation qualitative d'une huile d'olive : la notation organoleptique et tout aussi nécessaire.

Enfin, nous estimons avoir contribué à travers ce modeste travail à la caractérisation d'une espèce abandonnée qui pourra être une source importante d'huile dans le futur.

Il serait nécessaire détailler ce travail par :

- ✓ l'élargissement de l'échantillonnage et dans d'autres régions;
- ✓ caractérisation de la partie insaponifiable : stérols, tocophérols et les composés aromatiques et composés phénoliques individuels.
- ✓ Réalisation des tests *in vitro* et *in vivo* pour une meilleure évaluation de l'activité antioxydante de l'huile;
- ✓ Etude de l'activité antimicrobienne de l'huile, des extraits ainsi que ses principaux composés phénoliques individuels.

*Références
bibliographiques*

Références bibliographiques

A

- Abaza L., Msalem M., Daoud D. and Zarrouk M.** 2002. Caractérisation des huiles de sept variétés d'olivier tunisiennes. *Oléagineux Corps gras Lipides*, 9 (2): 9-174.
- Abouzar Hashempour., Reza Fotouhi Ghazvini ., Davood Bakhshi. and Samaneh Asadi Sanam.** 2010. Fatty acids composition and pigments changing of virgin olive oil (*Olea europea* L.) in five cultivars grown in Iran. P 258-263.
- Ajana H., El Antari A. and Hafidi A.** 1999. Evolution of biometric parameters and chemical composition of olives from the Moroccan *Picholine* variety during fruit ripness. *Grasas Y Aceites*, 50 (1): 1-6.
- Ait Yacine Z., Hilali S. and Serhrouchni M.** 2001. Etude de quelques paramètres déterminants de la date de récolte des olives dans le périmètre du Tadla. *Olivae*, 88: 39-45.
- Allalout A., Krichène D., methennik., Taamalli A., Oueslati I., Daoud D. and Zarrouk M.** 2009. Characterization of virgin olive oil from Super Intensive Spanish and Greek varieties grown in northern Tunisia. *Scientia Horticulturae*, 120: 77-83.
- Angerosa F., Servili M., Selvaggini R., Taticchi A., Esposto S. and Montedoro G. F.** 2004. Volatile compounds in virgin olive oil: occurrence and their relationship with the quality. *Journal of Chromatography A*, 1054(1/2): 17-31.
- Aparicio R., Roda L., Albi M.A. and Gutierrez F.**1999. Effect of Various Compounds on Virgin Olive Oil Stability Measured by Rancimat. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47(10): 4150-4155.
- Azzi A. and Stocker A.** 2000. Vitamin E: non-antioxidant roles. *Progress in Lipid Research*. 39 (3): 231-255.

B

- Baccouri B., Ben Temime S., Campeol E., Cioni P. L., Daoud D. and Zarrouk M.** 2007a. Application of solid-phase microextraction to the analysis of volatile compounds in virgin olive oils from five new cultivars. *Food Chemistry*, 102 (3): 850-856.
- Baccouri B., Zarrouk W., Krichene D., Nouairi I., Ben Youssef N., Daoud D. and Zarrouk M.** 2007b. Influence of fruit ripening and crop yield on chemical properties of virgin olive oils from seven selected oleasters (*Olea europea* L.). *Journal of Agronomy* 6(3): 388-396.
- Baccouri B., Zarrouk W., Krichenene D., Nouairi I., Ben Youssef N., Daoud D. and Zarrouk M.** 2007c. Influence of fruit ripening and crop yield on properties of virgin olive oils from seven selected oleasters (*Olea europaea* L.). *Journal of Agronomy*, 6(3):388-396.

- Baccouri B., Zarrouk W., Baccouri O., Guerfel M., Nouairi I., Krichene D., Daoud D. and Zarrouk M.** 2008. Composition, quality and oxidative stability of virgin olive oils from some selected wild olives (*Olea europaea* L. subsp. *Oleaster*). *Grasas y Aceites*, 59 (4): 346-351.
- Bellahcene,** 2001. Importance de la verticilliose de l'olivier en Algérie; Répartition et caractérisation des isolats du *Verticillium dahliae* (Kleb). Quatrièmes journées scientifiques et techniques phytosanitaires. P1.
- Ben Hassine K., Bouchoucha S., and Kamoun N.** 2007. Impact de la variété et du système d'extraction de l'huile d'olive sur les préférences consommateurs. Institut de l'olivier de Sfax, Institut National Agronomique de Tunisie. P 1-6.
- Beltran G., Paz Aguilera M., Del Rio C., Sanchez S. and Martinez L.** 2005. Influence of fruit ripening process on the natural antioxidant content of Hojiblanca virgin olive oils. *Food Chemistry*, 89: 207–215.
- Bendini A., Cerretani L., Vecchi S., Carrasco-Pancorbo A. and Lercker G.** 2006. Protective effects of extra virgin olive oil phenolics on oxidative stability in the presence or absence of copper ions. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 54 (13): 4880-4887.
- Benhayoun G. and Lazzeri, Y.** (2007) : L'olivier en Méditerranée, du symbole à l'économie, Editions L'Harmattan, Paris. P1-2.
- Ben Tekaya I, and Hassouna M.** 2006. Effets des chlorophylles, du bêta-carotène, de l'alphatocophérol, du tyrosol et de leurs interactions sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive tunisienne. P 60.
- Ben Temime S., Manai H., Methenni K., Baccouri B., Abaza L., Daoud D., Sanchez Casas J., Bueno E.O. and Zarrouk M.** 2008. Sterolic composition of Chetoui virgin olive oil: Influence of geographical origin. *Food Chemistry*, 110: 368-374.
- Besnard G. and Bervillé A.** 2000. Multiple origins for Mediterranean olive (*Olea Europaea* L. subsp *europaea*) based upon mitochondrial DNA polymorphisms. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences, Paris série III* 323: 173-181.
- Besnard G., Baradat P., Breton C., Khadari B. and Bervillé A.** 2001. Olive domestication from structure of wild and cultivated populations using nuclear RAPDs and mitochondrial RFLPs. *Genet Sel Evol* 33 (Suppl 1): S251-S268.
- Bester E., Butinar B., Bucar-Miklavcic M. and Golob T.** 2008. Chemical changes in extra virgin olive oils from Slovenian Istra after thermal treatment. *Food Chemistry*, 108: 446-454.
- 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, 340-346.
- Boskou D.** 2008. *Olive Oil: Minor Constituents and Health*. Ed Dimitrios Boskou. CRC, Taylor and Francis Press. New York, 229p.

