

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

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



Réf :.....

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

MASTER

Thème

**Caractéristiques physico-chimiques des
huiles d'oléastre**

Présenté par :

BOUHADDI Yassine & IDRES Arezki Yanis

Soutenu le : **23 Juin 2018**

Devant le jury composé de :

Mr KATI Djamel Eddine

MCA

Président

Mr TAMENDJARI Abderezak

Professeur

Encadreur

Mme LEHOUCHE Rahima

MCB

Examineur

Année universitaire : 2017 / 2018

Remerciements

La présente étude a été réalisée à l'université Abderrahmane Mira de Bejaïa, au niveau du laboratoire de biochimie de la Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie, sous la direction de Monsieur Tamendjari, Professeur et Responsable du laboratoire de biochimie.

Nous lui exprimons, ici, notre profonde gratitude pour le temps consacré, les précieux conseils distillés ainsi que son amabilité et son inestimable appui, dans l'élaboration de ce travail.

Notre gratitude s'exprime également à l'adresse de monsieur Kati, pour l'honneur qu'il nous fait en présidant le jury de soutenance. Madame Lehouché, qui a donné son accord pour examiner et juger notre travail.

Nous remercions par ailleurs, Madame Kherbachi, pour sa disponibilité et sa précieuse aide. Madame Ouendji, pour ses conseils avisés et enrichissants.

Nous sommes également reconnaissants envers toutes les personnes qui ont, d'une manière ou d'une autre, contribué à la concrétisation de notre projet. Nous pensons tout particulièrement à l'ensemble du personnel de « I.T.A.F.V. », pour nous avoir simplifié la tâche lors des opérations d'échantillonnage et d'extraction. Monsieur Benalia, Professeur à « L'ENASA », pour l'aide qu'il nous a fournie dans l'analyse chromatographique. Monsieur Hammoum pour sa collaboration et sa disponibilité. Monsieur Idres, Directeur du laboratoire « Labo IDRES », ainsi que l'ensemble du personnel, pour leur valeureuse assistance. Monsieur Choulak, pour son grand appui et sa présence lors de la récolte des échantillons.

Enfin, nous terminerons en adressant de vifs remerciements à chacune de nos deux familles respectives, pour leur soutien indéfectible et leurs perpétuels encouragements.

Yassine & Yanis

SOMMAIRE

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction.....	1
Chapitre I : Synthèse bibliographique.....	3
I. Généralités sur l'olivier sauvage et cultivé	3
I.1. Origine et historique de l'olivier	3
I.1.1. Origine du terme	3
I.1.2. Quelle patrie pour l'olivier ?	3
I.2. Classification botanique de l'olivier	4
I. 3. L'olivier sauvage ou oléastre	5
I.4. Olivier, oléastre : quelle relation ?	5
I.5. L'olivier cultivé.....	6
I.6. Critères de différenciation.....	7
II. Les olives et les huiles d'olive	8
II.1. Fruit : structure et composition chimique	8
II .1.1. Structure du fruit.....	8
II.1.2. Composition chimique du fruit	8
II.2. Procédés d'obtention d'huile	9
II.3. Définition et classification des huiles d'olive.....	10
II.4. Composition générale des huiles d'olive	12
II.4.1. La fraction saponifiable	12
II.4.2. Fraction insaponifiable.....	13
II.5. Particularités biochimiques des huiles d'oléastre	14
II.6 Intérêt de l'huile d'oléastre	15
Chapitre II : Expérimentation.....	17
Partie 1 : Matériel & Méthodes	17
I. Matériel végétal.....	17
I.1. Echantillonnage.....	17
I.2. Extraction	17
II. Analyse des fruits	19
II.1. Indice de maturité	19
II.2. Paramètres pomologiques	20
II.3. Détermination de la teneur en huile des olives	20
III. Analyse de la qualité des huiles.....	20

