

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

**Université Abderrahmane MIRA de Béjaia
Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département des Sciences Alimentaires**

Mémoire de Fin de Cycle

En vue de l'Obtention du Diplôme de Master en corps gras

Thème

**Evaluation physico-chimique et
détermination de l'activité antioxydante
de quelques variétés d'huiles d'olive et de leurs
mélanges**

Réalisé par :

OULD AMARA Souad

TIZIT Samia

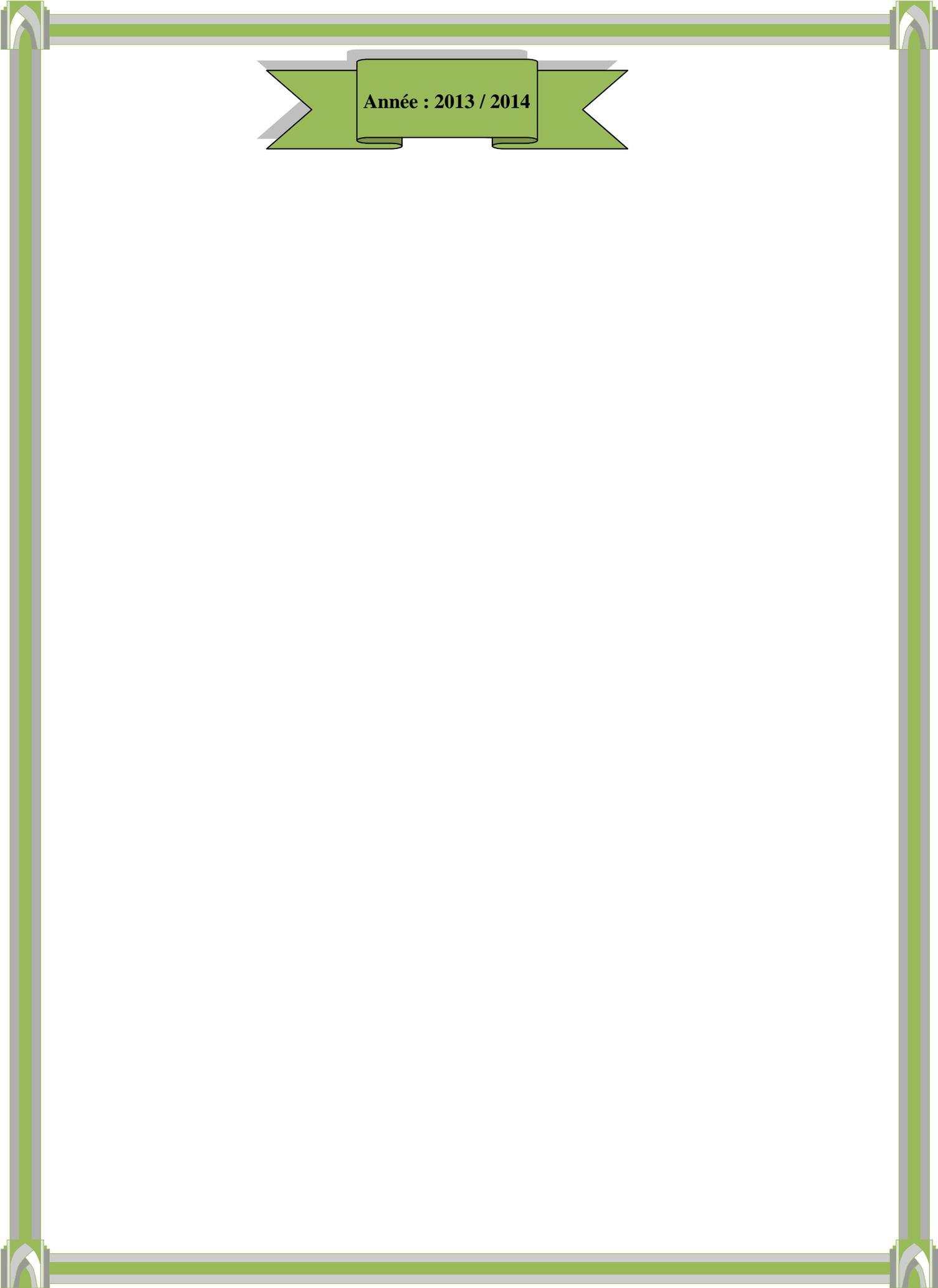
Membre de jury :

Président : M^{me} TAFININE.Z

Promoteur : M^{me} MAMOU.F

Examinatrice 1 : M^{me} BRAHMI

Examinatrice 2 : M^{me} LEHOUCHE. R



Année : 2013 / 2014

Remerciements

Nous tenant à remercier tout d'abord le bon dieu qui nous a donné la volonté et le courage afin de réaliser ce modeste travail.

Nous voudrions remercier :

Notre promotrice M^{me} MAMOU pour le temps qu'elle nous a accordé et pour nous avoir suivi dans nos démarches, pour nous avoir transmis les renseignements nécessaire à la réalisation de ce projet.

M^{me} TAFININE d'avoir accepté de présider notre jury.

M^{me} LAHOUCHE d'avoir accepté d'examiner notre travail.

M^{me} HAMRI d'avoir accepté d'examiné notre travail

M^r CHENNIT, pour nous avoir aidé dans l'établissement de ce travail et de nous avoir guidé dans l'utilisation des analyses statistiques.

Nous remercions également le directeur de l'ITAF

M^r SEBAI et tout le personnel de nous avoir accueilli au sein de l'institut, en particulier M^{elle} Sonia.



Merci à tous



Dédicace

Je dédie ce modeste travail,

A celui qui a toujours été présent, qui m'a appris le sacrifice et les valeurs nobles de la vie, à celui qui m'a soutenu en toute circonstance, mon agréable père que j'aime.

A la femme la plus courageuse, généreuse, la plus belle à mes yeux, à celle qui a su me donner amour et joie de vivre, à celle qui a toujours montré son affection, à ma mère que j'aime.

A mes très chers sœurs et frères qui ont été toujours à mes côtés : Bahia (et son mari Nordine), Salima (et son mari Aidouche), Zahia (et son mari Mourad), Idir (et sa femme Kahina), Ghiles (Massi) que dieu les protège.

A mes neveux et nièce : Karim, Yacine, Mira, Islem

A la mémoire de mon oncle Dr. Mouloud ould amara qui est mon exemple, que dieu le reçoit dans son vaste paradis.

A tous mes amis(es) avec lesquels j'ai passé d'agréables et inoubliables moments: Zahoua, Yamina, Dalila, Safia, Samira, Farida, et Amine sans oublier mes copines de chambre fatma et lydia.

A mon binôme Samia et sa famille.





Dédicace



A l'aide de dieu tout puissant, qui m'a tracé le chemin de ma vie, j'ai pu réaliser ce travail que je dédie.



Je dédie ce humble travail à :

Ma grand mère **Yaya** que dieu t'accorde une longue vie et bonheur.

Mes très chers parents (**Malik et Nacera**), pour leur amour et leur sacrifice, que Dieu vous procure une longue vie et bonne santé.

Mes très chers frères : **Ahcén** et sa femme **Lydia** et **Nourddine**.

Mes très chers sœurs : **Katia** et son mari **Younes**, **Zoubida** et son mari **Farouk** et **Sonia**.

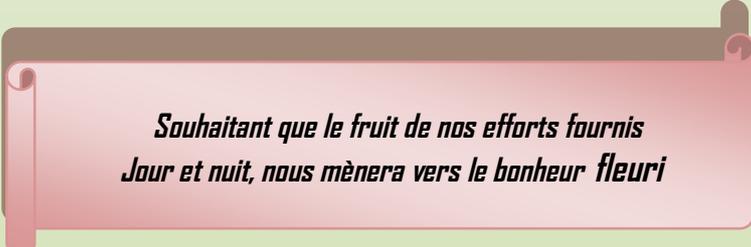
Ma cher et bien aimée nièce: **Alicia**.

Mes oncles et tantes surtout **Khalti Nora** et **Tata Houria**.

Mes cousins et cousines surtout **Taous**.

Tous mes amis (es) et mon binôme **Souad** et toute sa famille.

Un ami spécial et unique  qui est présent en tout au long de cette période universitaire dans tout les moments.



*Souhaitant que le fruit de nos efforts fournis
Jour et nuit, nous mènera vers le bonheur fleuri*



Samia

Liste des abréviations

ABTS : 2,2'Azobis (3 ethylbenzothianzoline-6-sulfonique).

ANOVA : Analyse de la variance.

COI : conseil oléicole internationale.

DPPH : 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl.

DMPD : N,N-dimethyl-p-phenylenediamine

DSASI: Direction des Statistiques et des Systèmes d'Informations.

FRAP: Ferric reducing power.

H₂O₂ : Peroxyde d'hydrogène.

HDL: Hight Density Lipoproteins.

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

LDL: Low Density Lipoproteins.

LOL : Dilinoléine.

LPL: Dilinolpalmitine.

LPO : oléopalmitinoléine.

MADR : Ministère de l'Agriculture et du Développement Rural.

Meq: Milliéquivalent.

NO[°] : Monoxyde d'azote.

POO: Dioléopalmitine.

POP: Dipalmitooléine.

POL: Palmitooléolinoléine

OOI : Dioléolinoléine.

OOO : Trioléine.

O₂[°] : Radical superoxyde.

OH[°] : Radical hydroxyle.

ONOO⁻ : Ion peroxydionitrite.

ROO° : Radical libre peroxyde.

SDSA : Sous-Direction des Statistiques Agricoles.

SOD: Superoxide dismutase

SOO : Dioléostéarine.

TPTZ-Fe (II) : Tripyridyltiriazine ferreux.

TPTZ-Fe (III) : Tripyridyltrizine ferrique

Liste des figures

Figure 1 : La structure chimique de l'alpha-tocophérol.....	8
Figure 2 : La structure chimique des principaux caroténoïdes present dans l'huile d'olive...8	8
Figure 3 : Les structures des chlorophylles a et b.....	9
Figure 4 : Les structure du cholestérol et du phytostérols	9
Figure 5 : Rendement en huile par l'oléodoseur des différentes variétés d'olives étudiées..24	24
Figure6 : Taux d'humidité de la pâte des différentes variétés d'olives étudiés.....	25
Figure 7 : Rendement en huile par Soxhlet des différentes variétés d'olives étudiées	26
Figure 8 : Acidité des variétés d'huiles d'olive et leurs mélanges.....	27
Figure 9 : Indice de peroxyde des variétés d'huiles d'olive et leurs mélanges.....	28
Figure 10 : Coefficient d'absorption spécifique à 232 nm des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées.....	29
Figure 11 : Coefficient d'absorption spécifique à 270 nm des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées.....	30
Figure 12 : Teneurs en chlorophylles des différents échantillons d'huile d'olive étudiées....	31
Figure 13 : Teneurs en caroténoïdes des différents échantillons d'huile d'olive étudiées..	32
Figure 14 : Teneurs en polyphénols des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées.....	33
Figure 15 : Teneurs en <i>ortho</i> -diphénols des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées.....	34
Figure 16 : Indice d'amertume des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées.....	35
Figure 17 : Activité scavenger du radical DPPH des extraits méthanoliques des échantillons d'huiles d'olive étudiées.....	36
Figure 18 : Pouvoir réducteur des extraits méthanoliques des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées.....	37

Liste des tableaux

Tableau I : La composition chimique de l'olive.....	1
Tableau II : Teneur en acides gras de l'huile d'olive.....	5
Tableau III : Date de récolte et de trituration des olives des trois variétés locales.....	17

Sommaire

Liste des abréviations.....	i
Liste des figures.....	ii
Liste des tableaux.....	iii
Introduction.....	1

Partie Bibliographique

CHAPITRE I : L'OLIVE ET L'HUILE D'OLIVE

I. Olive

I.1. Définition et description.....	2
I.2. Composition chimique.....	2
I.3. Technologie d'élaboration d'huile d'olive.....	3
I.3.1. Récolte, effeuillage et nettoyage.....	3
I.3.2. Broyage et malaxage.....	3
I.3.3. Extraction de l'huile d'olive.....	3

II. L'huile d'olive.....

II.1. Définition et classification.....	4
II.2. Composition chimique.....	6
II.2.1. La fraction saponifiable.....	6
II.2.2. La fraction insaponifiable.....	7

CHAPITRE II : ACTIVITE ANTIOXYDANTE DE L'HUILE D'OLIVE.

I. Oxydation des lipides et radicaux libres.....	10
I.1. Oxydation.....	10
I.2. Les radicaux libres.....	10
II. Les antioxydants de l'huile d'olive et leur mécanismes d'action.....	11
II.1. Définition des antioxydants.....	11
II.2. Différents antioxydants présents dans l'huile d'olive.....	11
II.3. Mécanisme d'action des antioxydants de l'huile d'olive.....	12
II.4. Méthode d'évaluation de l'activité antioxydante.....	12
III. Les propriétés thérapeutiques de l'huile d'olive.....	13

CHAPITRE III : LES FACTEURS INFLUENÇANT LA QUALITE DE L'HUILE D'OLIVE

I. La qualité de l'huile d'olive.....	14
II. Principaux facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive.....	14
II.1. Facteurs génétiques.....	14
II.2. Facteurs environnementaux.....	14
II.2.1. Le climat et l'attitude.....	14
II.2.2. Le sol.....	15
II.2.3. L'irrigation.....	15
II.2.4. La maturation.....	15
II.3. Les Facteurs agronomiques.....	15
II.3.1. La récolte.....	15
II.3.2. Transport et stockage des olives.....	16
II.4. Facteurs technologiques.....	16

Partie pratique

I. Matériel végétale.....	17
I.1. Echantillonnage.....	17
I.2. Préparation des mélanges.....	17
II. Analyse des olives.....	17
II.1. Analyse physique.....	17
II.1.1. Indice de maturité.....	17
II.1.2. Rendement en huile d'olive par l'oléodoseur.....	18
II.1.3. Taux d'humidité de la pâte.....	18
II.2. Analyse chimique.....	19
II.2.1. Rendement en huile par Soxhlet.....	19
III. Analyse sur l'huile.....	19
III.1. Indice de qualité.....	19
III.1.1. Acidité.....	19
III.1.2. Indice de peroxyde.....	20
III.1.3. Analyse de l'absorbance spécifique dans l'ultra-violet.....	20
III.1.4. Dosage des pigments.....	21
III.1.5. Extraction des composés phénoliques et des <i>ortho</i> -diphénols.....	21
III.1.5.1. Préparation de l'extrait méthanolique.....	22
III.1.5.2. Dosage des composés phénoliques.....	22

III.1.5.3. Dosage des <i>ortho</i> -diphénols.....	22
III.1.6. Indice d'amertume.....	22
IV. Etude de l'activité antioxydante.....	23
IV.1. Pouvoir réducteur.....	23
IV.2. Activité scavenger sur le radical DPPH [•]	23
V. Analyse statistique.....	23

Résultats et Discussion

I. Analyse des olives.....	24
I.1. Analyse physique.....	24
I.1.1. Indice de maturité.....	24
I.1.2. Rendement en huile d'olive par l'oléodoseur.....	24
I.1.3. Taux d'humidité de la pâte.....	25
I.2. Analyse chimique.....	26
I.2.1. Rendement en huile par Soxhlet.....	26
II. Analyse sur l'huile.....	26
II.1. Indice de qualité.....	26
II.1.1. Acidité.....	26
II.1.2. Indice de peroxyde.....	28
II.1.3) Analyse de l'absorbance spécifique dans l'ultra-violet.....	29
II.1.4. Dosage des pigments.....	31
II.1.4.1. Chlorophylles.....	31
II.1.4.2. Caroténoïdes.....	32
II.1.5. Dosage des composés phénoliques.....	33
II.1.6. Dosage des <i>ortho</i> -diphénols.....	34
II.1.6. Indice d'amertume.....	35
II.2. Etude de l'activité antioxydante.....	36
II.2.1. Activité scavenger sur le radical DPPH [•]	36
II.2.2. Pouvoir réducteur.....	37
Conclusion	39

Référence bibliographique

Annexe

Introduction

L'olivier appartient à la famille des Oléacées. Le genre est appelé "*Olea*" et comporte 30 espèces différentes réparties sur la surface du globe. L'espèce cultivée en Méditerranée est "*Olea europaea*". C'est un arbre majeur de région méditerranéenne connu et utilisé depuis l'antiquité surtout pour son huile. Il signifie de nombreux symboles : paix, fécondité, purification et la force. De nombreuses études démontrent que les régimes alimentaires à base de l'huile d'olive sont bénéfiques pour la santé humaine en diminuant le risque de plusieurs maladies (**El Hajjouji, 2007 ; Artaud, 2008 ; Benabid, 2009**).

En Algérie, l'oléiculture représente la culture fruitière la plus répandue ; elle couvre 24% de la surface agricole utilisée soit 200 000 ha répartis notamment sur les zones Est et Centre-Est du pays, en particulier Béjaia, Tizi Ouzou, Bouira, Bordj-Bouarreridj, Sétif et Jijel, qui représentent ensemble 69% de la superficie totale de l'oléiculture. La production d'olive obtenue au cours de la campagne 2001/2002 est estimée à 2 millions de quintaux, dont un peu plus de 75% sont destinés aux huileries pour l'extraction de l'huile (**MADR/DSASI /SDSA, 2003**).

Les caractéristiques chimiques et organoleptiques de l'huile d'olive dérivent de la succession des facteurs agronomiques et technologiques employés au cours des différentes opérations que subissent les olives, jusqu'à l'obtention de l'huile, cette huile a une grande résistance à la détérioration oxydative, cela est dû à sa composition en triglycérides et en acide gras monoinsaturés, ainsi qu'à la présence d'un groupe d'antioxydants naturels tels que les polyphénols, les pigments, les tocophérols et les stérols (**Kammoun et al., 1999**).

Notre étude porte sur trois variétés d'huile d'olive (*Azeradj, Chemlal et Iswel*) ainsi que de leur mélanges (à différents taux), provenant de la région d'Ighil Ali (Bejaia), dont la partie expérimentale est consacrée à décrire les traitements effectués sur les olives (récolte et extraction) et la détermination de leur degré de maturité. Les analyses physico-chimiques des trois variétés réalisées sur les échantillons d'huiles (acidité, indice de peroxyde, mesure de l'absorbance à l'UV, dosage des pigments, des composés phénoliques, détermination des *ortho*-diphénols et de l'indice d'amertume). L'évaluation de l'activité antioxydante a été réalisée avec deux méthodes différentes à savoir : le pouvoir réducteur et l'activité scavenger du radical DPPH.

Partie bibliographique

Chapitre I

L'olive et l'huile d'olive

I- Olive

I.1- Définition et description

L'olive est un fruit récolté depuis des siècles à partir de l'olivier. C'est une drupe de forme ovale qui pèse de 2 à 12 g environ, comme elle peut aller jusqu'à 20g. Il peut être séparé en trois phases différentes : épicarpe (la peau), mésocarpe (la pulpe ou la chaire), l'épicarpe et le mésocarpe forment le péricarpe et endocarpe ligneux. Selon **Therios (2009)**, ces trois parties de fruits suivent les périodes de croissance distinctes.