Boudribila M-M. 2004. Les anciens amazighs avant les phéniciens, mode de vie et organisation sociale. AWAL n° 29 page 21.

Bouaziz M., Chamkha M. and Sayadi S. 2004. Comparative Study on Phenolic Content and Antioxidant Activity during Maturation of the Olive Cultivar Chemlali from Tunisia. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52: 5476-5481.

Breton C., Guerin J., Ducatillion C., Médail F., Kull CA. and Bervillé A. 2008. Taming the wild and 'wilding' the tame: tree breeding and dispersal in Australia and the Mediterranean. *Plant Science* 175: 197-205.

C

Caponio F., Bilancia M.T., Pasqualone A., Sikorska E. and Gomes T. 2005. Influence of the exposure to light on extra virgin olive oil quality during storage. *European Food Research and Technology*, 221:92-98.

Carrasco-Pancorbo A., Cerretani L., Bendini A., Segura-Carretero A., Del Carlo M., Gallina-Toschi T., Lercker G., Compagnone D. and Fernandez-Gutierrez A. 2005. Evaluation of the antioxidant capacity of individual phenolic compounds in virgin olive oil. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53: 8918-8925.

Carrasco-Pancorbo A., Cerretani L., Bendini A., Segura-Carretero A., Lercker G. and Fernandez-Gutierrez A. 2007. Evaluation of the influence of thermal oxidation on the phenolic composition and the antioxidant activity of extra virgin olive oil. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 55: 4771- 4780.

Ceci L.N. and Carelli A. 2007. Characterization of monovarietal Argentinian olive oils from new productive zones. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 84: 1125-1136.

Cicerale S., Conlan X.A., Sinclair A. J. and Keast R. S. J. 2009. Chemistry and health of olive oil phenolics. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 49: 218-236.

Cerretani L., Bendini A., Rotondi A., Mari M., Lercker G. and Gallina Toschi T. 2004. Evaluation of the oxidative stability and organoleptic properties of extra-virgin olive oils in relation to olive ripening degree. *Progress in Nutrition*, 6 (1): 50-56.

Cerretani L., Motilva M.J., Romero M.P., Bendini A. and Lercker G. 2008. Pigment profile and chromatic parameters of monovarietal virgin olive oils from different Italian cultivars. *European food research & technology*, 226:1251-1258.

Cerretani L. and Bendini A. 2010. Rapid Assays to Evaluate the Antioxidant Capacity of Phenols in Virgin Olive Oil. In: Victor R. Preedy and Ronald Ross Watson, editors, *Olives and Olive Oil in Health and Disease Prevention*. Oxford: Academic Press, Chapter 67: 625-635.

Chabour M. 2003 Les techniques d'extractions d'huile d'olive en Algérie. Evaluation et survivances. *Olivae*, N° 99, p. 53.

Chimi H., Cillard C., Cillard P. and Rahmani M. 1991. Peroxyl and hydroxyl radical scavenging activity of some natural phenolic antioxidants. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 68: 307-312.

Çinar Inci. 2004. Carotenoid pigment loss of freeze-dried plant samples under different storage conditions. *Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie* .Volume 37, Issue 3: 363-367.

Codex Alimentarius Commission. 2011. Codex alimentarius: Standard for olive oils and olive pomace oils. (Rev. 6-2011 ed., Vol. STAN 33-1981).

Conde C., Delrot S. and Geros H. 2008. Physiological, biochemical and molecular changes occurring during olive development and ripening. *Journal of Plant Physiology*, 165: 1545-1562.

Conseil Oléicole International, 1996. Analyse spectrophotométrique dans l'ultraviolet.

Conseil Oléicole International/ T20/ Doc 19 6 juin 1996, Madrid. Espagne.

Conseil Oléicole International. 2008. Production de l'huile d'olive.

Conseil Oléicole International. 2010. L'olivier en méditerranée.

Conseil Oléicole International. 2011. Normes commerciales applicables aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. T.15/NC n°3,/ Rév. 6.

Criado M-N., Romero P.A., Casanovas M. and Motilva M.J. 2008. Pigment profile and color of monovarietal virgin olive oils from Arbequina cultivar obtained during two consecutive crop seasons. *Food Chemistry*, 110: 873–880.

D

Dabbou S., Issaoui M., Servili M., Taticchi A., Sifi S., Montedoro G.F. and Hammami M. 2009. Characterisation of virgin olive oils from European olive cultivars introduced in Tunisia. *European Journal of Lipids and Science Technology*, 111: 392-401.

Dabbou S., Dabbou S., Selvaggini R., Urbani S., Taticchi A., Servili M., and Hammami M. 2011. Comparison of the chemical composition and the organoleptic profile of virgin olive oil from two wild and two cultivated Tunisian *Olea europaea*. *Chemistry and Biodiversity*. Vol 8, p: 189-202.

D'Archivio M., Filesi C., Di Benedetto R., Gargiulo R., Giovannini C. and Masella R. 2007. Polyphenols, dietary sources and bioavailability. *Ann Ist Super Sanità*. Vol. 43, No. 4: 348-361.

Del Carlo M., Sacchetti G., DI Mattia C. and Compagnone D. 2004. Contribution of the phenolic fraction to the antioxidant activity and oxidative stability of olive oil. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52 (13): 4072-4079.

Dhifi W., Ben Khedher M., Elyes Kechouk M. and Marzouk B. 2006. Etude qualitative et quantitative des arômes et des polyphénols de quelques huiles d'olive de Tunisie. *Olivae*, 105: 36-40.

Dilis V. and Trichopoulou A. 2008. Mediterranean Diet and Olive Oil Consumption Estimations of Daily Intake of Antioxidants from Virgin Olive Oil and Olives. *In Olive Oil Minor Constituents and Health*. Boskou D Ed. CRC Press. pp 201-210.

Douzane M., Nouani A., Brahimi A. and Bellal M. M. 2010. Influence de la Variété, de la Campagne Oléicole et de la Région Sur la Composition en Acide Gras de Quelques Huiles D'olives Vierges Algérienne. *European Journal of Scientific Research*, 46 (3): 339-351.