III.1. Analyses physiques	20
III.1.1. Densité.....	20
III.1.2. Viscosité	21
III.1.3. Indice de Réfraction.....	21
III.2. Analyses chimiques	21
III.2.1. Acidité	21
III.2.2. Indice Peroxyde	22
III.2.3. Extinction spécifique dans l'UV.....	23
IV. Composition biochimique des huiles étudiées.....	23
IV.1. Profil qualitatif et quantitatif en acides gras	23
IV.2. Dosage des polyphénols	24
IV.3. Indice d'amertume.....	26
IV.4. Dosage des pigments	26
V. Etude de l'activité antioxydante	27
V.1. Activité antiradicalaire au radical DPPH.....	27
V.2. Pouvoir réducteur (FRAP : ferric reducing antioxydant power).....	28
V.3. Stabilité oxydative	28
VI. Analyse statistique :	28
Partie 2 : Résultats & Discussion.....	29
I. Analyse des fruits.....	29
I.1. Indice de maturité (IM)	29
I.2. Paramètres pomologiques	29
I.2.1. Paramètres du fruit	30
I.2.2. Paramètres du noyau	30
I.3. Détermination de la teneur en huile des olives.....	31
II. Analyse de la qualité des huiles.....	32
II.1. Analyses physiques.....	32
II.2. Analyses chimiques	35
II.2.1. Acidité.....	35
II.2.2. Indice de peroxyde (IP).....	36
II.2.3. Extinction spécifique dans l'UV	37
III. Composition biochimique	38
III.1. Profil qualitatif et quantitatif en acides gras	38
III.2. Dosage des polyphénols	42
III.2.1. Dosage des polyphénols totaux.....	42
III.2.2. Dosage des ortho-phénols.....	44
III.3. Indice d'amertume.....	44
III.4. Dosage des pigments	46
III.4.1. Chlorophylles.....	46
III.4.2. Caroténoïdes	47

IV. Etude de l'activité antioxydante	48
IV.1. Activité antiradicalaire au radical DPPH.....	48
IV.1.1. Activité antiradicalaire de l'huile	48
IV.1.2. Activité antiradicalaire des extraits méthanoliques	49
IV.2. Pouvoir réducteur :	51
IV.3. Stabilité oxydative	52
Conclusion	54
Références Bibliographiques	
Annexes	

Liste des abréviations

- ACP** : Analyse de la composante principale
- AG** : Acides gras
- AGL** : Acides gras libres
- AGI** : Acides gras insaturés
- AGMI** : Acides gras monoinsaturés
- AGPI** : Acides gras polyinsaturés
- AGS** : Acides gras saturés
- ANOVA** : Analyse de la variance
- CAH** : Classification hiérarchique ascendante
- COI** : Conseil oléicole international
- CPG** : Chromatographie en phase gazeuse
- DPPH** : 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl
- EAG** : Equivalent d'acide gallique
- EAC** : Equivalent d'acide caféique
- EBHT** : Equivalent butyle-hydroxy-toluène
- EMAG** : Esters méthyliques d'acides gras
- HDL** : Lipoprotéine de haute densité
- HOEV** : Huile d'olive extra vierge
- HOV** : Huile d'olive vierge
- HOVC** : Huile d'olive vierge courante
- HOVL** : Huile d'olive vierge lampante
- IM** : Indice de maturité
- IP** : Indice de peroxyde
- ISO** : Organisation internationale de standardisation
- I.T.A.F.V** : Institut technique de l'arboriculture fruitière et de la vigne
- LDL** : Lipoprotéine de basse densité
- Meq** : Milliéquivalent
- mPa** : Millipascal
- Oléa 1-5** : Oléastre 1-5
- O/L** : Acide oléique/Acide linoléique
- TAG** : Triacylglycérols