- * **Epicarpe**: c'est le tissu protecteur qui représente 1- 3 % du poids de la drupe, la peau est recouverte d'une couche de cire (45 - 70% du poids de la peau). Elle est verte au cours des premiers stades de développement en raison de la chlorophylle qui change durant la variation des concentrations de la chlorophylle, des caroténoïdes et des anthocyanes. L'épicarpe, imperméable à l'eau, joue un rôle important dans la réduction des dommages mécaniques et des attaques par les ravageurs.
- * **Mésocarpe** : c'est la partie la plus importante de l'olive, étant la partie comestible, et comprenant 70 à 80% de l'ensemble du fruit. Les teneurs en eau et en huile de la chair sont de 70 à 75% et de 14 à 15 % de son poids respectivement.
- * **Endocarpe** : il représente 10 à 27% du poids de l'olive et contient 22-27% d'huile de son poids. Certaines caractéristiques importantes de l'endocarpe comprennent la taille, le poids et la facilité de séparation.

I.2- Composition chimique

D'après **Benlemlih et Ghanam (2012)**, la composition chimique majoritaire du fruit de l'olivier est illustrée dans le tableau I.

Tableau I : La composition chimique de l'olive en (%) (**Benlemlih et Ghanam, 2012**).

Constituants	Teneur (%)
L'eau	50
Huile	22
Polyphenols	1,5
Protéines	1,5
Sucres	1,8
Cellulose	5,5
Minéraux	1,5

I.3- Technologie d'élaboration de l'huile d'olive

La production de l'huile d'olive à partir des olives se fait par plusieurs étapes :

I.3.1- Récolte, effeuillage et nettoyage

La récolte est une opération importante de la culture de l'olivier et, par conséquent, elle doit être contrôlée de près, étant donnée ses répercussions sur le coût de la production et la qualité de l'huile d'olive. Cette dernière est affectée aussi bien par les modalités de récolte (système, durée) que par l'époque à laquelle intervient celle-ci (**Ouaouich et Chimi, 2007**). De plus, un lavage à l'eau froide est pratiqué sur les olives triées afin d'éliminer les feuilles, les brindilles et les corps étrangers (**Pagès-xatart-parès, 2012**).

I.3.2- Broyage et malaxage

Le broyage se fait sans dénoyautage préalable et vise à faire éclater la drupe pulpeuse chargée d'huile et à permettre le concassage du noyau. Il est réalisé dans un broyeur à meule de pierre ou dans des installations plus modernes avec des broyeurs à marteaux ou à disques (**Pagès-xatart-parès, 2012**). Après le broyage, la pâte obtenue subit un malaxage qui rend l'ensemble plus homogène avec la coalescence des gouttelettes d'huile (**Veillet, 2010 ; Pagès-**

xatart-parès, 2012). Elle s'effectue dans des bacs en acier dans lesquels des pales hélicoïdales mélangent la pâte dans un lent mouvement de rotation. Lors de cette phase, le réchauffement permet d'augmenter le rendement en huile sans dépassé une température de 50°C (Auzias et Labourdette, 2012).

I.3.3- Extraction de l'huile d'olive

Il existe trois procédés d'extraction différents d'huile d'olive

- **Procédé discontinu par presse** : la presse d'olive fonctionne en appliquant une pression à la pâte d'olive pour séparer l'huile, l'eau de végétation (marginé) et grignon d'olive (Wiesman, 2009). Il s'agit d'un système discontinu dû a la nécessité de procéder selon des « charges » ou des cycles de presse séquentiels (Ranalli *et al.*, 2003).
- **Procédé continue par centrifugation**
 - **A trois phases** : La pâte sera pompée dans un décanteur industriel pour réaliser la séparation de ces différents constituants. Pendant ce processus l'eau est ajoutée afin de faciliter la séparation des trois phases (huile, eau de végétation et solides). Le décanteur est une grande centrifugeuse capacité-horizontale tournant approximativement 3000 t/mn (Ben-Hassen, 2013). Dans ce procédé, l'huile d'olive obtenue est appauvrie en composés phénoliques mais son rendement est légèrement amélioré (Chimi, 2006).
 - **A deux phases** : ce procédé ne nécessite pas l'addition d'eau pour la séparation des différentes phases. Il permet d'obtenir des huiles d'olive plus riche en polyphenols et un rendement plus élevé que le décanteur à trois phases (Chimi, 2006).
- **Procédé par Sinoléa** : Le Sinoléa se compose d'un façonnage semi-cylindrique d'acier inoxydable avec beaucoup de petites lames se déplaçant par des fentes dans le façonnage. Lorsque les lames plongent dans la pâte d'olive avec un lent mouvement et sans interruption, elles sont enduites de l'huile et quand celles-ci sont retirées, l'huile s'égoutte, qui sera récupérée dans un bac opaque. Ce procédé peut extraire jusqu'à 70-75 % d'huile contenue dans les olives (Aparicio et Harwood, 2013).

II- L'huile d'olive

II.1- Définition et classification

L'huile d'olive est un véritable jus de fruit avec l'excellente qualité alimentaire, sensorielle et fonctionnelle ; c'est l'élément de base pour le régime méditerranéen (**Longobardi et al., 2012**). Elle est connue comme une huile végétale la plus ancienne qui peut être consommée sous forme brute sans tout autre traitement et obtenue par des procédures physiques faciles à employer (**Kesen et al., 2013**).

Selon le **COI (2010)**, l'huile d'olive est classée en différentes catégories :

- a) **Les huiles d'olives vierges** : sont des huiles obtenues à partir de l'olive par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans lesquels les conditions thermiques n'entraînent pas l'altération de l'huile, et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration.
 - ✚ **Huile d'olive vierge extra** : huile d'olive dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,8 gramme pour 100 gramme ;
 - ✚ **Huile d'olive vierge** : huile d'olive dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 2 gramme pour 100 gramme ;
 - ✚ **Huile d'olive vierge courante** : huile d'olive dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 3,3 gramme pour 100 gramme ;
- b) **Les huiles d'olives vierges lampantes** : sont des huiles qui ne sont pas propres à la consommation dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est supérieur à 3,3 gramme pour 100 gramme.
 - ✚ **Huile d'olive raffinée** : est l'huile obtenue des huiles d'olive vierge par des techniques de raffinage n'entraînant pas de modifications de la structure glycéridique initiale. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,3 gramme pour 100 gramme ;
 - ✚ **L'huile d'olive** : est l'huile constituée par le coupage d'huile d'olive raffinée et d'huile d'olive vierge propre à la consommation en l'état. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 1 gramme pour 100 grammes ;
- c) **Les huiles de grignons d'olive** : sont des huiles issues par traitement aux solvants ou d'autres procédés physiques des grignons d'olive. Elle est commercialisée selon les dénominations et définitions suivantes :
 - ✚ **L'huile de grignon d'olive brute** est l'huile issue par traitement au solvant de grignon d'olive. Elle est destinée au raffinage en vue de son emploi pour la

consommation humaine ou destinée à des usages techniques. Son acidité n'est pas limité;

- ✚ **L'huile de grignon d'olive raffinée** est l'huile obtenue à partir des huiles de grignon d'olive brutes par des techniques de raffinage n'entraînant pas de modifications de la structure glycéridique initiale. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,3 gramme pour 100 gramme ;
- ✚ **L'huile de grignon d'olive** est l'huile constituée par le coupage d'huile de grignon d'olive raffinée et d'huile de grignon d'olive vierge propre à la consommation en l'état. Son acidité libre est de 1 gramme pour 100 gramme.

II.2- Composition chimique

L'huile d'olive est constituée de deux fractions ; saponifiable et insaponifiable. La fraction saponifiable représente plus de 98% par rapport à l'autre fraction qui représente environ 2% du poids total de l'huile (**Quiles et al., 2006**).

II.2.1- La fraction saponifiable

Elle représente les composés majeurs de l'huile et elle est constituée fondamentalement d'acides gras et de glycérols (**Benlemlih et Ghanam, 2012**).

A) Les acides gras : L'huile d'olive se caractérise par une composition en acides gras. Elle est très riche en acide oléique ; peu d'acides gras saturés ; modérément d'acides linoléiques et pratiquement pas d'acides linoléiques (**Gunstone, 2011**).

D'après **Gunstone (2011)**, la composition en acides gras de l'huile d'olive est regroupée dans le tableau II.

Tableau II : Teneur en acides gras de l'huile d'olive en (%) (**Gunstone, 2011**),

Acides gras	Teneur(%)
Acides myristique	≤ 0,05
Acide palmitique	7,5 – 20
Acide palmitoléique	0,3 – 3,5
Acide heptadecanoïque	≤ 0,3
Acide heptadécénoïque	≤ 0,3
Acide stéarique	0,5 – 5,0
Acide oléique	55,0 – 83,0
Acide linoléique	3,5 – 21,0
Acide linoléique	≤ 1,0
Acide arachidique	≤ 0,6
Acide eicosanoïque	≤ 0,4

Acide béhénique	≤ 0,3
Acide lignocérique	≤ 0,2

B) Glycérides : Les glycérides sont des esters d'acides gras (ou acyl-glycérols) qui composent entre 95 et 98 % en masse des corps gras, résultant de l'association d'une, deux ou trois molécules d'acides gras et d'une molécule de glycérol (**Calvignac, 2009**). Les principaux triglycérides présents dans l'huile d'olive et par ordre d'importance quantitative on trouve, la trioléine 'OOO' dont le taux est très élevé (47,54 à 58,34%), la dioléopalmitine 'POO' (18,72 à 21,81%), la dioléolinoléine 'OOL' (15,10 à 20,96%), la palmitooléolinoléine 'POL' (3,16 à 6,94%) et la dioléostéarine 'SOO' (2 à 5%) (**Tanouti et al., 2011**).

II.2.2- La fraction insaponifiable

Elle représente les composés mineurs de l'huile d'olive, et elle est constituée de plus de 230 composés chimiques tels que les composés phénoliques, les tocophérols, les stérols, les composés aromatiques, les chlorophylles et les caroténoïdes (**Benlemlih et Ghanam, 2012**).

A) Les composés phénoliques : Sont des antioxydants naturels présents en quantités notables dans l'huile d'olive vierge, et responsables du goût amer et fruité de celle-ci. Ces composés contribuent d'une manière significative à la stabilité de l'huile vis-à-vis de l'oxydation (**Baccouri et al, 2006 ; Rodriguez-Méndez et al., 2008**).

B) Les tocophérols : Les tocophérols sont des substances constituées par un noyau commun hydroxychromane et une chaîne latérale saturée phytyle à 16 carbones. Ils sont reconnus pour leur double action bénéfique. La teneur totale en tocophérols dans les huiles d'olive est très variable allant de quelques mg à 450mg/kg d'huile (**Gutierrez, 1999 ; Boskou et al., 2006**). L'alpha-tocophérol représente à lui seul 90% de la totalité des tocophérols (**Sherwin, 1976**), mais on trouve également un peu de beta et gamma tocophérols, alors que le delta tocophérol n'est présent qu'à l'état de traces (**Psomiadou, 2000**). La figure 1 représente la structure chimique de l'alpha tocophérol présente dans l'huile d'olive selon **Boskou (2010)**.

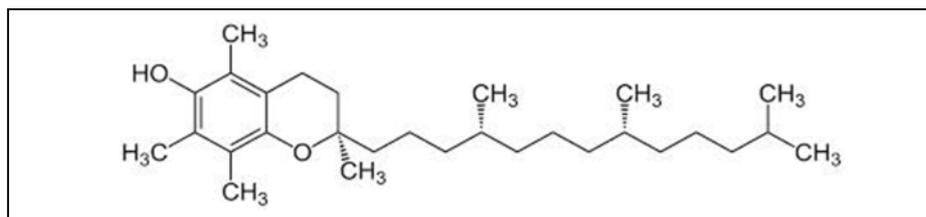


Figure1 : La structure chimique de l'alpha-tocophérol (**Boskou, 2010**).

C) Les pigments

La couleur d'huile d'olive est le résultat de la présence des chlorophylles et des caroténoïdes. Ils sont synthétisés par les plantes, les bactéries photosynthétiques et les algues, et ils sont influencés par le cultivar des olives, le degré de maturités des olives, la zone de production, le système d'extraction, et les conditions de stockage (**Boskou *et al.*, 2006**).

Les caroténoïdes sont une classe de plus de 600 pigments naturels. Ces molécules sont les sources des couleurs jaune, orange et rouge de nombreux fruits et légumes (**Aparicio-Ruiz *et al.*, 2011**). Les principaux caroténoïdes présents dans l'huile d'olive sont la lutéine et le bêta-carotène. Leur teneur varie de 1 à 20 mg/kg. Les propriétés anti-oxydantes et pro-oxydantes ont été attribuées à ces molécules. (**Boskou, 2010**). Selon **Gunstone (2011)** la figure 2 indique les principaux carotenoides presents dans l'huile d'olive.

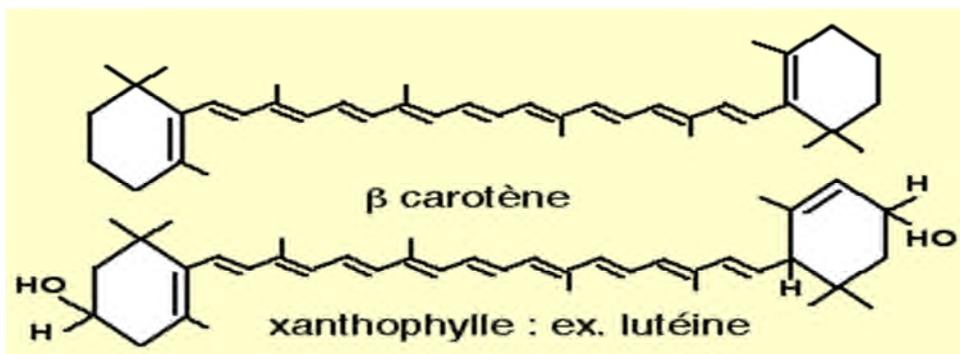


Figure 2 : La structure chimique des principaux caroténoïdes present dans l'huile d'olive (**Gunstone, 2011**)

Les chlorophylles sont des pigments qui existent sous différentes formes, la chlorophylle a, b, c₁, c₂ et d, d'où La chlorophylle a, est le principal pigment photosynthétique des plantes vertes et la chlorophylle b, bleu-vert en solution, trouvée chez les plantes supérieures et les algues vertes avec la chlorophylle a (**Levent, 2011**). Les chlorophylles a et b (fig. 3) sont naturellement présents dans l'huile d'olive. Leurs teneurs varient de 1 à 10 mg/kg (**Quiles *et al.*, 2006**).

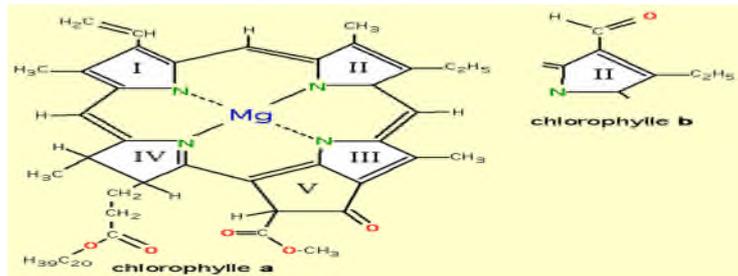


Figure 3 : Les structures des chlorophylles a et b (Levent, 2011).

D) les composés aromatiques : ce sont des molécules à faible poids moléculaires, volatils à température ambiante. Parmi ces composés, on trouve les aldéhydes, les hydrocarbures, les cétones, les esters, les phénols, les thioterpènes et les dérivés de furfuranne, qui contribuent au parfum et au goût caractéristique de l'huile d'olive (Hassouna, 2012).

E) les phytostérols : ce sont des constituants importants d'huile d'olive et représente la principale portion de sa partie insaponifiable. Ces composés contribuent d'une manière significative à la valeur nutritionnelle de l'huile d'olive, ils possèdent des effets anti-inflammatoires, anti-cancérigènes et hypocholestérolémies (Lukić *et al.*, 2013). Leurs structures chimiques sont similaires au cholestérol (fig.4). Dans l'huile d'olive brute les phytostérols prédominants sont le sitostérol et le stigmastérol (Cañabate-Díaz *et al.*, 2007).

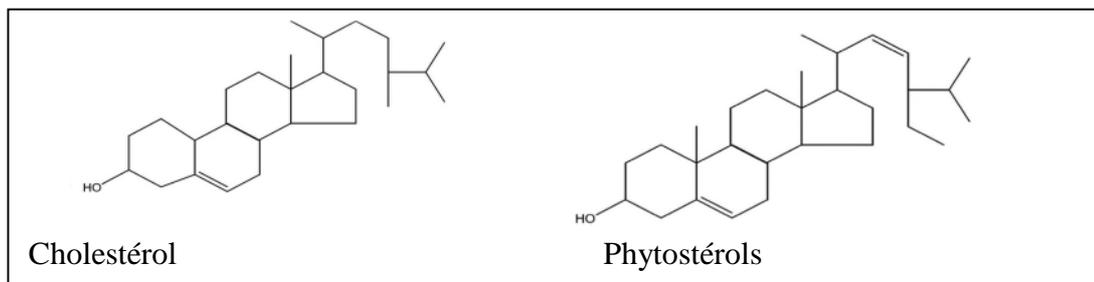


Figure 4 : Les structures du cholestérol et du phytostérol (Boskou *et al.*, 2006).

Chapitre II
Chapitre II
Les antioxydants et
Les antioxydants et
l'activité antioxydante de l'huile d'olive

I) Oxydation des lipides et radicaux libres

I-1) Oxydation des lipides

Les huiles et les matières grasses se détériorent en présence de l'oxygène et de la lumière et ceci influence sur leurs propriétés chimiques, nutritionnelles et sensorielles (**Velasco et Dobarganes, 2002**).

L'oxydation des lipides peut se faire selon plusieurs voies réactionnelles en fonction du milieu et des agents initiateurs conduisant au rancissement oxydatif (**Bouhadjra, 2011**). L'oxydation enzymatique catalysée par la lipoxygénase et l'auto-oxydation qui est favorisée par un ensemble de réactions de rupture des chaînes, qui aboutissent à la formation des hydroperoxydes (**St Angelo, 1996 ; Bouhadjra, 2011**). Cette réaction s'effectue par plusieurs étapes :

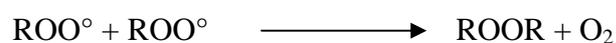
- Réaction d'initiation : les lipides insaturés perdent un atome d'hydrogène pour former un radical libre centré sur le carbone R° (radical alkyle) (**Bouhadjra, 2011**).



- Réaction de propagation : les peroxydes peuvent être des substrats de différents processus donnant lieu aux hydroperoxydes qui sont stables (produits secondaires d'oxydations) (**Rahmani, 2007**).



- Réaction de terminaison : pendant cette phase, les espèces radicalaires réagissent entre elles pour donner des espèces non radicalaires (composés à faible poids moléculaire tels que les aldéhydes, les cétones, les hydrocarbures, etc.) ces espèces sont responsables de l'odeur de rance des huiles (**Bouhadjra, 2011**)



I-2) Les radicaux libres

Un radical libre est une espèce chimique possédant un électron célibataire (non apparié) (**Gardès-Albert et al., 2003**). Ils peuvent avoir des origines externes (pollution, rayon X etc.) et internes (allergie, inflammation, micro-lésions tissulaire, fatigue etc.) à l'organisme (**Bhuiyan et al., 2009**).