Doveri S. and Baldoni L. 2007. Olive. *In Genome Mapping and Molecular Breeding in Plants, Fruits and Nuts*. C Kole Ed, Vol 4 .pp 253-264.

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.

E

E.C. 2002. Regulation n°796 of 6 May 2006 on changes EC- Regulation. 2568/91. Official J.L.128/815/05/02. 2002. Bruxelles (Belgium).

El Antari A., Hilal A., Boulouha. and El Moudni A. 2000. Etude de l'influence de la variété, de l'environnement et des techniques culturales sur les caractéristiques des fruits et la composition chimiques de l'huile d'olive vierge extra au Maroc. *Olivae*, 80: 29-36.

El Antari A., El Moudni A. and Ajana H. 2003. Evolution comparative de la qualité et de la composition acide de l'huile d'olive chez quelques variétés méditerranéennes cultivées au Maroc. *Olivae*, N°95: p26-31.

F

Fabbri A., Lambardi M. and Ozden-Tokatli Y. 2009. Olive breeding .*In Breeding Plantation Tree Crops: Tropical Species* chap 12, S.M .Jain, Priyadarshan Ed. Pp: 423-465.

Farhoosh R. 2007. The Effect of Operational Parameters of the Rancimat Method on the Determination of the Oxidative Stability Measures and Shelf-Life Prediction of Soybean Oil. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 84: 205-209.

Favati F., Caporale G. and Bertuccioli M. 1994. Rapid determination of phenol content in extra virgin olive oil. *Grasas y Aceites*, 45: 68-70.

G

Gallina-Toschi T., Cerretani L., Bendini A., Bonoli-Carbognin M. and Lercker G. 2005. Oxidative stability and phenolic content of virgin olive oil: an analytical approach by traditional and high resolution techniques. *Journal of Separation Science*, 28 (9-10): 859-70.

Gandul-Rojas B. and Minguéz-Mosquera M.I. 1996. Chlorophyll and carotenoid composition in virgin olive oils from various Spanish olive varieties. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 72: 31-39.

García-Villalba R., Carrasco-Pancorbo A., Oliveras-Ferraro C., Vázquez-Martín A., Menéndez J. A., Segura-Carretero A. and Fernández-Gutiérrez A. 2010. Characterization and quantification of phenolic compounds of extra-virgin olive oils with anticancer properties 96 by a rapid and resolutive LC-ESI-TOF MS method. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 51: 416-429.

Gaussorgues R. 2009. The olive tree and its pollen in the Mediterranean basin. An allergy risk? *Revue Française*. S2 -S6.

Georgé S., Brat P., Alter P. and Amiot J.M. 2005. Rapid determination of polyphenols and vitamin C in plant-derived products. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53: 1370-1373.

Giuffrida D., Salvo F., Salvo A., Pera L.L. and Dugo G. 2006. Pigments composition in monovarietal virgin olive oils from various Sicilian olive varieties. *Food Chemistry*, doi: 10.1016/j.foodchem.2006.12.030.

Gomez-Alonso S., Salvador M.D. and Fregapane G. 2002. Phenolic compounds profile of Cornicabra virgin olive oil. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50: 6812-6817.

Gomez-Rico A., Salvador M.D., Moriana A. and Perez D. 2007. Influence of different irrigation strategies in a traditional Cornicabra cv. olive orchard on virgin olive oil composition and quality. *Food Chemistry*. 100: 568-578.

Gomez-Rico A., Fregapane G. and Salvador M.D. 2008. Effect of cultivar and ripening on minor components in Spanish olive fruits and their corresponding virgin olive oils. *Food Research International*, 41: 433-440.

Gulfraz M., Kasuar R., Arshad G., Mehmood S., Minhas N., Asad M.J., Ahmad A. and Siddique F. 2009. Isolation and characterisation of edible oil from wild olive. *African Journal of Biotechnology*, 8 (16): 3734-3738.

Grigoriadou D., Androulaki A., Psomiadou E. and Tsimidou M.Z. 2007. Solid phase extraction in the analysis of squalene and tocophérols in olive oil. *Food Chemistry*, 105: 675-680.

H

Haddada F.M., Krichène D., Manai H., Oueslati I., Daoud D. and Zarrouk M. 2008. Analytical evaluation of six monovarietal virgin olive oils from Northern Tunisia. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 110: 905-913.

Hannachi H., Msallem M., Ben Elhadj S. and El Gazzah M. 2007. Influence du site géographique sur les potentialités agronomiques et technologiques de l'olivier (*Olea europaea* L.) en Tunisie. *Comptes Rendus Biologies*, 330: 135-142.

Hannachi H., Breton C., Msallem M., Ben El Hadj., El Gazzah. and Bervillé A. 2008b. Are olive cultivars distinguishable from oleaster trees based on morphology of drupes and pits, oil composition and microsatellite polymorphisms? *Acta Botanica Gallica*, 155 (4): 531-545.

Hannachi H., Sommerlatte H., Breton C., Msallem M., El Gazzah M., Ben El Hadj S. and Bervillé A. 2009 .Oleaster (var. *sylvestris*) and subsp. *cuspidata* are suitable genetic resources for improvement of the olive (*Olea europaea* subsp. *europaea* var. *europaea*). *Genetic Resources and Crop Evolution*, 56: 393-403.

Hannachi H ., Nasri N ., Elfalleh W., Tlili N ., Ferchichi A. and Msallem M. 2012. Fatty Acids, Sterols, Polyphenols and Chlorophylls of Olive Oils Obtained from Tunisian Wild Olive Trees (*Olea Europaea L. Var. Sylvestris*). *International Journal of Food Properties*. 37-41.

Huang C.L. and Sumpio B.E. 2008. Olive Oil, the Mediterranean Diet, and Cardiovascular Health. *American College of Surgeons*, 207(3): 407-416.

I

International Standard Organization, 1996. Méthode ISO/660. Corps gras d'origines animale et végétale d'acide et de l'acidité. Détermination de l'indice d'acide et d'acidité. Ed.2.

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

International Standard Organization, 1998. Méthode ISO/662. Corps gras d'origines animale et végétale -détermination de l'humidité. Ed.2.

International Standard Organization, 1998. Méthode ISO/15305. Corps gras d'origines animale et végétale- détermination de la couleur. Ed.1

International Standard Organization, 2000. Méthode ISO 6320. Corps gras d'origine animale et végétale- détermination de l'indice de réfraction. Ed.4.