Liste des figures

Figure 1 : Taxonomie d' <i>Olea europaea</i> (Chiappetta et Muzzalupo, 2012).	4
Figure 2 : Répartition des sous-espèces d' <i>Olea europaea</i> (Rubio de Casas et al., 2006). .	5
Figure 3 : Schéma d'une coupe transversale d'une olive (Bianchi, 2003).....	9
Figure 4 : Exemple de chaîne continue d'extraction d'huile d'olive (Chimi, 2006).	10
Figure 5 : Photographies des olives et noyaux des échantillons récoltés.....	18
Figure 6 : Rendement en huile des échantillons d'huiles étudiés.	31
Figure 7 : Analyse de la composante principale (ACP) des caractères physiques des différents échantillons. (A) : Vecteur de distribution des caractères physiques. (B) : Représentation des huiles d'oléastres et l'huile de Chemlal sur les plans factoriels	34
Figure 8 : Dendrogramme des échantillons étudiées selon les caractéristiques physiques.	34
Figure 9 : Acidité des échantillons étudiés exprimée en pourcentage d'acide oléique. ...	35
Figure 10 : Indice de peroxyde des échantillons d'huile étudiés en meq O ₂ /Kg.	37
Figure 11 : Extinction spécifique des échantillons d'huile étudiés à 232 et 270 nm.....	38
Figure 12 : Analyse de la composante principale (ACP) des acides gras des différents échantillons. (A) : Vecteur de distribution des acides gras. (B) : Représentation des huiles d'oléastres et l'huile de Chemlal sur les plans factoriels. O : oléique, L : linoléique.....	41
Figure 13 : Teneurs en polyphénols totaux des échantillons d'huile étudiés.	42
Figure 14 : Teneurs en ortho-diphénols des échantillons d'huiles étudiés	44
Figure 15 : Indice d'amertume des différents échantillons étudiés.	45
Figure 16 : Teneurs en chlorophylles des échantillons d'huiles étudiés.....	46
Figure 17 : Teneurs en caroténoïdes des échantillons d'huile étudiés.....	47
Figure 18 : Activité antiradicalaire des échantillons étudiés contre le radical DPPH exprimée en mg équivalent de BHT par Kg d'huile.	49
Figure 19 : Activité antiradicalaire des extraits méthanoliques contre le radical DPPH, exprimée en mg équivalent d'acide gallique par kg d'huile.	49
Figure 20 : Activité antiradicalaire des extraits méthanoliques contre le radical DPPH, exprimée en pourcentage d'inhibition.....	50
Figure 21 : Pouvoir réducteur des extraits des échantillons étudiés exprimé en mg EAC/kg.....	51
Figure 22 : Temps d'inductions des échantillons d'huiles étudiés.	52
Figure 23 : Analyse de la composante principale (ACP) de la composition chimique des	53

Liste des tableaux

Tableau I: Critères morphologiques de classement des oliviers en olivier cultivé, sauvage ou féral (Hannachi et al., 2013).....	7
Tableau II: Critères de qualité des différentes catégories d'huile d'olive (COI, 2016)..	11
Tableau III : Teneurs des principaux acides gras des huiles d'olives (COI, 2015).....	12
Tableau IV: Les principaux triglycérides retrouvés dans l'huile d'olive (Boskou, 2000).	13
Tableau V : Teneurs en acide oléique, phénols et ortho-phénols de quelques huiles d'olivier	15
Tableau VI : Dates et lieux de récolte des échantillons étudiés.	17
Tableau VII: Classification des fruits selon la coloration de l'épiderme et de la pulpe. .	19
Tableau VIII : Poids et dimensions des fruits et noyaux des échantillons cueillis.	29
Tableau IX : Indices de qualité physique des huiles étudiées.	32
Tableau X : Composition en acides gras des échantillons d'huiles étudiés en pourcentage de EMAG.	39

INTRODUCTION

L'olivier est un arbre légendaire à forte résonance symbolique qui représente à la fois, la paix, la longévité et la sagesse. Ayant survécu au poids des siècles grâce aux mythes et croyances qui lui étaient attribués, il a de tout temps été un arbre privilégié des civilisations méditerranéennes. En effet, plus de 5000 ans en arrière, l'olivier était déjà considéré comme une importante source d'alimentation (**Polèse, 2009**). Il est très probablement le tout premier arbre fruitier domestiqué, faisant de lui l'un des plus anciens produits de l'agriculture, à la portée tant économique que culturelle (**Vossen 2007**).

Olea europaea, est la principale espèce d'olivier produisant suffisamment de fruits pour être comestible. En méditerranée, deux variétés étroitement liées se distinguent, l'une cultivée (variété *europaea*) et l'autre sauvage (variété *sylvestris*) (**Chiappetta et Muzzalupo, 2012**). Les oléastres diffèrent des oliviers cultivés par la présence de jeunes pousses, de petits fruits, une teneur relativement faible en huile, un stade juvénile plus long et une meilleure capacité à survivre dans les environnements difficiles (**Terral et Arnold -Simard, 1996**).