Les radicaux libres les plus courants sont le radical superoxyde (O_2°), le radical hydroxyle (OH°) et le monoxyde d'azote (NO°). D'autres molécules, comme le peroxyde d'hydrogène (H_2O_2) et l'ion peroxydinitrite ($ONOO^-$), sont des espèces oxygénées non radicalaires. Les substances oxygénées réactives, par ordre de réactivité décroissante sont le (OH°), (O_2°) et (H_2O_2) (Nafia *et al.*, 2003 ; Reichel, 2003).

II) Les antioxydants de l'huile d'olive et leurs mécanismes d'action

II-1) Définition des antioxydants

Les antioxydants sont des molécules qui peuvent retarder ou même empêcher le développement de l'oxydation par l'extinction directe des espèces réactives de l'oxygène (Vansant, 2004 ; Mancebo-Campos *et al.*, 2014). Notre corps dispose de différents systèmes d'antioxydants. Le superoxyde dismutase (SOD) transforme l'anion superoxyde en peroxyde d'hydrogène, après quoi celui-ci continue à se transformer en oxygène et en eau par catalase (Vansant, 2004).

II-2) Différents antioxydants présents dans l'huile d'olive

La consommation quotidienne d'huile d'olive améliore la santé en réduisant les dommages de l'oxydation dans l'organisme (Rubio-Senent *et al.*, 2013). Cette propriété est attribuée aux antioxydants trouvés dans l'huile d'olive à savoir :

- Les composés phénoliques : ils contribuent à prévenir contre les risques d'oxydation et de l'auto-oxydation, par piégeage des radicaux peroxy et alkoxy et par chélation des métaux présents en traces (Léger, 2003 ; Bendini *et al.*, 2007 ; Nakbi, 2010).

- Les caroténoïdes : ils peuvent agir en tant qu'antioxydants selon plusieurs mécanismes, parmi eux : ils ont la capacité de bloquer les chaînes des réactions radicalaires. Ou ils empêchent l'initiation de ces réactions en neutralisant l'oxygène singulet (Pastre, 2005).

- Les chlorophylles : ils possèdent une action pro-oxydante en présence de la lumière entraînant la formation de l'oxygène singulet, qui réagissent avec les doubles liaisons des acides gras (l'acide oléique ; linoléique ou linoléique), conduisant à la

formation des espèces réactives de l'oxygène. En absence de la lumière, ces composés ont une action antioxydante, en donnant l'hydrogène pour inhiber la chaîne des réactions de radical libre (**Aparicio et Harwood, 2013**).

■ Les tocophérols : sont des vitamines liposolubles importants car ils contribuent à la stabilité oxydante de l'huile et ont un rôle important en éliminant les radicaux libres *in vivo* (**Simopoulos et Visioli, 2007**). Ils permettent d'inhiber l'auto et la photo-oxydation en désactivant l'oxygène singulet (**Ben Tekaya et Hassouna, 2007**).

Il existe d'autres antioxydants présents dans l'huile d'olive tels que le squalène, les ubiquinolés et les stérols (**Quiles *et al.*, 2006**).

II-3) Mécanisme d'action des antioxydants de l'huile d'olive

Il existe deux mécanismes pour retarder les réactions d'oxydation, soit par l'évacuation des radicaux libres par certains antioxydants dont on trouve les composés phénoliques par leur activité stérique réduite permettant la stabilité des radicaux hydroperoxydes. Soit éviter la décomposition des hydroperoxydes en produits inertes par d'autres antioxydants qui permettent le ralentissement d'initiation de la chaîne tels que les thioesters (**Kouame, 2004**).

Le pouvoir antioxydant de l'huile d'olive est attribué aux composés phénoliques notamment aux *ortho*-diphénols. Ces substances possèdent une activité réductrice en donnant un électron ou un atome d'hydrogène pour le radical lipidique produit lors de la phase de propagation de la réaction d'oxydation, ce qui conduit à la stabilité du radical phénoxy par la délocalisation de l'électron impaire (**Bendini *et al.*, 2007 ; Gulçin *et al.*, 2010 ; Cheynier *et al.*, 2012**).

II-3) Méthodes d'évaluation de l'activité antioxydante

L'activité antioxydante a été mesurée par l'effet des antioxydants en retardant l'ampleur de l'oxydation, l'évaluation se fait selon le dosage des produits formés ou par la mesure de l'efficacité du constituant à piéger les radicaux libres (**Marc *et al.*, 2004 ; Mancebo-Campos *et al.*, 2014**). Plusieurs méthodes ont été employées tels que le DPPH, l'ABTS, DMPD^{*+}, FRAP...etc.

Le principe du DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl) est basé sur la formation des complexes colorés, qui traduit la réaction positive du radical DPPH• avec les antioxydants

dans le milieu dont le DPPH• est converti en DPPH (Martysiak-Żurowska et Wenta, 2012). Cependant le principe de l'ABTS est basé sur la réduction des radicaux d'ABTS•⁺ par les antioxydants (Proestos *et al.*, 2013). Concernant La méthode DMPD^{*+}, elle est basée sur la capacité de l'antioxydant à empêcher la formation du radicale (Bursal et Gülçin, 2011). En présence de Fe³⁺, les antioxydants peuvent transférer un atome d'hydrogène au DMPD⁺, ayant pour résultat une décoloration de la solution mesurée par la diminution de l'absorbance à 505 nanomètre (Gülçin *et al.*, 2010).

Le test FRAP (Ferric reducing power) consiste à mesurer le potentiel antioxydant des composés synthétiques qui sont estimés par leurs capacités à réduire le complexe tripyridytriazine (TPTZ-Fe (III)) ferrique à la forme (TPTZ-Fe (II)) ferreux stable (Pereira-Caro *et al.*, 2009).

III) Les propriétés thérapeutiques de l'huile d'olive

Beaucoup d'études épidémiologiques prouvent que le régime méditerranéen assure la protection contre une grande sélection de maladies chroniques communes (Rubio-Senent *et al.*, 2013).

La consommation de l'huile d'olive riche en acides gras insaturés tels que l'acide oléique permet de réduire les risques de maladies chroniques (la baisse de la tension artérielle et les maladies cardiaques) par la diminution du taux du mauvais cholestérol (LDL) et l'augmentation du taux du bon cholestérol (HDL) dans le sang (Carralafuente, 2003 ; Panagotacos, 2008). Par contre Les acides gras polyinsaturés sont impliqués dans la protection vis-à-vis de certains cancers (Franceschi, 1996 ; Witte, 1997). De même les composés phénoliques de l'huile d'olive inhibent l'effet de l'enzyme responsable dans le développement de certains cancers, comme celui du sein, du colon ou de la prostate (Lamy *et al.*, 2014). Comme ils ont la possibilité d'empêcher le risque de maladie d'Alzheimer, les déficits de mémoire et éviter le vieillissement. Ils permettent aussi de diminuer certains médiateurs de l'inflammation, comme ils possèdent une activité immunomodulante (Gigon et Le Jeune, 2010 ; Servili *et al.*, 2014).

Chapitre III

Chapitre III

Facteur influençant
la qualité de l'huile d'olive

I- Qualité de l'huile d'olive

La qualité est un concept très large qui exige une définition. Dans le cas de l'huile d'olive, ce terme est utilisé pour faire référence à la présence d'une série de caractères qui la distinguent des autres huiles (**Ryan et al., 1998**). Le suivi de ces différents critères est nécessaire car la dégradation de la qualité d'huile peut avoir de nombreuses conséquences tant de vue nutritionnel que sanitaire (**chimi, 2006**). Cette qualité est définie par plusieurs paramètres physicochimiques comprenant l'acidité, l'indice de peroxyde, et extinction à ultraviolet. Pour garantir cette qualité, il est primordial de minimiser les facteurs conduisant à son altération (**Karabagias et al., 2013**).

II- Principaux facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive

L'huile est la résultante d'une série d'interaction entre facteurs génétiques, environnementaux, agronomiques et technologiques qui marquent aussi bien la phase de développement et de la maturation du fruit que sa transformation (**Inglesse, 1996**).

II.1- Facteurs génétique

La qualité de l'huile est tributaire d'un élément important : la variété. En effet ce sont les facteurs génétiques qui influent sur la résistance ou la susceptibilité aux maladies liées aux insectes ravageurs et aléas climatiques de la variété et qui déterminent largement la qualité de l'huile. Le calibre de fruit, le cycle de maturation, la résistance des fruits au détachement, etc, sont propres à chaque variété et exercent également une incidence directe ou indirecte sur la qualité de la production (**Çavusoglu et Ohtar, 1994**).

II.2- Facteurs environnementaux

II.2.1- Le climat et l'attitude

Il est courant que le climat exerce une grande influence sur la maturité du fruit, et par conséquent sur la composition et la qualité de l'huile obtenue. Les composants les plus affectés étant : les acides gras, et les composés phénoliques (**Ryan et al., 1998**).

Les différences dans le contenu total des phénols est peut être due à la température et l'attitude de vergé. La température élevée diminue le contenu phénolique, stérols, squalène et l'acide oléique bien que les régions côtières étaient moins fruitées, amères et piquantes comparées aux arbres ont été développés à des attitudes plus élevés (**Aparicio et Harwood, 2013**).

II.2.2- Le sol

Le type de sol n'a aucun effet clair sur la composition en huile d'olive. La salinité du sol affecte la teneur en acide gras et en particulier le rapport acide oléique / acide linoléique ce qui conduit à l'abaissement de la stabilité de l'huile et le rapport acide gras mono insaturé/ acide gras polyinsaturé. Le taux des poly phénols totaux varie également selon la fertilisation à l'azote (exposition excitive à l'azote abaisse la teneur en polyphenols totaux) ainsi la limitation de certains éléments (l'azote, phosphore et potassium) peut avoir un effet négatif sur la vigueur d'olivier (**Aparicio et Harwood, 2013**).

II.2.3- L'irrigation

En général, l'olivier n'est pas une culture irriguée. Ceci ne veut pas dire qu'il peut se passer d'eau, bien au contraire il est l'un des fruitiers qui exploite et rentabilise le mieux les apports d'eau. Les besoins de l'olivier en eau varient suivant la nature du sol et sa capacité de retenir l'eau et aussi de la température du milieu. L'irrigation a un effet remarquable, surtout, sur la composition de l'huile dont elle provoque une légère augmentation de l'acide palmitique, de l'acide oléique et de l'acide linoléique, différente de celles des huiles des oliviers non irrigués (**Ouaouich et Chimi, 2007**).

III.2.4- La maturation

La maturité des olives est l'une des facteurs les plus importants liée à la qualité d'huile d'olive (**Jiménez B et al., 2013**). En effet, la teneur totale en huile et en alpha-tocophérol ne change pas de façon significative au cours de ce processus. Le niveau de maturation affecte principalement la qualité organoleptique des huiles obtenues, celle-ci ayant diminuée au fur et à mesure de la maturation du fruit. La teneur totale en composés phénoliques diminuait au cours du processus alors que, les teneurs en acide oléique, stéarique et linoléique augmentent (**Ait Yacine et al., 2002**).

II.3 - Facteurs agronomiques

II.3.1- La récolte

La récolte nécessite une particulière attention étant donnée ses répercussions sur la qualité de l'huile d'olive (**Argenson, 1999**). En effet plusieurs paramètres peuvent être étudiés afin de déterminer la date optimale de récolte tel que : Indice de maturité, rendement en huile, dosage des polyphénols, le poids et dimensions du fruit, etc (**Ait**

Yacine et al., 2001). Méthode de cueillette est l'un des facteurs ayant une incidence sur la qualité de l'huile; la récolte au sol des olives tombées subissent des lésions qui facilitent la pénétration et le développement des micro organismes ce qui conduit à la dégradation de la qualité de l'huile d'olive qui se traduit par une augmentation de l'acidité (**Chimi, 2001**). Cependant la cueillette à la main par le détachement sur l'arbre constitue le système rationnel qui assure l'obtention d'une huile de bonne qualité (**Di Giovacchino, 1997**).

II.3.2- Transport et stockage des olives

Les olives doivent être transportées immédiatement au moulin afin de préserver leur qualité. Les olives sont généralement logées dans des sacs en jute ou en nylon, l'entassement des sacs les uns sur les autres, provoque des blessures des olives ce qui conduit au déclenchement de processus biologiques responsables de la détérioration de la qualité de l'huile (**Çavusoglu et Oktar, 1994**). En effet, les caractéristiques organoleptiques de l'huile s'avèrent affectées négativement par le développement de composés volatils indésirables tels que le méthanol et l'éthanol et la diminution du contenu en hexanal et cis -3-hexanol responsables d'une flaveur agréable. Aussi des changements rapides sur les caractéristiques physico-chimiques évoluent de manière agréable. De plus l'hydrolyse des triglycérides provoqué par les enzymes ainsi que l'oxydation chimique des acides gras favorisé par la présence de l'oxygène et des radicaux libres ,ont des effets importants sur la conservation de l'huile (**Chimi, 2001**).

II.4- Facteurs technologiques

Le système d'extraction constitue un paramètre déterminant pour juger de la bonne qualité de l'huile d'olive (**Dhifi et al., 2002**). Les huiles produites par système de centrifugation à deux phases sont de bonne qualité par rapport à celles produites par le système de centrifugation à trois phases et le système à presse, du point de vue stabilité oxydative et organoleptique. En effet, l'huile extraite par ces deux derniers systèmes se trouve appauvrie en composés aromatiques et en composés phénoliques et par conséquent une faible résistance à l'oxydation. Cependant, les huiles obtenues par le système à deux phases se caractérisent par sa richesse en antioxydants notamment en polyphénols totaux et en *Ortho*-diphénols (**Chimi, 2006**).

Partie Pratique

Matériels et Méthodes

I) Matériel végétale

Le matériel végétal utilisé dans le présent travail porte sur les huiles d'olive issues des trois variétés d'olives ; *Azeradj*, *Chemlal*, *Iswel*, provenant de la région d'Ighil Ali de la wilaya de Bejaia. A fin d'effectuer les analyses physico-chimiques ainsi que l'évaluation de l'activité antioxydante de ces huiles et leurs mélanges.

I-1) Echantillonnage

La récolte des olives s'est faite à la main durant le mois de Décembre 2013 (**Tableau III**). Les olives ont subi plusieurs traitements : effeuillage, triage, et lavage. L'extraction de l'huile par l'oléodoseur a été réalisée au niveau de l'I.T.A.F.V (Institut Technique de l'Arboriculture Fruitières et de la Vigne), situé à Takerietz, wilaya de Bejaia.

Tableau III : Date de récolte et de trituration des olives des trois variétés étudiée.

Variété	Date de récolte	Date de trituration
<i>Azeradj</i>	27/12/2013	29/12/2013
<i>Chemlal</i>	27/12/2013	30/12/2013
<i>Iswel</i>	27/12/2013	02/01/2014

I-2) Préparation des mélanges d'huiles

A partir des trois variétés d'huile d'olive, nous avons effectués plusieurs mélanges à (1V/2V), (1V/3V), (V/V), (3V/1V) et (2V/1V). Alors à la fin nous avons obtenus 15 mélanges d'huiles.

II) Analyse des olives

II-1) Analyses physiques

II-1-1) Indice de maturité

Selon COI (2011), le processus de maturation peut être apprécié visuellement sur les variétés d'olivier au fur et à mesure de leur changement de couleur. Le péricarpe passe normalement du vert foncé au violacé puis au noir. La couleur et la texture du mésocarpe changent également durant ces étapes, tout comme la couleur et les caractéristiques sensorielles de l'huile.

Classe 0 : peau vert intense

Classe 1 : peau vert jaunâtre

Classe 2 : peau verte avec des taches rougeâtres sur moins de la moitié du fruit : début de la véraison

Classe 3 : peau rougeâtre ou violette sur plus de la moitié du fruit : fin de la véraison

Classe 4 : peau noire et pulpe blanche

Classe 5 : peau noire et pulpe violette sans atteindre le centre de la pulpe

Classe 6 : peau noire et pulpe violette sans atteindre le noyau

Classe 7 : peau noire et pulpe violette sur toute la pulpe jusqu'au noyau

L'indice de maturité (I.M.) est le résultat de la formule suivante :

$$\text{I.M.} = \frac{\mathbf{A\ 0 + B\ 1 + C\ 2 + D\ 3 + E\ 4 + F\ 5 + G\ 6 + H\ 7}}{\mathbf{100}}$$

Où A, B, C, D, E, F, G et H sont le nombre de fruits des classes 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6 et 7 respectivement.

II-1-2) Rendement en huile d'olive par l'oléodoseur

Après le broyage des olives par le broyeur à marteau, on obtient une pâte, 920 g de cette dernière va subir un malaxage pendant 30 minutes (15 minutes sans eau et 15 minutes avec de l'eau tiède à 30°C). Après cette opération, on obtient une pâte homogène qu'on va centrifuger pendant une à deux minute par une centrifugeuse verticale à deux phases avec une vitesse de 4845 tours/min. Enfin, on extrait l'huile et on note son volume après décantation. Les résultats Les résultats sont exprimés comme suite :

$$\mathbf{R(\%) = (V*0.1)}$$

V : volume d'huile extraite après décantation

II-1-3) Taux d'humidité de la pâte.

Le taux d'humidité est la perte en masse subie par le produit chauffé à $103\pm 2^\circ\text{C}$ dans des conditions spécifiques, exprimée en pourcentage massique. Il consiste à l'évaporation totale de l'eau ainsi que les matières volatiles de la pâte (COI, 2011).

Après le broyage, une quantité de la pâte est séchée à l'étuve à $103\pm 2^\circ\text{C}$ jusqu'à stabilisation du poids sec.

Le taux d'humidité est exprimé en pourcentage massique (H%) selon l'équation suivante :

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

P_0 : poids de la pâte avant séchage en g;

P_1 : poids de la pâte après séchage en g.

II-2) Analyses chimiques**II-2-1) Rendement en huile par Soxhlet**

L'extraction de l'huile d'olive à partir de la pâte se fait en utilisant de l'hexane par la méthode de Soxhlet pour déterminer son rendement (COI, 2011).

La pâte récupérée après broyage est préalablement séchée à l'étuve. Elle est broyée à l'aide d'un mortier pour obtenir une poudre, qu'on va mettre dans des cartouches placées dans l'appareil de Soxhlet, à 45°C pendant 6 heures afin d'éliminer le solvant restant dans les échantillons soumis à une évaporation à l'aide d'un rota vapeur.

Le rendement en huile (R%) des échantillons analysés est donné selon la formule suivante :

$$R\% = \frac{P_1 - P_0}{P} * 100$$

On a:

M : la masse de la prise d'essai de la pâte (10g);

M_0 : la masse du ballon vide en g;

M_1 : la masse de l'extrait après séchage.

III) Analyses effectuées sur les huiles

III-1) Indices de qualités

III-1-1) Acidité

C'est la teneur en pourcentage d'acide gras libres (exprimée en acide oléique) présent dans l'huile d'olive et qui est un paramètre important dans l'évaluation de sa qualité (**Tanouti et al., 2011**).