International Standard Organization, 2006. Méthode ISO/6886. Corps gras d'origines animale et végétale- détermination de la stabilité à l'oxydation (essai d'oxydation accéléré).

International Standard Organization, 2007. Méthode ISO/3960. Corps gras d'origines animale et végétale détermination de l'indice de peroxyde. Ed.4.

Issaoui M., Dabbou S., Ehbili A., Rjiba I., Gazzah N., Trigui A. and Hammami M. 2007. Biochemical characterisation of some Tunisian virgin olive oils obtained from different cultivars growing in Sfax National Collection. *Journal of Food, Agriculture and Environment*, 5 (1): 17-21.

J

Judde A. 2004. Prévention de l'oxydation des acides gras dans un produit cosmétique : mécanismes, conséquences, moyens de mesure, quels antioxydants pour quelles applications? » *Oléagineux Corps gras Lipides*. 11(6): 414-418.

K

Kalua C.M., Allen M.S., Bedgood D.R., Bishop A.G., Prenzler P.D. and Robards K. 2007. Olive oil volatile compounds, flavour development and quality: A critical review. *Food Chemistry*, 100 (1): 273-286.

Kamal-Eldin A. and Andersson R. 1997. A multivariate study on the correlation between tocopherol content and fatty acid composition in vegetable oils. *Journal of the American Oil Chemists Society*, 74:375–380.

Karleskind A. 1992. << Manual des corps gras >>. Ed Lavoisier. Paris, 999-1517.

Kiralan M., Bayrak A. and Taha Özkaya M. 2009. Oxidation Stability of Virgin Olive Oils from Some Important Cultivars in East Mediterranean Area in Turkey. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 86: 247-252.

Krichene D., Allalout A., Mancebo-Campos V., Salvador M.D., Zarrouk M. and Fregapane G. 2010. Stability of virgin olive oil and behaviour of its natural antioxidants under medium temperature accelerated storage conditions. *Food Chemistry*, 121: 171-177.

L

Laribi R., Lincer F., Tamendjari A., Keciri S., Arrar L Venturini S. and Rovellini P. 2011. Caractérisation de dix variétés d'huile d'olive Algérienne: Etude du profil en composés phénoliques par HPLC. p 162.

Lumaret R., Ouazzani N., Michuad H., Vivier G., Deguilloux M-F. and Di Giusto F. 2004. Allozyme variation of oleaster populations (wild olive tree) (*Olea europaea* L.) in the Mediterranean basin. *Heredity*, 92: 343-351.

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

Manzi P., Panfili G., Esti M. and Pizzoferrato L. 1998. Natural antioxidants in the unsaponifiable fraction of virgin olive oils from different cultivars. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 77: 115–120.

Martin-Polvillo M., Marquez-Ruiz G. and Dobarganes M.C. 2004. Oxidative stability of sunflower oils differing in unsaturation degree during long-term storage at room temperature. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 81: 577-83.

Mateos R., Espartero J.L., Trujillo M., Rios J.J., Leon-Camacho M., Alcudia F., and Cert A. 2001. Determination of phenols, flavones and lignans in virgin olive oils by solid-

phase extraction and high performance liquid chromatography with diode array ultraviolet detection. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 49: 2185-2192.

Mateos R., Uceda M., Aguilera M.P., Escuderos M.E. and Beltran M.G. 2006. Relationship of Rancimat method values at varying temperatures for virgin olive oils. *European Food Research and Technology*, 223: 246-252.

Mateos R. and García-Mesa J.A. 2006. Rapid and quantitative extraction method for the determination of chlorophylls and carotenoids in olive oil by high-performance liquid chromatography. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 385: 1247-1254.

Matos L.C., Pereira J.A., Andrade P.B., Seabra R. M. and Oliveira M.B.P. 2007a. Evaluation of a numerical method to predict the polyphenols content in monovarietal olive oils. *Food Chemistry*, 102: 976-983.

Minguez-Mosquera M.I., Rejano L., Gandul B., Higinio A. and Carido J. 1991. Color pigment correlation in virgin olive oil. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 68: 332-336.

Morales M.T., Luna G. and Aparicio R. 2005. Comparative study of virgin olive oil sensory defects. *Food Chemistry*, 91(2): 293-301.

Morello JR, Motilva MJ, Tovar MJ. and Romero MP. 2004. *Changes in commercial virgin olive oil (cv Arbequina) during storage, with special emphasis on the phenolic fraction.* *Food Chemistry*. 85: 357-64.

Mousa Y. M., Gerasopoulos D., Metzidakis I. and Kristakis A. 1996. Effect of altitude on fruit and oil quality characteristics of mastoids olives. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 71: 345-349.

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.

Ogutcu M., Mendes M. and Yilmaz E. 2008. Sensorial and Physico-Chemical Characterization of Virgin Olive Oils Produced in Çanakkale. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 85:441-456.

Ollivier D., Richard M., Guérère M., Pinatel C., Petit C. and Artaud J. 2003. Les caractéristiques physico-chimique des huiles de l'AOC " Huile d'olive de Nyons ". *Le Nouvel olivier*, 34: 12-17.

Ollivier D., Boubault E., Pinatel C., Souillol S., Guérère M. and Artaud J. 2004. Analyse de la fraction phénolique des huiles d'olive vierges. *Annales des falsifications, de l'expertise chimique et toxicologique*, 2ème Semestre, 965:169-196.

Oueslati I., Anniva C., Daoud D., Tsimidou M.Z. and 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.

Owen R.W., Mier W., Giacosa A., Hull W. E., Spiegelhalder B. and Bartsch H. 2000c. Olive-oil consumption and health: the possible role of antioxidants. *The Lancet Oncology*, 1: 107-112.

P

Paz Romero M., Tovar M.J., Ramo T. and Motilva J. 2003. Effect of crop season on the composition of virgin olive oil with protected designation of origin "Les Garrigues". *Journal of American Oil Chemist's Society*, 8 (5): 423-430.

Perrin J.L., 1992. Les composés mineurs et les antioxygènes naturels de l'huile d'olive. *Rev. Fran. Corps Gras*, 1/2, PP: 25-31.

Phillips K.M., Ruggio D. M., Toivo J. I., Swank M. A. and Simpkins A.H. 2002. Free and Esterified Sterol Composition of Edible Oils and Fats. *Journal of Food Composition and Analysis*, 15: 123-142.

R

Rahmani M. 1996. Critère d'évaluation de l'époque optimal de la récolte des olives. Cours international sur l'amélioration de la qualité de l'huile d'olive.1-8.

Rahmani M. and Csallany S.A. 2000. Etude de la stabilité des huiles d'olive vierge marocaines. *Olivae*, 82: 37-40.

Rahmani M. 2007. Méthodes d'évaluation de la stabilité oxydative des lipides.

Rialland, J.P. « Proposition d'amélioration du test accéléré d'oxydation. Application aux suifs de boeuf» *Rev.Fse Corps Gras* 1 : 37-42, 1972.

Runcio A., Sorgona L., Mincione A., Santacaterina S. and Poiana M. 2008. Volatile compounds of virgin olive oil obtained from Italian cultivars grown in Calabria. Effect of processing methods, cultivar, stone removal, and antracnose attack. *Food Chemistry*, 106: 735-740.

Ryan D. and Robards K. 1998. Phenolic compounds in olive. *Analyst*, 123, 31-44.

S

Salvador M. D., Aranda F. and Fregapane G. 1999. Contribution of chemical components of cornicabra virgin olive oils to oxidative stability. A study of three successive crop seasons. *Journal of the American Oil Chemists Society*, 76 (4): 427-432.

Servili M., Selvaggini R., Esposto S., Taticchi A., Montedoro G.F. and Morozzi G. 2004. Health and sensory properties of virgin olive oil hydrophilic phenols Agronomic and technological aspects of production that affect their occurrence in the oil. *Journal of Chromatography A*, 1054: 113-127.

Shahidi F. and Wanasundara P.D. 1992. Phenolic antioxidants. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 32: 67-103.

T

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*_L

cv *Arbequina*) fruit grown under different irrigation regimes. Journal of Science of Food and Agriculture, 82: 892-898.

Tsimidou M. 1998. Polyphenols and quality of virgin olive oil in retrospect. Journal of Food Science, 10 (2): 99-112.

Tura D., Gigliotti C., Pedo S., Failla O., Bassi D. and Serraiocco A. 2007. Influence of cultivar and site of cultivation on levels of lipophilic and hydrophilic antioxidants in virgin olive oils (*Olea europae L.*) and correlations with oxidative stability. Scientia Horticulturae, 112: 108-119.

Tyrsine Y. 1980. Recueil des travaux pratiques sur la chimie des graisses.

U

Unal M.K. 1994. Polyphénols, *O*-diphénols et acides phénoliques totaux dans les grignons d'olive et les margines. Olivae, 34: 34-35.

V

Velasco J. and Dobarganes C. 2002. Oxidative stability of virgin olive oil. European Journal of Lipids and Science Technology, 104: 661–676.

W

Wolff JP. 1968. In: Manuel d'analyse de corps gras, Azoulay éditeur, Paris

Z

Zarrouk M., Marzouk B., Ben Miled Daoud D. and Chérif A. 1996. Accumulation de la matière grasse de l'olive et l'effet du sel sur sa composition. Olivae, 61: 41-45.

Zarrouk W., Haddada F.M., Baccouri B., Oueslati I., Taamalli W., Fernandez Z., Lizzani-Cuvelier L., Daoud D. and Zarrouk M. 2008. Characterization of virgin olive oil from Southern Tunisia. European Journal of Lipids Science and Technology, 110: 81-88.

Annexes

Tableau VI : Norme Commerciale Applicable Aux Différentes Huiles D'Olives
(Les Normes de COI 2011).

Huile Paramètre	Huile d'olive vierge extra	Huile d'olive vierge	Huile d'olive vierge courante	Huile d'olive vierge lampante
Caractéristiques organoleptiques -Fruité -Défaut	Me >0 Me = 0	Me >0 0 < Me < 2.5	Me = 0 2.5 < Me <6.0	Me > 6.0
Acidité libre (% d'acide oléique)	≤ 0,8	≤ 2	≤ 3,3	> 3,3
Indice de peroxyde (meq O₂/Kg)	≤ 20	≤ 20	≤ 20	Non limité
Extinction spécifique (UV) -K232 -K270	≤ 2.5 ≤ 0.22	≤ 2.6 ≤ 0.25	≤ 0.3	/ /
Teneur en eau et en matières volatiles % m/m	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,3

Tableau VII : Norme Commerciale Applicable Aux Différentes Huiles D'Olives (Normes de CODEX Stan 33-2011).

Huile Paramètre	Huile d'olive vierge extra	Huile d'olive vierge	Huile d'olive vierge courante	Huile d'olive vierge lampante
Indice de réfraction	1,4677-1,4707	1,4677-1,4707		
Indice d'iode	75-94	75-94		
Densité	0,910-0,916			

Tableau VIII : Teneur en acides gras de l'huile d'olive vierge (COI, 2011).

Acides gras	Teneur en acides gras (%)
Acides gras	
C14:0	0,0 - 0,05
C16:0	7,5 - 20,0
C16:1	0,3 - 3,5
C17:0	0,0 - 0,3
C17:1	0,0 - 0,3
C18:0	0,5 - 5,0
C18:1	55,0 - 83,0
C18:2	3,5 - 21,0
C18:3	0,0- 1,0
C20:0	0,0 - 0,6
C20:1	0,0 - 0,4
C22:0	0,0 - 0,2
C24:0	0,0 - 0,2
Acides gras	
<i>Trans</i> C18:1 <i>trans</i>	0,0 - 0,05
C18:2 <i>trans</i> + C18:3 <i>trans</i>	0,0 - 0,05