Le principe repose sur la neutralisation des acides gras libres à l'aide d'une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium de normalité 0,5N pour donner des savons (**AFNOR, 1984**).

5g d'huile d'olive sont dissoutes dans 20 ml du mélange de la solution d'éther-diéthylique/éthanol (V/V). Après agitation on titre le tout avec une solution de KOH (0,1N) en présence de phénolphtaléine à (1%) jusqu'au virage de l'indicateur coloré apparition d'une couleur rose persistante 10 secondes). Un essai témoin a été réalisé dans les mêmes conditions.

L'acidité est exprimée en pourcentage qui est calculé comme suit:

$$\text{Acidité(\%)} = (V - V_0) \cdot N \cdot M / 10 \cdot m$$

V: Volume en ml de la solution de KOH utilisé;

V₀: volume en ml de KOH nécessaire pour neutralisé le blanc

N : Concentration de KOH utilisé pour titrer l'échantillon (0,1N);

M : Poids molaire, en g/mole, de l'acide oléique (=282);

m : Prise d'essai en grammes (5g).

III-1-2) Indice de peroxyde

C'est la quantité de peroxydes présents dans l'échantillon, exprimée en milliéquivalents d'oxygène actif contenu dans un kilogramme de produit, oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode. Cet indice nous permet d'évaluer l'état de fraîcheur de l'huile (**Tanouti et al., 2011**).

Le principe repose sur le titrage de l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium (Na₂S₂O₃). 2g d'huile d'olive sont mélangés avec 10ml de chloroforme. Après agitation, 15ml d'acide acétique glacial ainsi que 1ml d'Iodure de potassium (KI) sont ajoutés. Le mélange est agité pendant 1mn et laissé reposer pendant 5mn à l'abri de la lumière à une température ambiante. Ensuite, 75ml d'eau distillée sont additionnés suivi d'un titrage de l'iode libéré avec une solution de thiosulfate de sodium [C(Na₂S₂O₃)] à 0,01N en agitant

vigoureusement et en présence d'empois d'amidon à 0,1% comme indicateur, jusqu'à disparition de la couleur. Un essai à blanc est effectué simultanément.

L'indice de peroxyde en milliéquivalent d'O₂/kg est calculé selon l'équation:

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

V : Volume en ml nécessaire de thiosulfate sodium pour titrer l'échantillon;(en ml)

V₀ : Volume requis pour titrer le blanc;(en ml)

N : Concentration de thiosulfate de sodium (0,01 N);

m : prise d'essai (2g).

III-1-3) Analyse de l'absorbance spécifique dans l'ultra-violet

Les diènes et les triènes conjugués sont à doser dans l'huile d'olive selon la norme du Conseil Oléicole International (COI, 2003). Ce test peut fournir des indications sur la qualité d'une matière grasse.

La détermination de l'absorbance à 232 nm et au voisinage de 270 nm permet la détection des produits d'oxydation des acides gras insaturés, lorsqu'ils ont une structure diénique conjuguée (COI, 2003).

Dans une fiole de 10ml, on pèse 0,1g de l'huile filtrée, qui sont ajustés avec du cyclohexane. L'absorbance est mesurée à deux longueurs d'ondes, 232 nm et 270 nm. Les résultats sont exprimés au terme d'absorbance.

$$K\lambda = \frac{E\lambda}{c.s}$$

Kλ : extinction spécifique à la longueur d'onde λ

Eλ: extinction mesurée à la longueur d'onde λ

C : la concentration de la solution en gramme par 100 ml

S : épaisseur de la cuvette en centimètre

III-1-4) Dosage des pigments

La méthode utilisée pour la détermination des chlorophylles et des caroténoïdes dans les différents échantillons d'huile est celle préconisée par **Minguez-Mosquera et al. (1991)**.

3g d'huile filtrée sont introduits dans des fioles de 10 ml, le volume est ajusté au trait de jauge avec de cyclohexane. L'absorbance est mesurée à 670 nm. Contre un tube témoin contenant le cyclohexane.

La formule suivante permet de calculer la teneur en chlorophylle dans nos échantillons

$$\text{Chl (ppm)} = A_{670} * 10^6 / 613 * 100 * I$$

Chl : Teneur en chlorophylles (ppm);

A : Absorbance à la longueur d'onde indiquée (670 nm);

I : Epaisseur de la cuve (1cm);

613 : coefficient spécifique de la phéophytine a comme standard.

La formule suivante permet de calculer la teneur en caroténoïdes dans nos échantillons

$$\text{Carot (ppm)} = A_{470} * 10^6 / 2000 * 100 * I$$

Carot : Teneur en caroténoïdes en ppm;

A : Absorbance à la longueur d'onde indiquée (470 nm);

I : Epaisseur de la cuve (1cm);

2000 : Coefficient spécifique de la lutéine comme standard.

III-1-5) Extraction et dosage des composés phénoliques totaux

III-1-5-1) Préparation de l'extrait méthanolique

Un gramme d'huile filtrée dissout dans 10ml d'hexane. Cette solution est introduite dans une colonne d'octadecyl C₁₈ préalablement activée avec 6 ml de méthanol et 10ml d'hexane, qui retient les composés phénoliques. Ces derniers sont récupérés en versant 2 fois 4ml du méthanol après lavage de la colonne avec 10ml d'hexane (**Favati et al.,1994**)

III-1-5-2) Dosage des composés phénoliques

L'estimation de la teneur en composés phénoliques a été réalisée selon la méthode utilisée par **Favati et al (1994)** avec quelques modifications.

Dans des fioles de 10ml, 1ml d'extrait méthanolique est mélangé avec 2,5ml d'eau distillée et 0,25ml de réactif de folin-ciocalteu. Après 3 min, 2ml de solution de carbonate de sodium (10%) sont ajoutés, ensuite le tout est ajusté à 10ml avec de l'eau distillée. Après 90 min d'incubation à l'obscurité, le mélange est filtré et l'absorbance est mesurée à 765 nm contre un tube témoin préparé dans les mêmes conditions.

La concentration en composés phénoliques totaux des échantillons est déterminée en µg d'équivalent d'acide gallique/g d'huile, en se référant à la courbe d'étalonnage préparée avec de l'acide gallique comme standard (**Annexe 1**)

III-1-5-3) Dosage des *ortho*-diphénols

La concentration en *ortho* diphénols des extraits méthanoliques de nos échantillons est déterminée suivant la méthode de **Bendini et al. (2003)**.

0,5ml d'extrait méthanolique est additionné de 5 ml de méthanol-eau (v/v), un volume de 4ml est prélevé à partir de ce mélange dans lequel on ajout 1ml de la solution de molybdate de sodium dishydraté (à 5% préparé dans l'éthanol- eau (V/V), le mélange est agité vigoureusement au vortex pendant 1mn, puis mis à l'obscurité pendant 15 min. L'absorbance est mesurée à 370 nm contre un témoin préparé dans les mêmes conditions.

Les concentrations des *ortho*-diphénols des échantillons sont déterminées en µg d'équivalent d'acide caféique/g d'huile à partir de la courbe d'étalonnage obtenue avec l'acide caféique comme standard (**Annexe 1**).

III-1-6) Indice d'amertume

L'indice d'amertume est évalué par extraction des composés amers de l'huile d'olive, suivant la méthode décrite par **Marello et al. (2004)** avec quelques modifications.

Un gramme d'huile filtrée est dissout dans 4 ml d'hexane puis introduit dans une colonne d'octadecyl C₁₈ (préalablement activée avec 6 ml de méthanol puis 10 ml d'hexane). La colonne est lavée avec 10ml d'hexane pour éliminer toutes traces de gras. La fraction polaire est éluée avec 25 ml du méthanol-eau (V/V). L'absorbance est mesurée à 225 nm contre un blanc qui est le méthanol-eau (V/V). Les résultats sont exprimés en termes d'absorbance.

IV) Etude de l'activité antioxydante

IV-1) Pouvoir réducteur

Le pouvoir réducteur consiste à évaluer l'activité antioxydante dont les antioxydants cèdent un électron, il a pour principe de réduire l'ion ferrique (Fe³⁺) en ion ferreux (Fe²⁺) en présence de ferricyanure de potassium comme agent chromogène et de l'acide trichloracétique. Alors on obtient une couleur verte qui est proportionnelle au pouvoir réducteur des extraits méthanoliques (**Gulçin et al., 2005**).

1 ml d'extrait méthanolique est mélangé avec 1 ml du tampon phosphate (0,2M, pH =6,6), puis on ajoute 1 ml de ferricyanure de potassium (K₃(FeCn₆) à 1%. Ensuite, on incube au bain marie à 50°C pendant 20 minutes. Après, on additionne 1ml de solution d'acide trichloracétique à 10%. Le mélange obtenu subi une centrifugation à 4600 tours/min pendant 10 minute, ensuite on prélève 1ml de surnageant dont on ajoute 1ml d'eau distillée plus 0,2ml de solution de trichlorure ferrique (FeCl₃) préparée à 0,1%. Après 10 minute d'incubation, l'absorbance est mesurée à 700 nm (**Conde et al., 2009**).

Le pouvoir réducteur des composés phénoliques de ces variétés, est déterminé en ce référant à la courbe d'étalonnage réalisée avec l'acide caféique (**Annexe1**)

IV-2) Activité scavenger du radical DPPH[•]

Lorsque un antioxydant réagi avec le radical DPPH[•], ce dernier est converti en DPPH. Alors on obtient une couleur jaune. L'effet antioxydant est évalué en observant une diminution de l'absorption à 515 nm (**Martysiak-Żurowska et Wenta, 2012**).

0,1ml d'extrait est mélangé à 2,9 ml de la solution du DPPH. Après 30 min d'incubation, l'absorbance est mesurée à 515 nm (**Keceli et Gordon, 2001**).

L'activité scavenger du radical DPPH[•] est estimée par l'équation suivante :

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

A_t : Absorbance du témoin;

A_e : Absorbance de la solution du DPPH contenant l'extrait.

V) Analyse statistique

Les résultats obtenus pour chaque échantillon représentent la moyenne de trois essais. Une étude statistique a été réalisée pour la comparaison de ces résultats et la mise en évidence des différences significative ou non entre les échantillons, et ce, pour chaque paramètre en appliquant une analyse de la variance (ANOVA) à l'aide d'un logiciel «JMP 7». Le seuil de signification des résultats est pris à la probabilité $p < 0,05$.

Résultats et Discussion

I) Analyses physiques

I-1) Analyse des olives

I-1-1) Indice de maturité

D'après les résultats obtenus pour l'indice de maturité, les trois variétés ayant le même degré de maturation (qui est estimé à 3). Ces variétés sont dominées par les olives à épiderme rougeâtres ou violet clair.

En effet, l'influence de degré de maturation sur la composition chimique de l'huile d'olive a été démontrée par la littérature. Dans ce sens, la maturation modifie certaines voies métaboliques impliquant un changement dans le profil de certains composés tels que les acides gras, les triglycérides, les polyphénols, les chlorophylles, les caroténoïdes, etc. Ces variations déterminent la qualité nutritionnelle, organoleptique et le degré de résistance de l'huile à l'oxydation (Longobardi *et al.*, 2012 ; Fuentes de Mendoza *et al.*, 2013).

I.1.2. Rendement par l'oléodoseur

L'estimation de ce paramètre a donné des résultats qui sont représentés dans la figure 5.

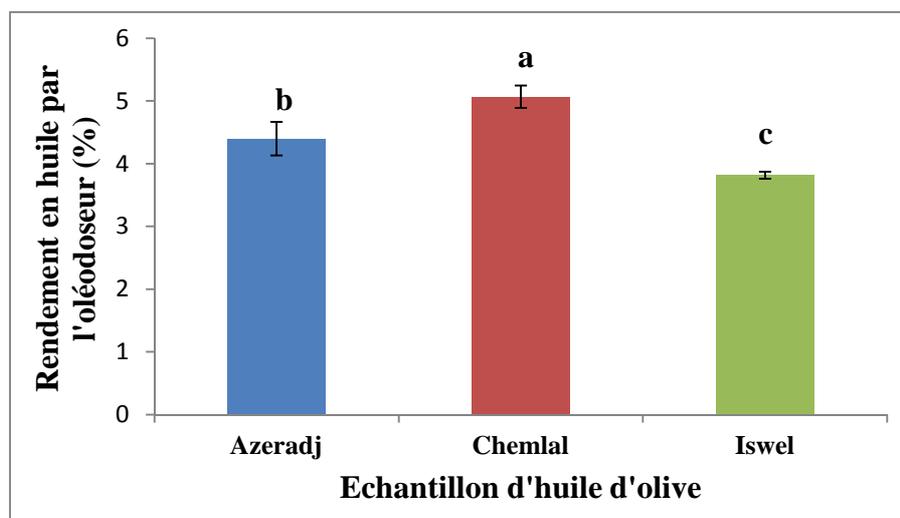


Figure5 : Rendement en huile par l'oléodoseur de différentes variétés d'olives étudiées.

* Les Barres verticales représentent les écarts-types*

D'après les résultats obtenus , il existe une différence significative entre les trois variétés ($p < 0,05$). On note pour *Chemlal* un rendement un peu plus élevé (5,5 l/kg) par rapport aux deux autres variétés.

Selon COI (2011), le pourcentage le plus élevé de perte en huile se trouvant dans les grignons et les margines et ce qui est dû à l'inefficacité de l'appareillage.

I.1.3. Taux d'humidité de la pâte :

La figure 6 représente les résultats du taux d'humidité de la pâte des trois variétés étudiées exprimées en pourcentage massique.

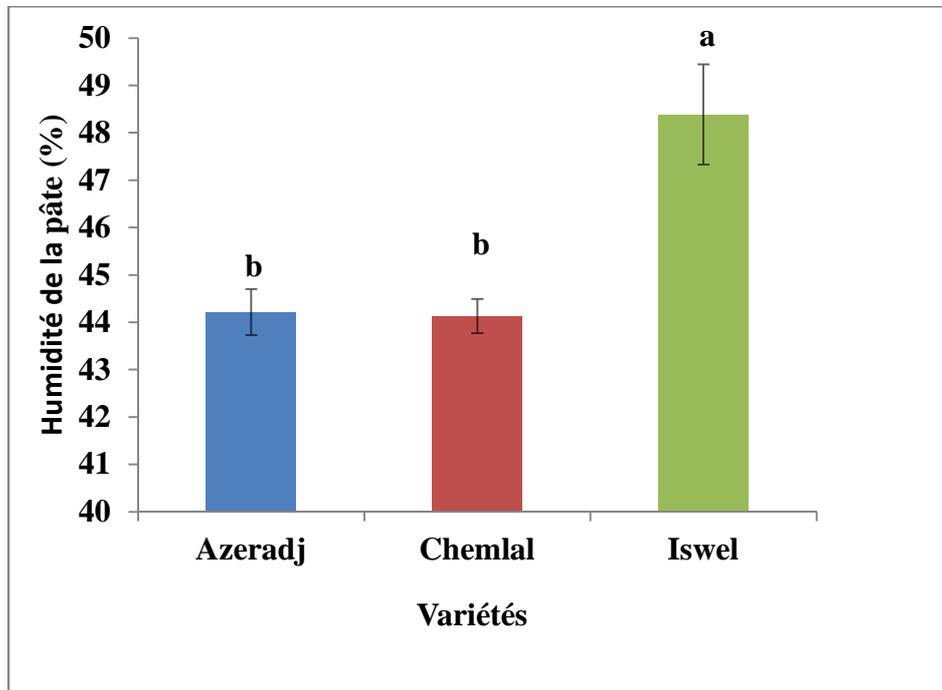


Figure6 : Taux d'humidité de la pâte des différentes variétés d'olives étudiée.

* Les Barres verticales représentent les écarts-types *

A partir des résultats de la figure 6 nous remarquons que la teneur en eau varie d'une variété à une autre, dont la valeur maximale est présentée par la variété *Iswel* (48,38%) suivi des deux variétés *Azeradj* et *Chemlal* (44,771% et 43,647%) respectivement. L'analyse statistique nous montre qu'il ya une différence significative entre les trois échantillons.

Les différences dans les taux d'humidité observée de nos olives peuvent être expliqués par le stade de maturité et par le cultivar, sachant que nos échantillons ont le même degré de maturité, ce qui est en accord avec les résultats obtenus par **Jiménez et al. (2013)** qui ont montré que le taux d'humidité dépend de stade de maturation et du cultivar ce qui influence négativement sur la quantité d'huile obtenue.

I.1.4. Extraction par Soxhlet

Les rendements d'extraction de l'huile à partir des trois variétés sont présentés dans la

Figure 7

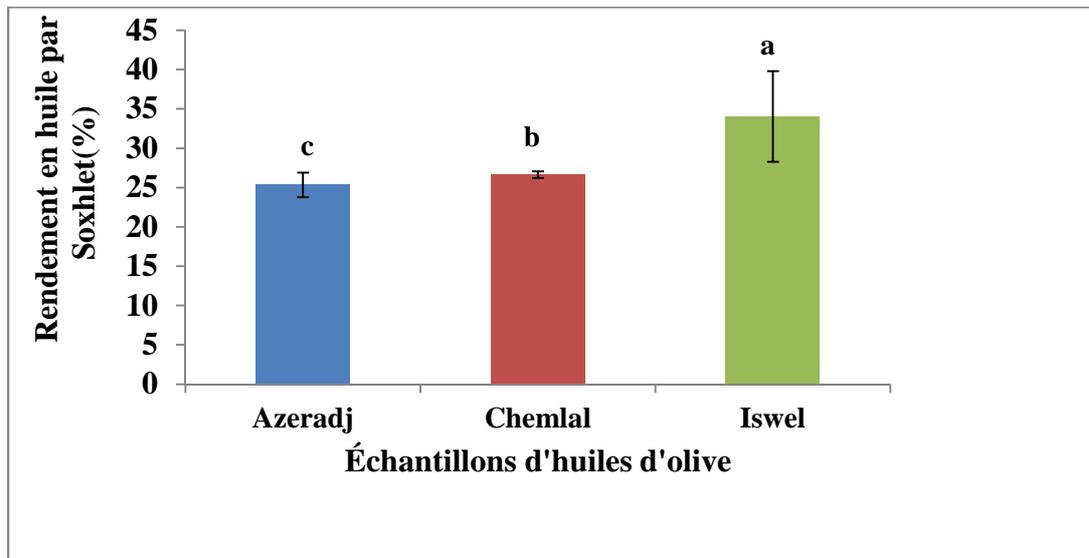


Figure7: Rendement en huile par Soxhlet de différentes variétés d'olives étudiées.

* Les Barres verticales représentent les écarts-types *

L'analyse statistique a montré des différences significatives entre les rendements d'extraction pour les trois variétés ($p < 0,05$). Le meilleur rendement (34,04 %) a été enregistré par la variété *Iswel*.

Les rendements trouvés, sont inférieurs à ceux obtenus par les variétés locales étudiées par **Bourzah (2013)** dont les teneurs varient entre 50 à 80%.

En effet, le rendement est influencé par plusieurs facteurs tels que, le procédé d'extraction, le climat, les conditions agricoles, le degré de maturation, etc. (**Fuentes de Mendoza et al., 2013**).