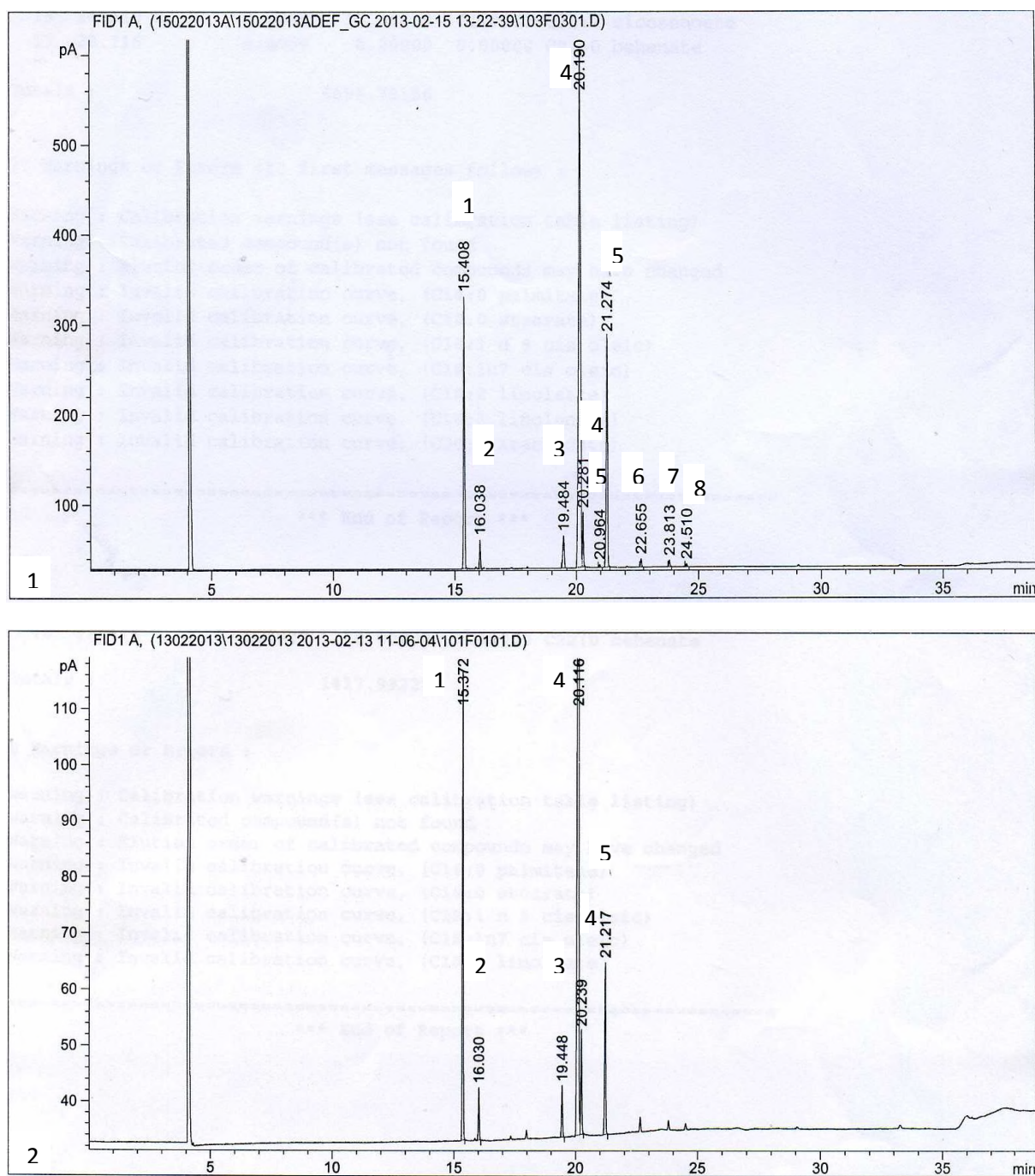


Figure 17 : Chromatogrammes des esters méthyliques des acides gras de l'huile 1) d'oléastre
2) de la variété *Abbani*.

¹C16:0 : acide palmitique, ²C16:1 : acide palmitoléique, ³C18:0: acide stéarique, ⁴C18:1 :
acide oléique, ⁵C18:2 : acide linoléique, ⁶C18:3 : acide linoléinique, ⁷C20:0 : acide
arachidique, ⁸C20:1 acide gadoléique

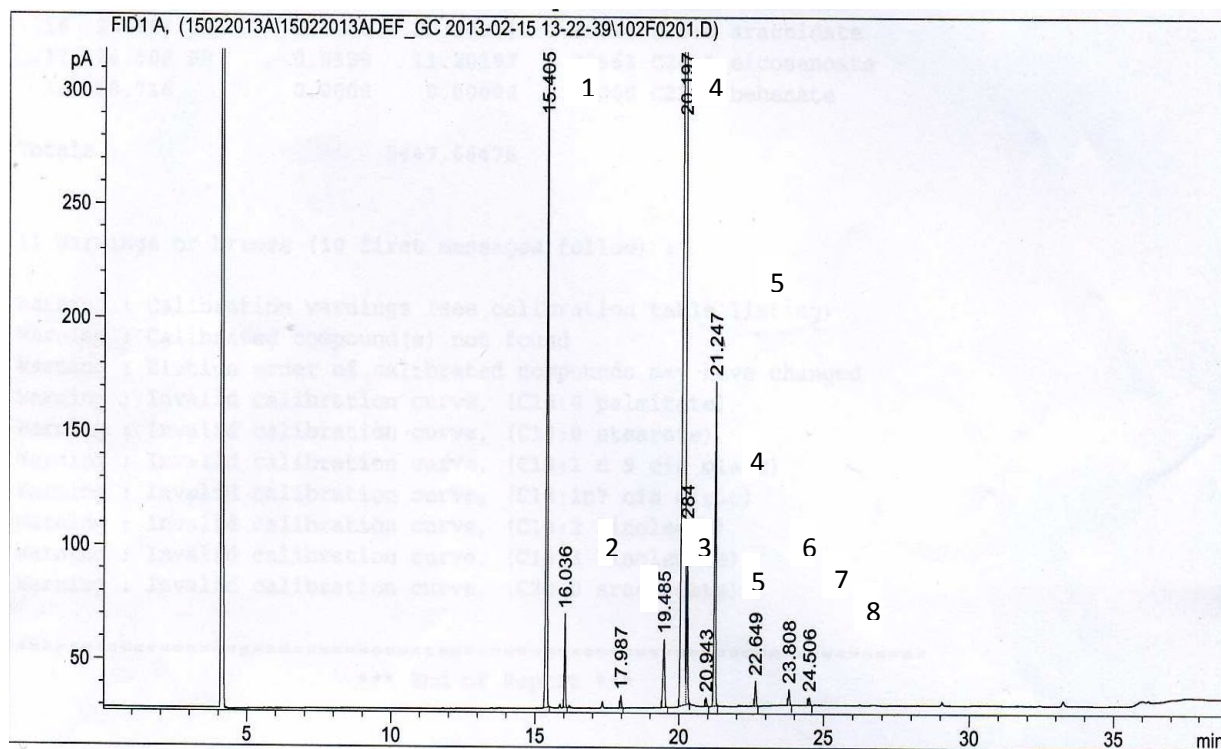


Figure 18 : Chromatogramme des esters méthyliques des acides gras de l'huile de variété *Aaleh*.

¹C16:0 : acide palmitique, ²C16:1 : acide palmitoléique, ³C18:0: acide stéarique, ⁴C18:1 : acide oléique, ⁵C18:2 : acide linoléique, ⁶C18:3 : acide linoléique, ⁷C20:0 : acide arachidique, ⁸C20:1 acide gadoléique

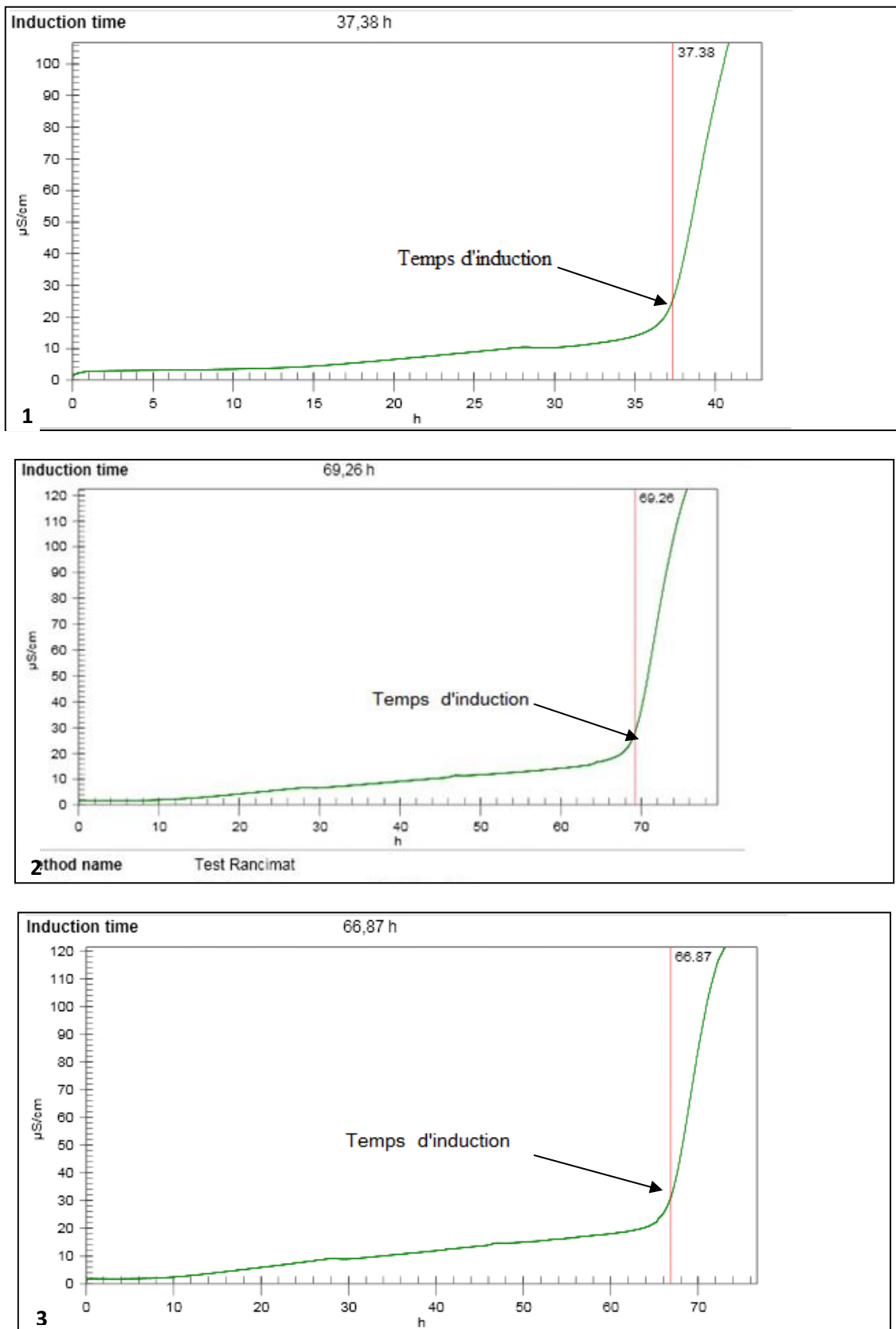


Figure 19 : Courbes de conductivité du Rancimat (98°C, 10 l/h) de l'huile 1) d'oléastre 2) variété *Abbani* 3) variété *Aaleh*.

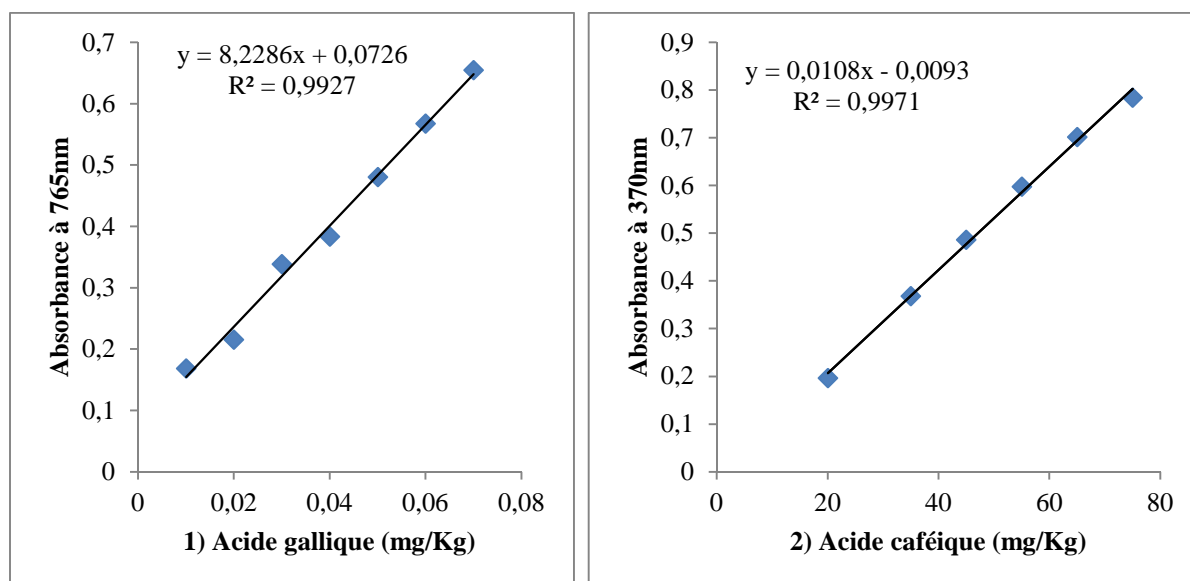


Figure 16 : Courbes d'étalonnage pour le dosage 1) des composés phénoliques 2) des *Ortho*-diphénols.