II. Analyses de l'huile

II.1. Indices de qualité

II.1.1. Acidité

La figure 8 présente les résultats de l'acidité (en % d'acide oléique).

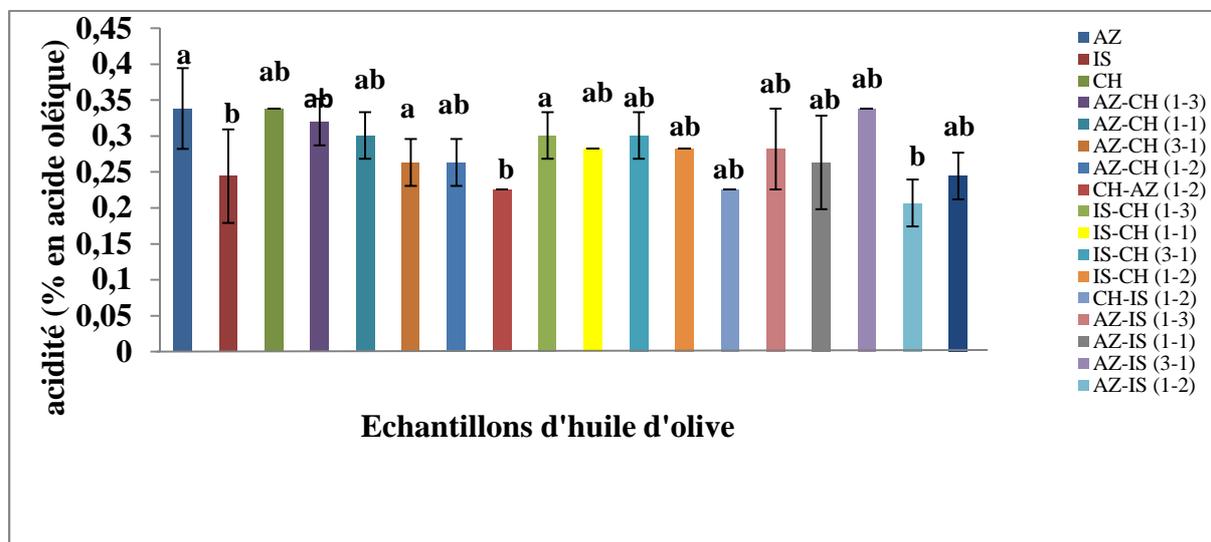


Figure 8: Acidité des variétés d'huiles d'olive et leurs mélanges.

*Dont AZ (*Azeradj*), CH (*Chemlal*), IS (*Iswel*)*

* Les Barres verticales représentent les écarts-types*

D'après les résultats, toutes les valeurs trouvées sont inférieurs à 0,8%, donc l'huile extraite est classé parmi les huiles d'olives vierges extra selon **COI (2010)**. Alors, on constate que l'huile n'a aucun effet d'altération hydrolytique. L'étude statistique montre qu'il n'y a pas de différence significative pour la plupart des échantillons ($p \geq 0,05$), sauf pour certains. On note une faible acidité pour *Iswel* (0,24%) par rapport aux deux autres variétés (*Azeradj* et *Chemlal*, 0,33 et 0,30) respectivement. Dans le cas des mélanges, on a trouvé qu'*Azeradj-Iswel* à (1/2) possède une acidité inférieure aux autres mélanges. Nous constatons également que l'acidité des mélanges se situe dans l'intervalle des variétés qui les forment.

Les résultats trouvés sont presque identiques à ceux trouvés par les variétés étudiées par **Aguillera et al. (2010)**. Par contre, ils diffèrent aux taux d'acidité révélés par les variétés marocaine étudiées par **Tanouti et al. (2011)**. D'après ces derniers, le non respect des bonnes pratiques de récolte et de fabrication provoque l'augmentation de l'acidité des échantillons. De même la maturation des olives peut entrainer des modifications du caractère physique et chimique du fruit conduit à l'augmentation du taux d'acidité dans l'huile (**Kammoun et al., 1999**) ; **Baccouri et al., 2007**).

II.1.2. Indice de peroxyde

Les résultats de ce paramètre exprimés en milliéquivalents d'oxygène actif contenu dans un kilogramme d'huile sont représentés dans la figure 9

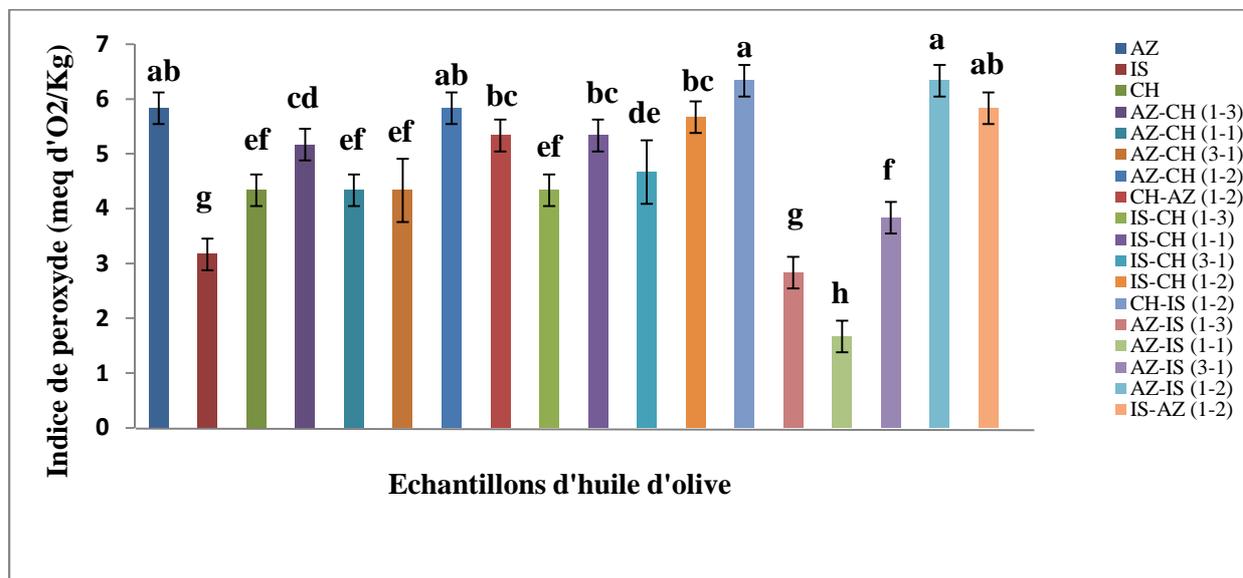


Figure 9 : Indice de peroxyde des variétés d'huile d'olive et leurs mélanges.

*Dont AZ (*Azeradj*), CH (*Chemlal*), IS (*Iswel*)*

* Les Barres verticales représentent les écarts-types*

Les valeurs de l'indice de peroxyde obtenues, nous montre que nos huiles peuvent être classées dans la catégorie des huiles vierges extra car elles sont hautement inférieures à 20 meq d'O₂/Kg, fixée par le **Codex Alimentarius(2003)**. D'après ces résultats, cela peut être expliqué par ; soit l'absence de peroxydes et d'hydroperoxydes, soit par la richesse de nos échantillons en antioxydants (les polyphénols, tocophérols, caroténoïdes, etc) (**Arslan et al., 2012**). L'analyse statistique a montré des différences significatives entre les échantillons étudiés ($p < 0,05$).

L'indice le plus élevé a été enregistré par *Azeradj* (5,83), et la faible valeur a été notée par *Iswel* (3,16). Dans le cas des mélanges, on note que *Chemlal-Iswel* (1-2) et *Azeradj-Iswel* (1-2) possèdent des indices supérieurs aux autres mélanges, par contre la faible valeur est notée par *Azeradj-Iswel* (1-1).

Cependant entre les variétés et mélanges, on note que presque tous les mélanges ont des indices qui se situent dans l'intervalle des variétés qui les forment sauf pour certains d'eux, *Chemlal-Iswel* (1-2); (2-1) ; (1-1), *Azeradj-Iswel* (1-2) ; (1-1) ; (1-3),

Par comparaison, nos résultats sont différents de ceux trouvés par **Boussekine et Ouazar (2010)** qui ont étudiés les variétés *Azeradj* et *Chemlal*. Par contre ils, sont proches de

ceux des variétés turques étudiées par **Arslan et al. (2012)** qui varient entre 2 et 6 méq d'O₂/kg.

Selon **Tanouti et al. (2011)**, l'indice de peroxyde de l'huile peut être influencé par la maturation et les conditions de stockage des olives ainsi que par les conditions d'extraction de l'huile. Ceci nous mène à dire que nos olives sont soumis dans des conditions adéquats.

II.1.3.- Coefficient d'absorption spécifique à l'ultra violet

Les résultats de l'absorption à l'UV pour nos échantillons à 232nm et à 270nm sont représentés dans les figures 10 et 11.

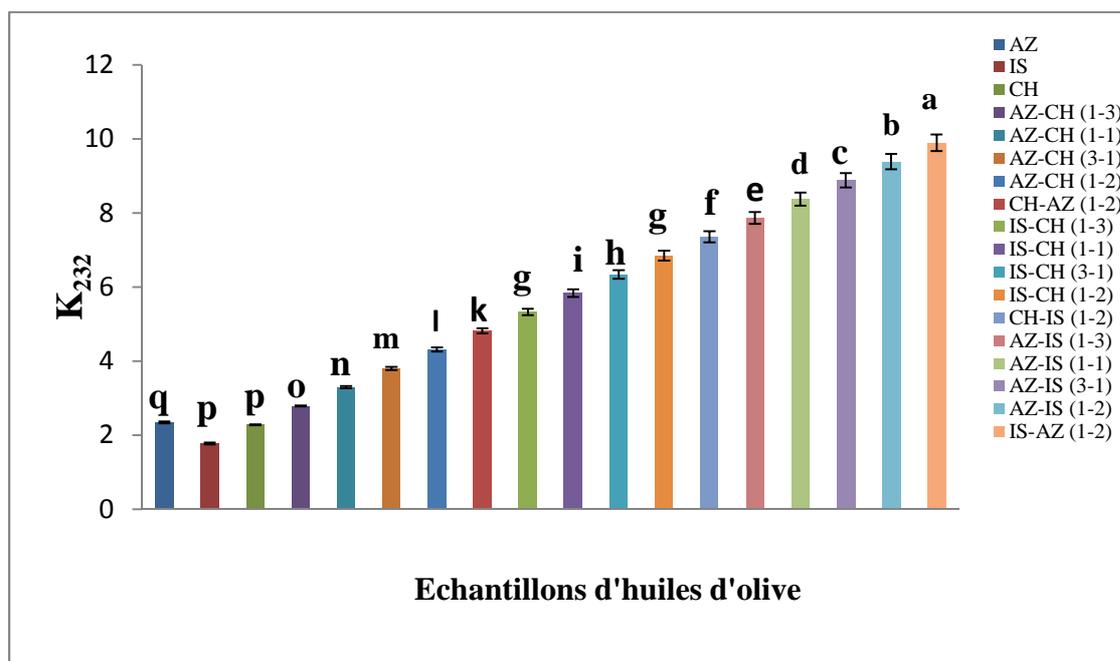


Figure10 : Coefficient d'absorption spécifique à 232nm des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées.

Dont AZ (Azeradj), CH (Chemlal), IS (Iswel)
Les Barres verticales représentent les écarts-types

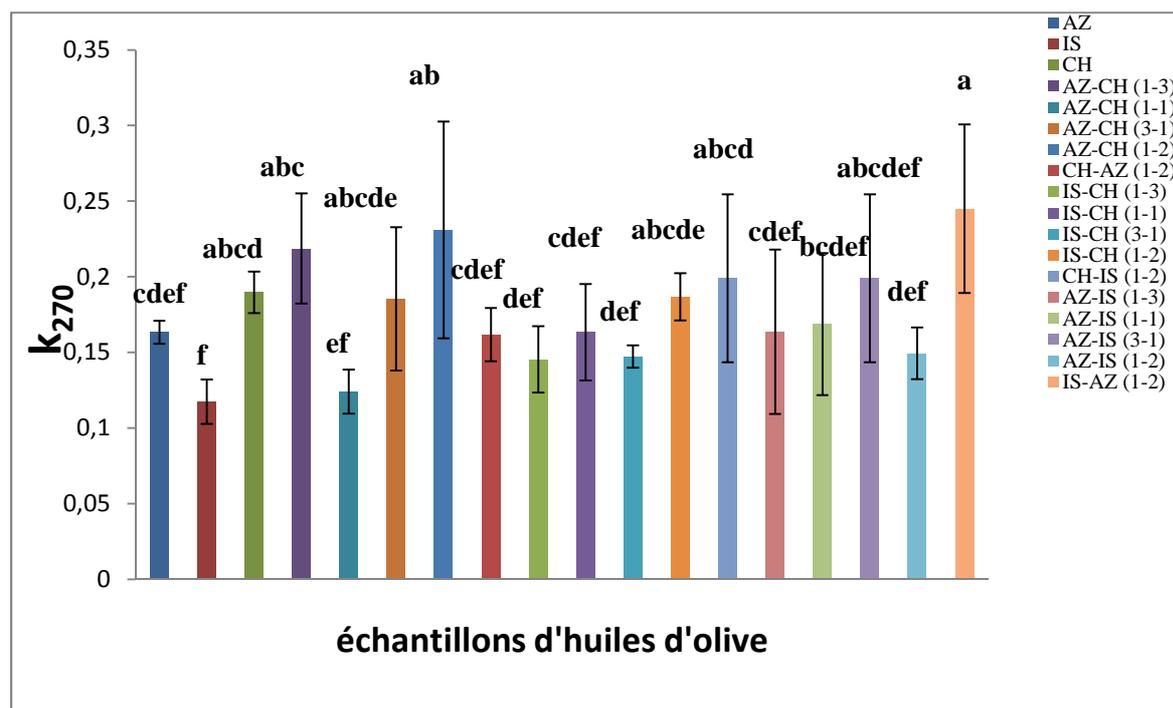


Figure 11: Coefficient d'absorption spécifique 270nm des différents échantillons d'huiles d'olive étudiés

Dont AZ (Azeradj), CH (Chemlal), IS (Iswel)

* Les Barres verticales représentent les écarts-types*

D'après les résultats obtenus dans les figures 10 et 11, les valeurs observées pour les échantillons d'huiles analysés révèlent une variation d'absorbance aux longueurs d'onde 232 nm et 270 nm. L'analyse de la variance a révélé des différences significatives entre les échantillons ($p < 0,05$). Les coefficients d'extinction spécifique dans l'UV à 232nm des trois variétés *Iswel*, *Azeradj* et *Chemlal* sont conformes à la norme établie par le codex alimentarius ($\leq 2,5$). Cependant sont supérieurs à cette limite pour la plupart des échantillons mélangés à partir de ces variétés.

Néanmoins, les valeurs de coefficient d'extinction à 270 nm sont inférieures aux normes ($\leq 0,22$) pour tous les échantillons sauf pour les mélanges *Azeradj-Chemlal* (1-2) et *Iswel-Azeradj* (1-2). En effet, le coefficient d'extinction à 232 nm augmente avec l'augmentation des rapports des mélanges, il varie entre 2,78 et 9,89 pour *Azeradj-Chemlal* (1-3) et *Iswel-Azeradj* (1-2) respectivement et varie de 1,77 et 2,34 pour les variétés qui les forment. A 270 nm le coefficient d'extinction est élevé pour la variété *Chemlal* suivie de la variété *azeradjl* ainsi que pour les mélanges obtenus à partir de ces deux variétés.

Nos résultats sont proches de ceux rapportés par **Mahdjoub et al. (2006)** qui ont travaillé sur les variétés d'origine tunisienne (*Chétoui*, *Neb Djmel* et *Jarboui*). D'après les

études menées par **Jiménez et al. (2013)** sur la maturation des olives, ils ont observé la diminution des absorbances à 270 nm pour les huiles obtenues des olives à une maturation avancée, mais ils n'ont pas observé une tendance claire en 232 nm.

II-1-4) Résultats de dosage des pigments

II-1-4-1) Chlorophylles

L'estimation des quantités de chlorophylles pour nos échantillons est illustrée dans la figure12 :

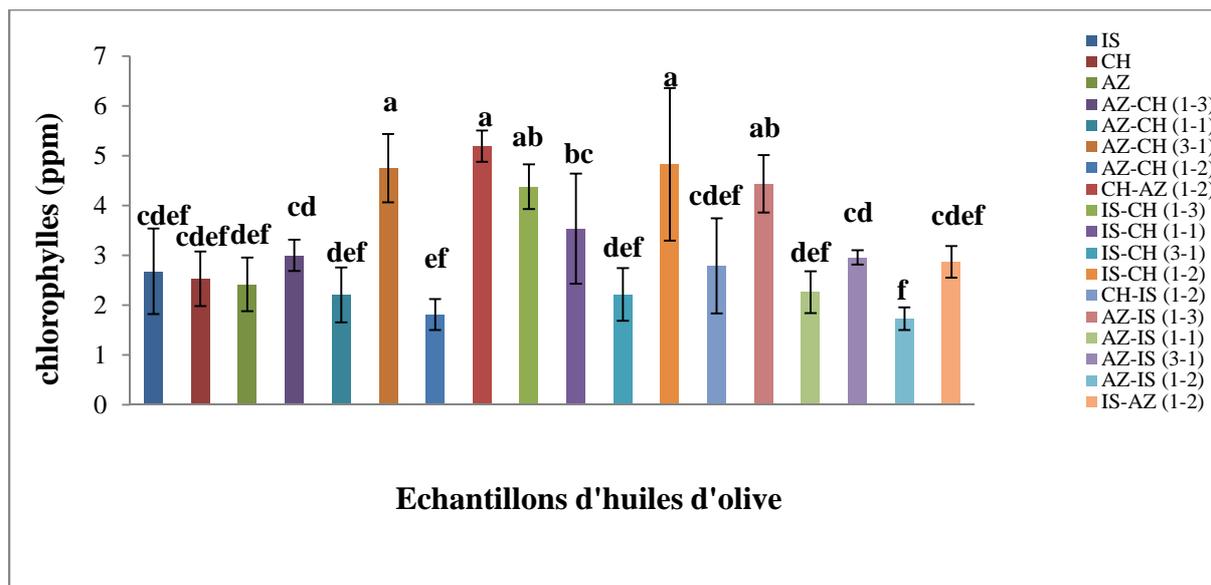


Figure12: Teneurs en chlorophylles des différents échantillons d'huiles d'olive étudiée

Dont AZ (Azeradj), CH (Chemlal), IS (Iswel)

* Les Barres verticales représentent les écarts-types*

En analysant les résultats de la figure 12, on remarque que la variété *Iswel* se distingue des autres variétés par une valeur élevée en chlorophylles (2,68 ppm) et la variété *Azeradj* présente une valeur minimale égale à 2,41 ppm. Les teneurs de chlorophylles pour les échantillons mélangés varient entre 1,72ppm pour l'échantillon *Azeradj-Iswel* (1-2) et 5,18 ppm pour le mélange *Chemlal-Azeradj* (1-2) Des différences significative sont enregistrées entre les échantillons ($p < 0,05$).