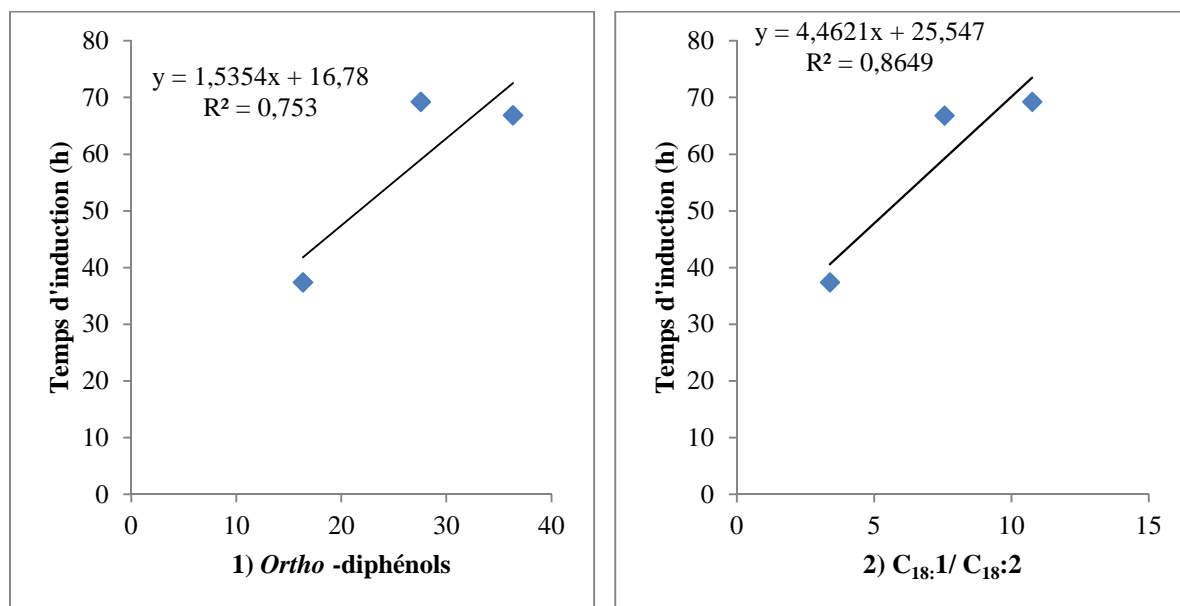


Figure 20 : Corrélations entre la stabilité oxydative des huiles étudiées et 1) les *ortho*-diphénols, 2) le rapport C_{18:1}/C_{18:2}

Résumé :

L'objectif de cette étude est de caractériser d'un point de vue physico-chimique, composition et stabilité oxydative de l'huile extraite des fruits d'un oléastre (*Olea europaea var. sylvestris*) et de comparer celle-ci à deux variétés cultivées, il s'agit des variétés *Aaleh* et *Abbani* de la région de Bejaia. Les résultats des indices de qualité obtenus ont permis de classer les huiles testées dans la catégorie « vierge extra ». Les indices d'identification sont conformes aux normes établies par le CODEX STAN 33-2011 pour une huile d'olive extra vierge. La composition en acides gras est conforme aux normes établie par le COI pour une huile d'olive extra vierge. Les valeurs oscillent entre 59,54 et 73,67%. L'huile d'oléastre présente un taux de 59,54%. Les taux en pigments sont faibles pour l'ensemble des huiles. Les teneurs en polyphénols totaux et *ortho*-diphénols sont appréciables pour toutes les huiles analysées, l'huile d'oléastre semble être intéressante avec 211,23 mg / kg en polyphénols totaux et 16,32 mg / kg en *ortho*-diphénols, mais reste inférieur à celle de *Aaleh* (346,6 mg / kg et 36,34 mg / kg en polyphénols totaux et *ortho*-diphénols respectivement). La stabilité oxydative des huiles est liée à leur teneur appréciable en composés phénoliques, notamment en *ortho*-diphénols ($r=0,75$) ainsi qu'au rapport $C_{18:1}/C_{18:2}$ ($r=0,86$). Les résultats de cette étude montrent que l'huile d'oléastre présente les mêmes caractéristiques que celle des deux variétés cultivées.

Mots clés : Huile d'olive, variété, oléastre, qualité, pigment, polyphenols, *ortho*-diphénols, $C_{18:1}/C_{18:2}$, stabilité oxydative.

Summary:

The present study focused on the comparison of oil quality, chemical composition and oxydative stability of oils obtained from wild olives (Oleaster) with those of *Aaleh* and *Abbani* cultivars, all growing in the coastal region of Bejaia. The quality indices (free fatty acids, peroxide value, and spectrophotometric indices K_{232} and K_{270}), the identification index, as well as the fatty acid composition of all olive oils studied met the commercial standards. Oleic acid ranged between 59.54% for oleaster and 73.67% for *Abbani*. The pigment content is low for all oils. Total polyphenols and *ortho*-diphenols levels are significant for all analyzed oils; oil from oleaster seems to be interesting with 211.23 mg/kg for polyphenols and 16.32mg/kg for *ortho*-diphenols, but still below than that of *Aaleh* (346.6 mg/kg, 36.34 mg/kg for total polyphenols and *ortho*-diphenols). The oxidative stability of the studied oils is related to their substantial content of phenolic compounds especially *ortho*-diphenols ($r=0.75$) and $C_{18:1}/C_{18:2}$ ratio ($r=0.86$). In conclusion, the oleaster studied revealed to be interesting, since it produced oil with good quality characteristics compared to the *Aaleh* and *Abbani* cultivars.

Keywords: Olive oil, wild olive, cultivar, quality, pigment, phenolic compounds, *ortho*-diphenols, $C_{18:1}/C_{18:2}$, oxidative stability.