On remarque aussi que les coupages réalisés à partir de la variété *Iswel* possèdent des teneurs élevées en chlorophylles. Cependant, pour les autres mélanges les teneurs augmentent avec l'augmentation des taux de proportions des coupages réalisés entre les variétés concernées.

D'après l'étude réalisée par **Karabagias *et al.* (2013.)**, les différences dans les teneurs en chlorophylles de l'huile d'olive peuvent dépendre du cultivar, du degré de maturité de fruit, du processus d'extraction et des conditions de stockage de produit.

II-1-4.2. Caroténoïdes

Les résultats de dosage des caroténoïdes des différents échantillons sont représentés dans la figure 13 :

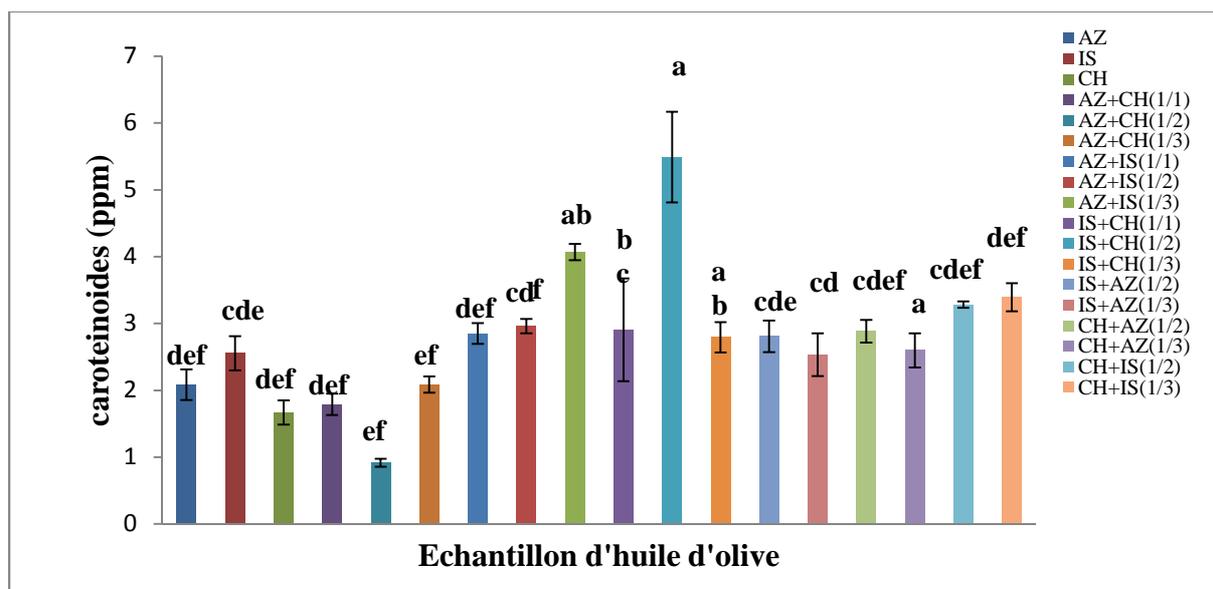


Figure13 : teneurs en caroténoïdes des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées.

Dont AZ (Azeradj), CH (Chemlal), IS (Iswel)

* Les Barres verticales représentent les écarts-types*

Les résultats de la figure 13 montrent une variabilité des teneurs en caroténoïdes qui va de 1,67 ppm présenté par la variété *Chemlal* jusqu'à 2,09 ppm présenté par la variété *Iswel* et de 0,91ppm pour le coupage entre *Azeradj- Chemlal* (1-2) et de 5,488 ppm pour le coupage entre *Iswel-Chemlal* (1-2). L'analyse de la variance a révélé des différences significatives entre les échantillons étudiés ($p \leq 0,05$).

Les coupages réalisés à partir de la variété *Iswel* possèdent des teneurs élevées en caroténoïdes, cependant pour les autres mélanges, les teneurs en ces pigments sont dans l'intervalle des deux variétés qui les forment.

L'étude menée par **Guiffrida *et al.* (2006)** sur la composition en pigments de l'huile d'olive de différentes variétés, a montré des différences quantitatives entre ces échantillons qui ont été expliqué par les différences de stade de maturation des olives. De plus d'après

Musquera et Guerrero (1995), la teneur en ces pigments diminue graduellement et tend à disparaître avec l'évolution de la maturation.

II-1-5). Composés phénoliques

Les teneurs en polyphénols totaux des extraits méthanoliques des huiles d'olives analysées exprimée en microgramme EAG/g sont représentées dans la figure 14.

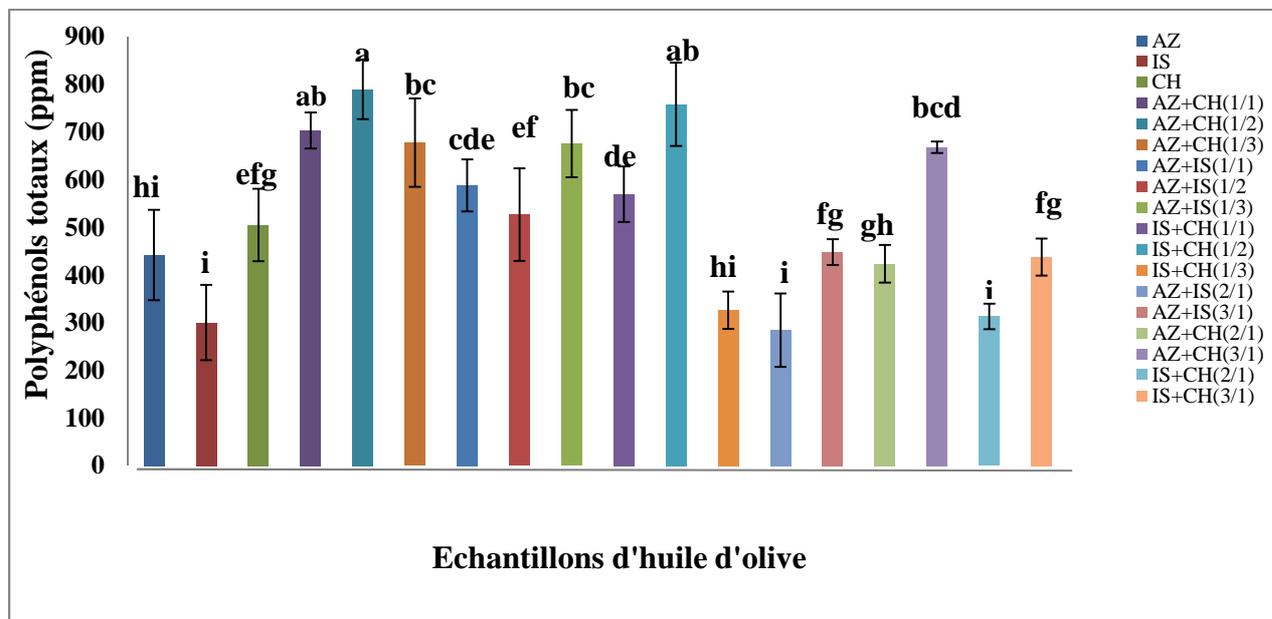


Figure 14: Teneurs en polyphénols des différents échantillons d'huiles d'olive étudiés.

Dont AZ (Azeradj), CH (Chemlal), IS (Iswel)

* Les Barres verticales représentent les écarts-types*

D'après ces résultats de la figure 15, la variété *Chemlal* et *Azeradj* possèdent des teneurs élevées en polyphénols (523,74 ppm ; 461,40 ppm) par rapport à la variété *Iswel* (321,03 ppm). Pour les mélanges, on estime que les échantillons *Azeradj- Chemlal* (1-2) et *Iswel- Chemlal* (1-2) présentent des quantités élevées (805,76 ppm ; 774,80 ppm) respectivement. Cependant la plus faible teneur est donnée par *Azeradj-Iswel* (2-1) (304,91 ppm).

. Les différences de la plupart de nos échantillons sont significatives ($p < 0,05$).

On note aussi que certains mélanges, *Iswel- Chemlal* (2-1);(3-1); (1-3), *Azeradj- Chemlal* (2-1), *Azeradj-Iswel* (3-1) possèdent des teneurs qui situent dans l'intervalle des variétés qui les forment. Par contre on a trouvé que d'autres ont des teneurs qui dépassent cet intervalle.

Par comparaison, nos résultats sont différents de ceux trouvés par **Laddomada et al.** (2013), qui ont étudié les variétés italiennes. On note également que les teneurs en polyphénols sont presque identiques à celles des variétés marocaines étudiées par **Tanouti et**

al. (2011). Comme elle sont proches de celles trouvées par les variétés Tunisiennes étudiées par Baccouri *et al.* (2006).

Selon Baccouri *et al.* (2006), la teneur des composés phénoliques varie en fonction du cultivar considéré. Comme elle dépend de degré de maturité des olives, de la zone géographique (l'altitude) (Tanouti *et al.*, 2011).

II-1-6) Ortho-diphénols

Les teneurs en ortho-diphénols exprimées en ppm d'acide caféique sont représentées dans la figure15:

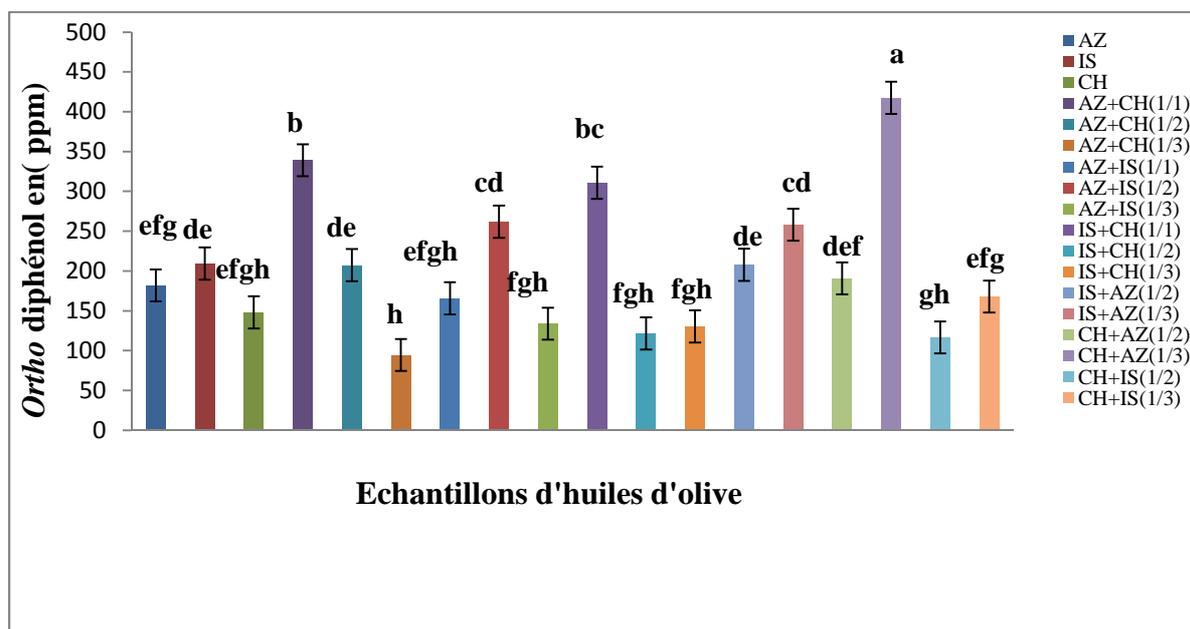


Figure15 : La teneur en *ortho*-diphénols des différents échantillons d'huile d'olive étudiées

Dont AZ (Azeradj), CH (Chemlal), IS (Iswel)

* Les Barres verticales représentent les écarts-types*

De nos résultats (figure 15), il ressort que la variété *Chemlal* enregistre une valeur minimale (148,08 ppm) et la variété *Iswel* présente la valeur maximale (209,38 ppm) en *ortho*-diphénol. Cependant pour les mélanges, les valeurs vont de 94,52 ppm pour *Azeradj-Chemlal* (1-3) jusqu'à 417,32 ppm pour *Chemlal-Azeradj* (1-3). Les différences significatives ($p \leq 0,05$) sont révélées pour la plupart des échantillons.

Les coupages *Azeradj-Chemlal*, *Iswel-Chemlal* (1-1) et *Chemlal-Azeradj* (1-3) présentent des teneurs élevées en *ortho*-diphénols par rapport aux autres échantillons qui sont dans l'intervalle des variétés qui les composent.

Par comparaison nos résultats sont supérieurs à ceux obtenus par les variétés italiennes, étudiées par **Laddomada et al. (2013)**.

I-1-7) Indice d'amertume

La figure 16 représente les résultats de l'indice d'amertume des différents échantillons d'huile d'olive.

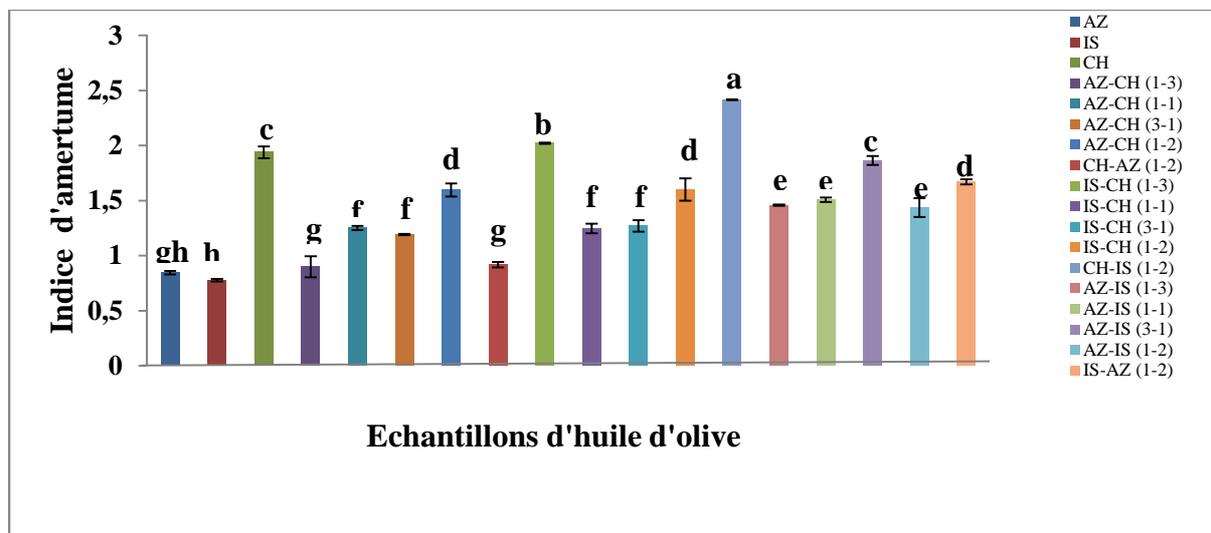


Figure16: indice d'amertume des différents échantillons d'huiles d'olive étudiés.

*Dont AZ (*Azeradj*), CH (*Chemlal*), IS (*Iswel*)*

* Les Barres verticales représentent les écarts-types*

L'indice d'amertume des échantillons d'huiles étudiés, sont significativement différents ($p < 0,05$). Nous constatons que la variété *Chemlal* possède une intensité plus élevée (1,93) par rapport aux variétés *Azeradj* et *Iswel* dont leurs intensités sont de 0,84 et 0,77 respectivement. Dans le cas des mélanges, on a trouvé que *Iswel-Chemlal* (1-2) possède un indice très élevé, suivi des échantillons *Iswel-Chemlal* (1-3) et *Azeradj-Iswel* (3-1) (2,41, 2,02 et 1,19 respectivement). Néanmoins, pour d'autres échantillons ces valeurs sont situées dans l'intervalle des variétés qui les forment pour le cas de *Azeradj-Chemlal* (1-3); (1-1); (3-1); (1-2) et (2-1) et pour *Iswel-Chemlal* (1-1); (1-3) et (1-2).

Les intensités d'amertumes obtenues pour nos échantillons sont supérieures à celles obtenues pour les variétés locales étudiées par **Bourzah (2013)** qui varient entre 0,07 et 0,6. Par contre, elles sont presque identiques à celles de certaines variétés italiennes utilisées par **Favati et al. (2013)** situées entre 0,7 et 4, cet indice peut être influencé par plusieurs facteurs, les conditions climatiques, la maturation et le stockage des olives, ainsi que le traitement technologique de l'huile **Favati et al. (2013)**. Selon **Koprivnjak et al. (2009)** et **Boskou**

(2010), ce paramètre indique la quantité des composés responsables de l'amer de l'huile tels que les polyphénols, les *ortho*-diphénols, etc.

II-2) Détermination de l'activité antioxydante

II-2-1) Activité scavenger du radical DPPH

Les résultats de l'activité antiradicalaire des extraits phénoliques, exprimés en pourcentage d'inhibition du radical DPPH sont représentés dans la figure 17.

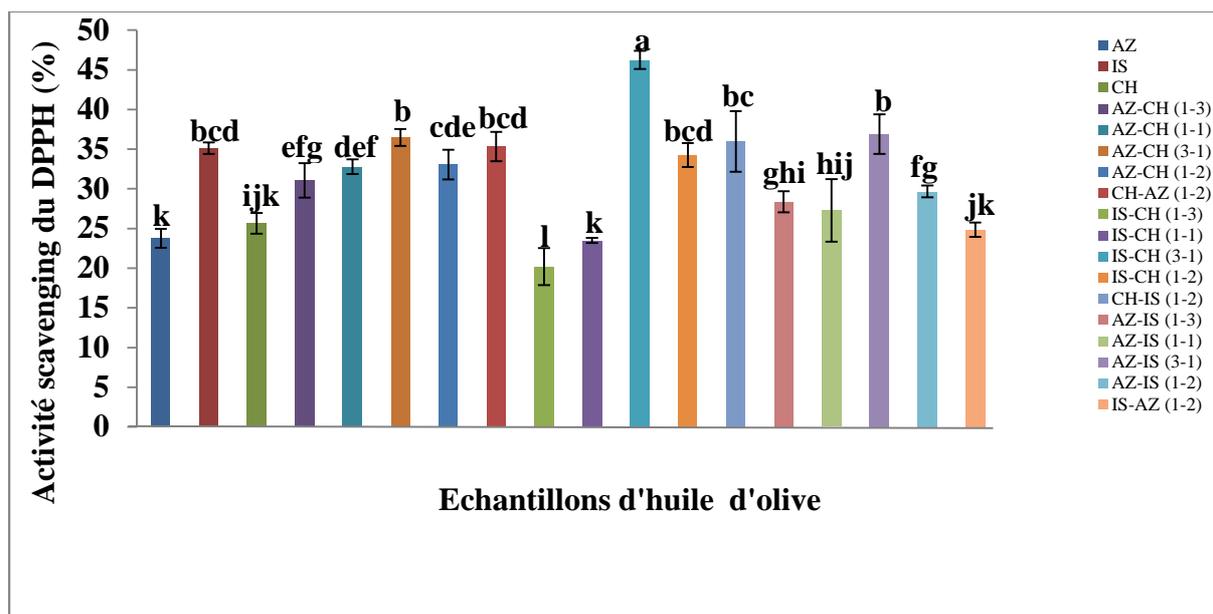


Figure 17 : activité scavenger de radical DPPH des extraits phénoliques des échantillons d'huiles d'olive étudiés.

Dont (Azeradj), CH (Chemlal), IS (Iswel)

* Les Barres verticales représentent les écarts-types*

La figure 17 nous montre que l'activité scavenger du DPPH des échantillons ont une différence significative ($p < 0,05$). On note que la variété *Iswel* possède une activité élevée (35,11%), suivi de l'échantillon *Chemlal* (25,66%), puis *Azeradj* (23,77%). Alors que parmi les mélanges, on constate que *Iswel-Chemlal* (3-1) possède une activité plus grande (46,24%) et une faible activité est attribuée à l'échantillon *Iswel-Chemlal* (1-3) (20,20%).

Selon **Nakbi et al. (2010)**, les échantillons qui contiennent des teneurs importantes en composés phénoliques, se sont ceux qui possèdent une grande capacité de piéger le radical DPPH. Par contre, nous trouvons que certains échantillons ont une grande activité scavenger malgré leur faible teneur en composés phénoliques, cela est peut être dû à la qualité de ces composés ainsi que la présence d'autres antioxydants comme les tocophérols, les pigments, etc.

II-2-2) Le pouvoir réducteur

Les résultats du pouvoir réducteur exprimés en microgramme d'équivalent d'acide caféique/ g d'huile sont représentés dans la figure 18.

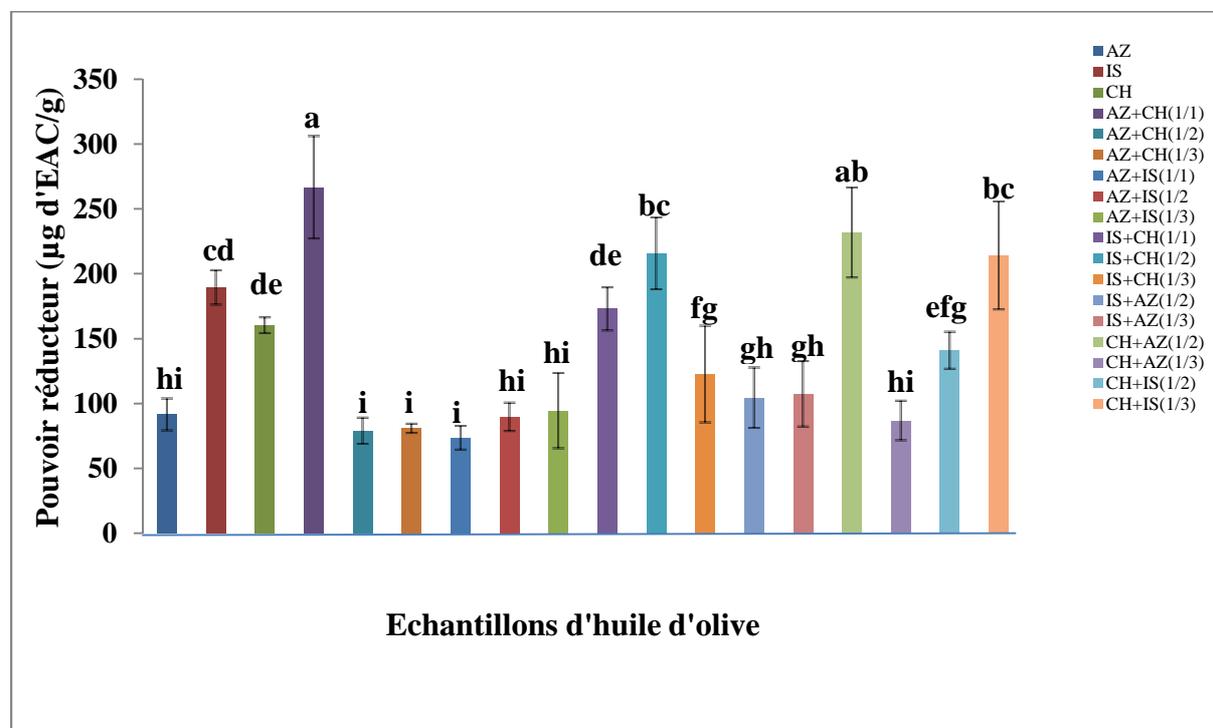


Figure18 : Pouvoir réducteur des extraits phénoliques des différents échantillons d'huiles d'olive étudiés.

*Dont AZ (*Azeradj*), CH (*Chemlal*), IS (*Iswel*)*

* Les Barres verticales représentent les écarts types*

D'après les résultats de la figure 18, il existe des différences significatives pour la majorité des échantillons d'huile étudiés ($p < 0,05$) sauf pour certains. On note que la meilleure activité réductrice est attribuée à la variété *Iswel* (189,43 µg d'EAC/g) suivi de *Chemlal* (160,31 µg d'EAC/g), ensuite de la variété *Azeradj* (91,63 µg d'EAC/g). Alors que dans le cas des mélanges, on trouve que les mélanges *Azeradj-Chemlal* (1-1) et (2-1) et *Iswel-Chemlal* (1-2) ; (1-1) et (1-3) exercent une meilleure activité réductrice. Par contre, le faible pouvoir a été enregistré par *Azeradj-Iswel* (73,59 µg d'EAC/g). D'après les résultats nous pouvons dire que les échantillons qui sont riche en polyphénols, c'est ceux qui donnent un bon pouvoir réducteur (**Rubio-Senent, 2013**).

Conclusion

Sous l'optique des résultats obtenus dans la présente étude, nous avons fait les constatations suivantes :

Les deux variétés *Iswel* et *Chemlal* présentent des meilleurs rendements par rapport à la variété *Azeradj* ce qui nous mène à dire que le taux de rendement est très dépendant de cultivar et non pas de la taille du fruit.

Les résultats obtenus pour la détermination des différents critères de qualités : acidité, indice de peroxyde et extinction à l'UV, sont conformes aux normes établies par le COI (2010), ce qui nous a permis de classer nos huiles dans la catégorie des huiles d'olives extra vierge. En effet, La variété *Iswel* enregistre des faibles valeurs en ces indices par rapport aux deux autres variétés.

Concernant la détermination des caroténoïdes et des chlorophylles; la variété *Iswel* et les mélanges qu'elle forme sont plus riches en ces deux pigments par rapport aux variétés *Chemlal* et *Azeradj* avec les coupages qu'elles forment. D'après la bibliographie, les caroténoïdes jouent un rôle antioxydant plus efficace en synergie avec les polyphénols.

Les résultats obtenus pour le dosage des polyphénols ont montré que les variétés *Chemlal* et *Azeradj* ainsi que les mélanges qu'elles constituent sont plus riches en ces composés, ce qui leur confèrent une grande résistance et stabilité contre les phénomènes d'oxydation et d'hydrolyse des lipides.

En perspectives, grâce à sa teneur élevée en antioxydants naturels, l'huile issue de la variété *Iswel* est plus recommandée pour des nouvelles plantations et aussi pour des procédés de coupage avec d'autres variétés afin d'améliorer la composition de ces dernières.

Nous souhaitons également compléter ce travail par d'autres analyses plus performantes telles que, dosage des stérols, des composés volatils, des tocophérols, détermination du profil des acides gras, évaluation de la stabilité oxydative, etc.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

« A »

Abaza L., Mongi M., Douja D. et Zarrouk M. 2002. Caractérisation des huiles de sept variétés d'oliviers tunisiennes, O.C.L., 2(9) : 174-179.

AFNOR (Association Française de Normalisation),**1984.** Corps gras –graines oléagineuses-produits dérivés, 4^{ème} édition, Paris, P 459.

Aguilera M. P., Beltran G., Sanchez-Villasclaras S., Uceda M. et Jimenez A. 2010. Kneading olive paste from unripe 'Picual' fruits: I. Effect on oil process yield. Journal of Food Engineering 97(4): 533-538.

Aparicio R. et Harwood J. 2013. Handbook of olive oil, Analysis and Properties. Second edition. Springer Science. P 1-769.

Aparicio-Ruiz, R., Mínguez-Mosquera M. I., et Gandul-Rojas B. 2011. Thermal degradation kinetics of lutein, β -carotene and β -cryptoxanthin in virgin olive oils. Journal of Food Composition and Analysis 24: 811-820.

Amcha A. 2012. Détermination des antioxydants des huiles d'olives (N.W Algérie). Thèse de magister. Université Aboubekr Belkaid de Tlemcen. pp. 1-78.

Ait Yacine Z., Hillali S. et Serhrouchni M.2002. Evolution de la composition acide de l'huile d'olive à différents stades de la maturité des olives.cas de périmètre du Tadla-Maroc.Olivae, 94 :51-53.

Argenson C., Régis S., Jourdain J.M. et Vaysse P.1999. L'espèce Olivier, l'olivier. Ed « Ctifl », pp.18.

Arslan D. et Schreiner M. 2012. Chemical characteristics and antioxidant activity of olive oils from Turkish varieties grown in Hatay province. Scientia Horticulturae 144 :141–152.

Artaud M. 2008. L'olivier ,sa contribution dans la prévention et le traitement du syndrome métabolique. pp. 1-30.

« B »

Baccouri B., Ben Temime S., Campeol E., Lurgi Cioni P., Daoud D. et Zarrouk Z. 2007. Application of solide phase microextraction to the analysis of volatile compounds en virgine olive oils from five new cultivars. Food Chemistry, 102: 850-856.

Références bibliographiques

Benlemlih M. et Ghanam J. 2012. Polyphenols d'huile d'olive, trésors et santé. Marco pietteur. PP 5-113.

Bendini A., Cerritero L., Carrasco-Pancorbo A., Gomez-Caravaca A., Segura-Carretero A., Fernandez-Gutierrez A. et Lercker G. 2007. Phenolic molecules in virgin olive oil: a sensory properties, health effects, antioxidant activity and analytical methods. An overview of the last decade. *Molecules*. (12) : 1679-1719.

Ben Tekaya I. et Hassouna M. 2007. Effet des chlorophylles, de la beta-carotène, de l'alphatocophérol, du tyrosol et de leurs interactions sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive Tunisienne. *OCL*. 14, (1) : 60-67.

Boskou, D. 2010. Olive Oil Minor Constituents and Health. Taylor & Francis. pp 1-219.

Boussekine Z. et Ouazar Z. 2010. Evaluation physico-chimique de quelques variétés d'huile d'olive locales. Mémoire de D.E.S. Université Abderrahmane Mira de Bejaia. pp.1-47.

Baccouri B., Baccouri O., Zarrouk W., Bentemime S, Taamalli W., Daoud D. et Zarrouk M. 2006. Evaluation de la composition des huiles de quelques oléastres sélectionnés: les antioxydants naturels. Laboratoire Caractérisation et Qualité de l'Huile d'Olive. BP 901. pp 244-249.

Boskou D., Blekas G. et Tsimidou M. 2006. Olive oil composition. Olive oil, chemistry and technology (2ème édition). American oil chemists society.USA. pp 41-72.

Bourzah C. 2013. Evaluation physico-chimique des mélanges de trois variétés d'huile d'olive locales. Mémoire de fin de cycle. Université Abderrahmane Mira de Bejaia. pp. 1-38.

Bursal E., et Gülçin I. 2011. Polyphenol contents and in vitro antioxidant activities of lyophilised aqueous extract of kiwifruit (*Actinidia deliciosa*). *Food Research International*, 44 : 1482–1489.

Bouhadjra K. 2011. Etude de l'effet des antioxydants naturels et de synthèse sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge. Thèse magister. Université Mouloud Mammeri, TIZI-OUZOU. pp. 2-94.

Bhuiyan M.A.R., Hoque S. et Hossain J. 2009. Free Radical Scavenging Activities of *Zizyphus mauritiana*. *World Journal of Agricultural Sciences* 5 (3): 318-322.

Références bibliographiques

Burton G. W. et Ingold K. U.1986. Vitamin E: Application of the principles of physical organic Chemistry to the exploration of its structure and function. Accounts of Chemical Research. 19 pp 194-201.

« C »

Carralafuente E. L. 2003. Les benefaits de l'huile d'olive. Diabète et société, Volume 48. N°4.

Cañabate-Díaz B., Segura Carretero A., Fernandez-Gutierrez A., Belmonte Vega A., Garrido Frenich A., Martinez Vidal J.L. et Duran Martos J. 2007. Separation and determination of sterols in olive oil by HPLC-MS. Food Chemistry, 102: 593-598.

Chimi H. 2006. Technologie d'extraction de l'huile d'olive et gestion de sa qualité. Transfert de Technologie en Agriculture, 141.

Cavusoglu A. et Otkar A.1994.les effets des facteurs agronomiques et des conditions de stockage avant la mouture sur la qualité de l'huile d'olive. *Olivae*, 52:18-24.

Chimi H .2001. Qualité des huiles d'olives au Maroc. *Transfert de Technologie en Agriculture*, 79 : 1-4.

Chimi .H.2001.Technologies d'extraction de l'huile d'olive et gestion de sa qualité.Transfert de Technologie en Agréiculture, 141 :3- 4.

Cheyrier V., Sarni-Manchado P., et Quideau S. 2012. Recent Advances in Polyphenol Research, Wiley.pp. 1-365.

Calvignac B. 2009. Mise au point de méthodes de caractérisation de binaires en milieu CO₂ supercritique et modélisation des propriétés physiques et thermodynamiques mesurées. Thèse de doctorat. Ecole nationale supérieure des mines de Paris. pp. 1-291.

Codex standard .2003. Olive oils and olive pomace oils. Codex stan 33-1981. pp. 1-9.

C.O.I. 2003. Trad Standard Applying to olive oils and olive-pomace oils.COI/T.15/NC No.3. 25 June 2003.

C.O.I. 2010. Norme commerciale applicable aux huile d'olive et aux huiles de grignon d'olive.

Références bibliographiques

C.O.I. 2011. Guide pour la détermination des caractéristiques des olives à huile. COI/OH/Doc. N°1.

Conde E., Cara C., Moure A., Ruiz E., Castro E. et Dominguez H. 2009. Antioxidant activity of the phenolic compounds released by hydrothermal treatments of olive tree pruning. Food Chem. (114): 806-812.

« D »

Dhifi W., Maalaoui B., Zitoun B. et Marzouk B. 2006. Etude qualitative et quantitative des arômes et des polyphénols de quelques huiles d'olive de Tunisie. Olivae, 105 :36-40.

« E »

EL Hajjouji H. 2007. Evolution des caractéristiques physico-chimiques, spectroscopiques et écotoxicologiques des effluents d'huileries d'olive au cours de traitements biologique et chimique. Thèse de doctorat. Institut national polytechnique de Toulouse. N°2548, pp. 1-148.

« F »

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

Favati F., Condelli N., Galgano F. et Caruso M. C. 2013. Extra virgin olive oil bitterness evaluation by sensory and chemical analyses. Food Chemistry 139(1-4): 949-954.

Futé, P., Auzias D. et Labourdette JP. 2012. Guide de l'Amateur de l'Huile d'Olive (avec cartes, photos + avis des lecteurs). Petit Futé, pp 6 -158.

Fuentes de Mendoza M., De Miguel Gordillo C., Marín Expósito J., Sánchez Casas J., Martínez Cano M., Martín Vertedor D., and Franco Baltasar M.N., 2013. Chemical composition of virgin olive oils according to the ripening in olives. Food Chemistry 141, 2575-2581.

Franceschi S., Favero A., Decarli A., Negri E., La Vecchia C., Ferraroni M., Russo A., Salvini S., Amadori D. et Conti E. 1996. Intake of macronutrients and risk of breast cancer. Lancet. 347 (9012) pp 1351-1356.

Références bibliographiques

« G »

- García, M. J. L. 2012.** Characterization and Authentication of Olive and Other Vegetable Oils: New Analytical Methods, Springer.
- Gulcin I., Bursal E., Sehitoglu H., Bilsel M. et Goren A.C. 2010.** Polyphenol contents and antioxidant activity of lyophilized aqueous extract of propolis from Erzurum, Turkey. Food and Chemical Toxicology, 48: 2227–2238.
- Gigon F. et Le Jeune R. 2010.** Huile d'olive, *Olea europaea* L. Phytothérapie 8 : 129-135.
- Gardès-Albert M., Bonnefont-Rousselot D., Abedinzadeh Z. et Jore D. 2003.** Espèces réactives de l'oxygène, comment l'oxygène peut-il devenir toxique ? . Mécanismes biochimiques. pp. 91-96.
- Gutierrez F., Jimenez B., Ruiz A. et Albi M. A.1999.** Effect of olive ripeness on the oxidative stability of virgin olive oil extracted from the varieties pictual and hojiblanca and on the different components involved. Journal of Agricultural and Food Chemistry. 47 (1) pp. 121-127.
- Gulcin I., Berashvili D., et Gepdiremen A. 2005.** Antiradical and antioxidant activity of total anthocyanins from *Perilla pankinensis* decne. Journal of Ethnopharmacology 101 : 287–293.

« H »

- Hassouna, V. 2010.** Virgin Olive Oil, Books on Demand, pp 9-94.

« I »

- Ingless P., Barone E. et Gullo G. 1996.** The effet of complementary irrigation on growth ripening pattern and oil characteristics of olive (*Olea europaea* L.) cv. *carolea* .Journal of Horicultural Science, 71: 257-263

« J »

- Jiménez B., Sanchez-Ortiz A., Lorenzo M.L. et Rivas R.2013.** Influence of fruit ripening on agronomic parameters, quality indices, sensory attributes and phenolic compounds of Picudo olive oils . Food chemistry, 54:1860-1867.

Références bibliographiques

« K »

Kammoun N.G., Khlif M., Ayadi M., Rekik H., Rekik B., et Hamdi M.T. 1999. Evolution des caractéristiques chimiques de l'huile au cours de la maturation des olives. *Revue Ezzaitouna* 5 (1 et 2). pp. 30-47.

Kouame. A.E.F. (2004). Etude de la migration des antioxydants phénoliques dans les boissons en sachet (Abidjan- cote d'ivoir). Thèse de doctorat en pharmacie. N°26 Université Cheikh antadiop de Dakar.

Keceli T. et Gordon M. H. 2001. The antioxidant activity and stability of the phenolic fraction of green olives and extra virgin olive oil. *J. Sci Food Agri* (81): 21-32.

Karabagias I., Michos Ch., Badeka A., Kontakos S., Stratis L. et Kontominas M.G. 2013. Classification of Western Greek virgin olive oils according to geographical origin based on chromatographic, spectroscopic, conventional and chemometric analyses. *Food Chemistry*, 54:1950-1958.

Koprivnjak O., Skevin D., Petricevic S., Brkic Bubola K., et Mokrovcak Z. 2009. Bitterness, odor properties and volatile compounds of virgin olive oil with phospholipids addition. *LWT - Food Science and Technology* 42(1): 50-55.

« L »

Laddomada B., Colella G., Tufariello M., Durante M., Angiuli M., Salvetti G. et Mita G. 2013. Application of a simplified calorimetric assay for the evaluation of extra virgin olive oil quality. *Food Research International* 54 : 2062–2068.

Lamy S., Ouanouki A., Béliveau R. et Desrosiers R.R. 2014. Olive oil compounds inhibit vascular endothelial growth factor receptor-2 phosphorylation. *Experimental Cell Research* 322(1): 89-98.

Longobardi F., Ventrella A., Casiello G., Sacco D., Tasioula-Margari M., Kiritsakis A.K. et Kontominas M.G. 2012. Characterisation of the geographical origin of Western Greek virgin olive oils based on instrumental and multivariate statistical analysis. *Food Chemistry* 133, 169–175.

Références bibliographiques

- Longobardi F., Ventrella A., Casiello G., Sacco D., Catucci L., Agostiano A. et Kontominas M.G. 2012.** Instrumental and multivariate statistical analyses for the characterization of the geographical origin of Apulian virgin olive oils. *Food Chemistry* 133 : 579–584.
- Levent I.A. 2011.** Chlorophyll: Structural Properties, Health Benefits and Its Occurrence in Virgin Olive Oils. *Akademik Gıda*, 9 : 26-32.
- Lukić, M., Lukić I., Krapac M., Sladonja B., et Pilizota V. 2013.** Sterols and triterpene diols in olive oil as indicators of variety and degree of ripening. *Food Chemistry*, 136 : 251-258.
- Léger C. L. 2003.** L'huile d'olive, Sa place dans l'alimentation humaine. In: *Lipides et Corps gras alimentaire*. Ed. Tec et Doc, Paris.
- « M »**
- MADR/DSASI/SDSA.2003.** Superficies et Productions : Série (A) et (B) 2002.
- Martysiak-Żurowska D. et Wenta W. 2012.** A Comparison of ABTS and DPPH methods for assessing the total antioxidant capacity of human milk. *Acta Sci. Pol., Technol. Aliment*, 11: 83-89.
- Minguez-Mosquera, M. I., Rejano, L., Gandul, B., Sanchez, A. H. et Garrido, J. 1991.** Color-pigments correlation in virgin olive oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 68, 322–337.
- Mancebo-Campos V., Salvador M. D. et Fregapane G. 2014.** Antioxidant capacity of individual and combined virgin olive oil minor compounds evaluated at mild temperature (25 and 40 °C) as compared to accelerated and antiradical assays. *Food Chemistry* 150, 374–381.
- Mahjoub F., Manai H ., Daoud D., Fernandez X; Lizzani Cuvelier L. et Zarrouk M.2006.** Profiles of volatiles compounds from som monovariétal Tunisian virgin olive oils. *Food Chemistry*, 10:1016.
- Marc F., Davin A., Delgene-Benbrahim L., Ferrand C., Baccaunaud M. et Fritisch P. 2004.** Méthode d'évaluation du potentiel antioxydant dans les aliments *Médecine/Sciences*. 20. (4) : 458-463.

Références bibliographiques

«N »

Nakbi A., Issaoui M., Dabbou S., Koubaa N., Echbili A., Hammami M. et Attia N. 2010. Evaluation of antioxidant activities of phenolic compounds from two extra virgin olive oils. *Journal of Food Composition and Analysis*, 23 : 711-715.

Nafia I., Neoulion A., Kerkerian Le coff L. et Had Alssouni L. 2005. Interaction cellulaire, neurodégénérescence et neuroplaste. *Annales françaises d'anesthésie et de réanimation*. 24. (5) : 502-509.

«O »

Ouaouich A. et Chimi H. 2007. Guide du producteur de l'huile d'olive. ONUDI (Organisation des Nations Unies pour le développement industriel). PP 4-34.

« P »

Proestos C., Lytoudi K., Mavromelanidou O.K., Zoumpoulakis P. et Sinanoglou V. J. 2013. Antioxidant Capacity of Selected Plant Extracts and Their Essential Oils. *Antioxidants*, 2: 11-22.

Panagotacos P. 2008. Health benefits of olive oil. UC Davis Sensory evaluation of olive oil. San Francisco.

Pagès-xatart-parès X. 2012. Technologies des corps gras (huiles et graisses végétales). *Techniques de l'Ingénieur*. pp. 2-18.

Pastre J. 2005. Intérêt de la supplémentation en antioxydants dans l'alimentation des carnivores domestiques. Thèse de doctorat. TOU3-4116.

Perrin J.L. 1992. Les composés mineurs et les antioxygènes naturels de l'olive et de son huile. *Rev. Fr.CG.* 39 (1/2) 26-27.

Psomiadou E., Tsimidou M. et Boskou D. 2000. α -tocopherol content of Greek virgin olive oils. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 48 (5) pp 1770-1775.

Perreira-Caro G., Madrona A., Bravo L., Espartero J. L., Alurdiá F., Cert A. et Mateos R. 2009. Antioxidant activity evaluation of alkyl hydroxytyrosol ethers, a new class of hydroxytyrosol derivatives. *Food Chem* (115): 86-91.

Références bibliographiques

« Q »

Quiles J.L., Carmen Ramírez-Tortosa M. et Yaqoob P. 2006. Olive oil and health. CABI head office. PP 1-375.

« R »

Rayan D., Robards K. et Lavee S. 1998. Evaluation de la qualité de l'huile d'olive. *Olivae*, 72: 23-41.

Rubio-Senent F., Rodríguez-Gutiérrez G., Lama-Muñoz A. et Fernández-Bolaños J. 2013. Phenolic extract obtained from steam-treated olive oil waste: Characterization and antioxidant activity. *Food Science and Technology* 54, 114-124.

Rodríguez-Méndez M.L., Apetrei C. et de Saja J.A. 2008. Evaluation of the polyphenolic content of extra virgin olive oils using an array of voltammetric sensors. *Electrochimica Acta*, 53 : 5867–5872.

Rahmani M. 2007. Méthodes d'évaluation de la stabilité oxydative des lipides. *Les technologies de laboratoire (2)* : 18-21.

Reichl F. X. 2003. Guide pratique de toxicologie, In : Espèces oxygénées et radicaux libres . Ed : de boeck. 141-143.

« S »

Simopoulos, A. P. et Visioli F. 2007. More on Mediterranean Diets. Karger, 97.pp. 1-231.

Servili M., Sordini B., Esposito S., Urbani S., Veneziani G., Maio I.D., Selvaggini R., et Agnese T. 2014. Biological Activities of Phenolic Compounds of Extra Virgin Olive Oil. *Antioxydants* 3, 1-23.

St Angelo J.A. 1996. Lipid oxidation in foods. *Critical reviews in food science and nutrition* , 36 (3): 175-224.

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

« T »

Therios, I. N. 2009. Olives. CABI, 18.pp 1-399.

Références bibliographiques

Tanouti K., Serghini-Caid H., Chaieb E., Benali A., Harkous M., et Elamrani A. 2011. Amélioration qualitative d'huiles d'olive produites dans le Maroc oriental. Les technologies de laboratoire 22 : 1-12.

«V »

Veillet S. 2010. Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : Entre Tradition et Innovation. Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse. pp. 1-130.

Vansant G. 2004. Radicaux libres et antioxydants : principes de base. Antioxydants et alimentation, Institut Danone. pp. 1-2.

Velasco J. et Dobarganes C, 2002. Oxidative stability of virgin olive oil. Lipidisc Technol. 104. 661-676.

«W »

Wiesman, Z. 2009. Desert Olive Oil Cultivation: Advanced Bio Technologies, Elsevier Science. PP 1-395.

Witte J. S., Ursin G., Siemiatycki J., Thompson W. D., Paganini-Hill A. et Haile R.W. 1997. Diet and premenopausal bilateral breast cancer: a case-control study. Breast Cancer Research and Treatment. 42 (3) pp 243-251.

Annexes

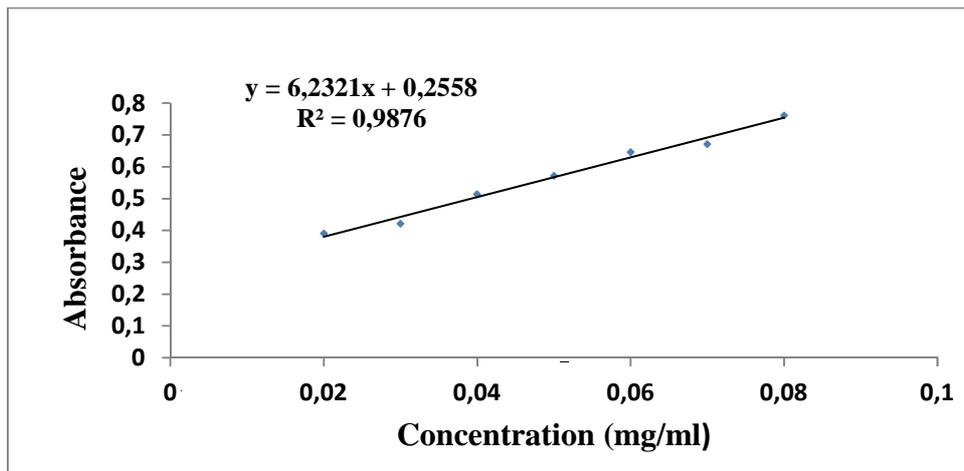


Figure 1 : Courbe d'étalonnage des composés phénoliques avec l'acide gallique.

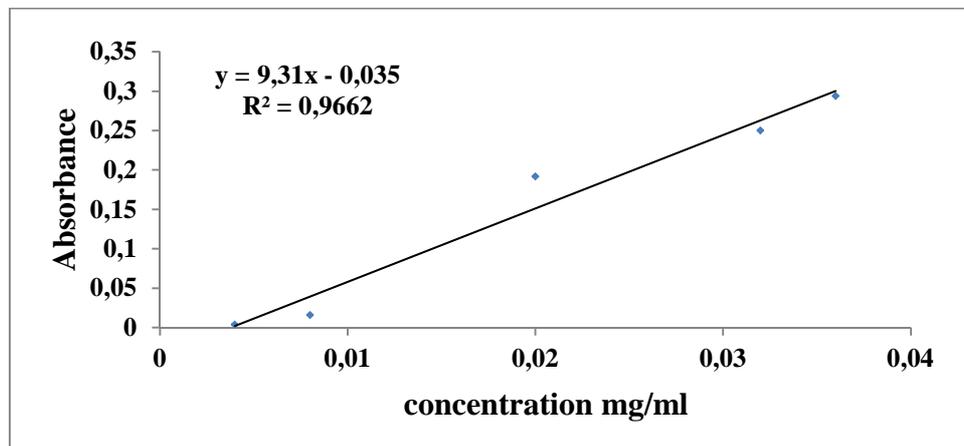


Figure 2 : Courbe d'étalonnage des *ortho*-diphénols avec l'acide caféique.

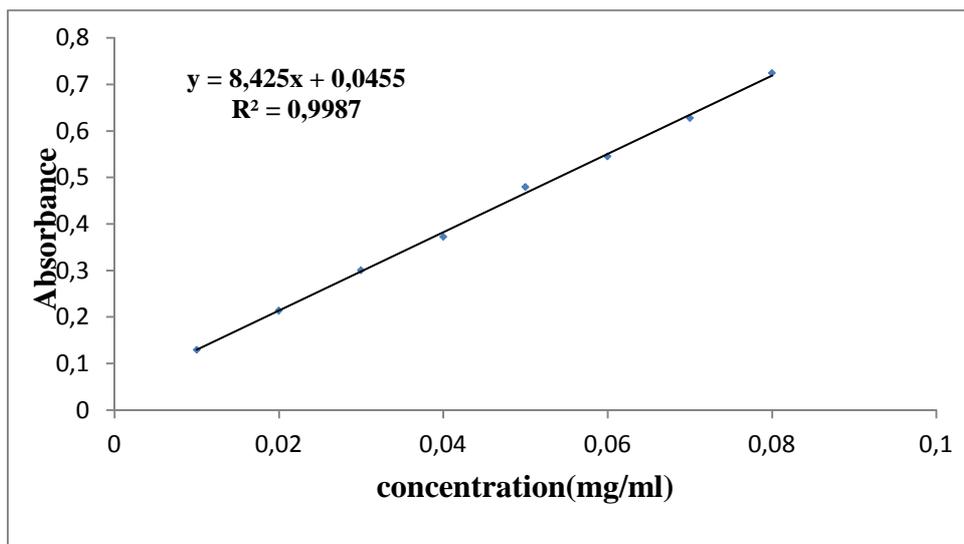


Figure 3 : Courbe d'étalonnage du pouvoir réducteur avec de l'acide caféique.

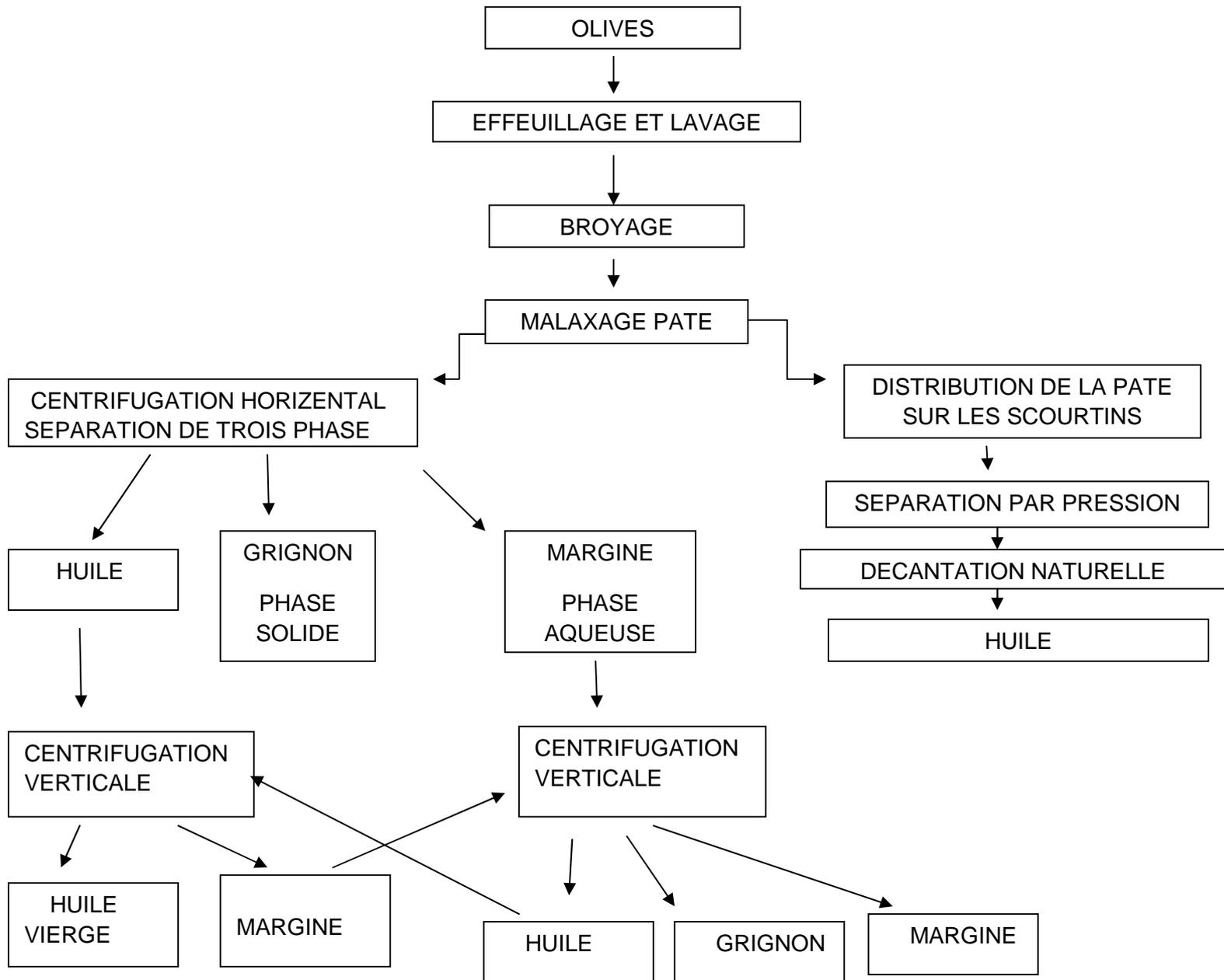


Figure4 : diagramme d'extraction de l'huile d'olive



Figure 5: l'oléodoseur.



Figure6 : Soxhlet.

Annexe 4

Tableau1 : Tableau récapitulatif des résultats des trois variétés d'huile d'olive

	Azeradj	Chemlal	Iswel
I.M.	3	3	3
R1	47,82	55,07	41,85
H(%)	44,21	44,13	48,38
R2 (%)	25,34	26,64	34,04
Acidité	0,33	0,30	0,24
IP	5,83	4,33	3,16
K232	2,34	2,27	1,77
K270	0,16	0,18	0,11
Chl	2,41	2,52	2,68
Carot	2,08	2,55	1,67
CP	442,44	505,34	300,81
<i>Ortho</i>	181,89	148,08	209,38
Amert.	0,846	1,939	0,778
PR	91,63	160,31	189,43
DPPH	23,77	25,66	35,11

Résumé :

Dans la présente étude, nous sommes intéressées à comparer du point de vue physicochimiques trois huiles issues de trois variétés d'oliviers (Azeradj, Iswel, Chemlal) cultivées dans les mêmes conditions pédoclimatiques et agronomiques, récoltées à Ighil Ali, ainsi que aux différents coupages réalisés entre ces différentes variétés. D'après nos résultats, les indices de qualité (Acidité, indice de peroxyde, K232, K270) sont conformes aux normes recommandées par le COI(2010), donc nos huiles peuvent être classées dans la catégorie vierge extra. Il s'est avéré que le facteur cultivar exerce une influence sur les teneurs en pigments, en polyphénols totaux et en *ortho*-diphénols, d'où la variété *Iswel* se différencie des deux autres variétés par sa richesse en pigment et en *ortho*-diphénol ce qui lui confère ainsi une meilleure activité antioxydante. Contrairement aux variétés *Chemlal* et *Azeradj* qui sont riches en composés phénoliques. Concernant les mélanges, en effet l'échantillon *Azeradj-Chemlal* possède des teneurs élevées en pigments et en polyphénols notamment pour les mélanges *Azeradj-Iswel* et *Chemlal-Iswel* qui dépendent des taux des mélanges réalisés.

Mots clés : variétés, olive, Huile d'olive, Azeradj, Chemlal, Iswel, qualité, analyses, coupage.

Abstract:

In the present study, we are interested to compare point of view physico-chemical three oils resulting from three varieties of olive-trees (Azeradj, Iswel, Chemlal) cultivated under the same pedoclimatic and agronomic conditions, collected with Ighil Ali, like with various cuttings carried out between these different varieties. According to our results, the indices of quality (Acidity, index of peroxide, K232, K270) are in conformity with the standards recommended by the COI (2010), therefore our oils can be classified in the extra virgin category. It proved that the factor cultivar exerts an influence on the contents of pigments, total polyphenols and *ortho*-diphenols, from where the *Iswel* variety differs from the two other varieties by its wealth in pigment and *ortho*-diphenol what confers better an antioxidant activity thus to him. Contrary to the varieties *Chemlal* and *Azeradj* which are rich in phenolic compounds. Concerning the mixtures, indeed the *Azeradj-Chemlal* sample has high percentages of pigments and polyphenols in particular for the mixtures *Azeradj-Iswel* and *Chemlal-Iswel* which depend on the rates of the mixtures carried out.

Key words: varieties, olive, Olive oil, Azeradj, Chemlal, Iswel, quality, analyzes, cutting.