L'olivier est caractérisé par un fruit, l'olive, dont l'huile est une composante essentielle du régime alimentaire méditerranéen, elle est riche en acides gras insaturés et composés bioactifs tels que la vitamine E et les polyphénols (**Ghedira, 2008**). En plus de ses caractéristiques organoleptiques, l'huile d'olive a un effet dans de nombreux domaines de la médecine, notamment dans la prévention des maladies cardiovasculaires (**Jacotot, 1996**). Par ailleurs, peu d'études ont été réalisées sur l'huile issue d'oléastres. De récentes recherches ont rapporté que l'huile d'oléastre présente des teneurs plus élevées en acide oléique et en antioxydants par rapport à l'huile d'olive cultivée (**Bouarroudj et al., 2016 ; Hannachi et al., 2013**), et que la consommation d'huile d'oléastre améliore le profil lipidique plasmatique chez des volontaires sains (**Belarbi et al., 2011**). Selon **Claro et al. (2014)**, des teneurs plus élevées en polyphénols fourniraient des effets supplémentaires à ceux induits par l'huile d'olive extra vierge classiquement extraite, fournissant une protection contre le processus inflammatoire, réduisant le stress oxydatif et préservant contre le dysfonctionnement endothélial dans le processus d'athérosclérose.

De vastes terres non-cultivées sont occupées par l'oléastre à Bejaïa. Ces ressources n'attirent quasiment l'intérêt de personne et seraient réduites à un simple porte-greffe par les agriculteurs en raison de sa résistance à des conditions défavorables. Pourtant, son huile est appréciée par les consommateurs qui voient en elle un élixir aux milles vertus. Dans une optique de valorisation de ressources naturelles, il nous paraît pertinent d'étudier cette huile pour comprendre ses bienfaits nutritionnels et thérapeutiques.

Le présent travail a pour objectif de caractériser l'huile extraite des fruits de cinq oléastres et de comparer ces dernières à l'huile d'olive de la variété cultivée la plus répandue de la région, en l'occurrence *Chemlal*.

La première partie de ce manuscrit consiste en une synthèse bibliographique sur l'oléastre et l'olivier cultivé, ainsi que leurs huiles. La deuxième partie est consacrée à l'expérimentation où les caractères physiques, les indices de qualité de l'huile, la composition en acides gras, le dosage des composés phénoliques (polyphénols totaux et ortho-diphénols) et l'évaluation de l'activité antioxydante ont été déterminés.

CHAPITRE I

Synthèse

Bibliographique

I. Généralités sur l'olivier sauvage et cultivé

I.1. Origine et historique de l'olivier

I.1.1. Origine du terme

L'Olivier est l'arbre le plus atypique du bassin méditerranéen. L'histoire de la méditerranée a toujours été liée à la culture de celui-ci. Du fait des conditions climatiques adéquates, le sol méditerranéen est un terrain de prédilection pour la croissance de l'olivier. Sa culture a ainsi été transplantée dans des pays à climat semblable (**Bolmont *et al.*, 1998**).

L'origine du terme olivier viendrait de « Elaiwon », devenu « Elaia » chez les Grecs antiques puis « olea » chez les Romains. Le premier mot pour Olea est apparu sur des tablettes d'argile trouvées en Grèce datées du XIII^{ème} siècle (**Rhizopoulou, 2007**).

I.1.2. Quelle patrie pour l'olivier ?

Selon les archéologues, les premières traces de l'arbre apparaissent 37000 ans avant JC du côté de la crête et de l'Asie mineure sur des feuilles fossilisées, découvertes dans les îles de Santorin, en Grèce. La présence d'oliviers sauvages sur le territoire nord-africain peut laisser penser que l'origine de l'olivier est africaine, cette hypothèse est appuyée par des fouilles archéologiques confirmant la présence de l'olivier au Sahara datant de 120 000 ans (**Bolmont *et al.*, 1998**).

Aujourd'hui, de nombreuses découvertes montrent qu'il ne fait aucun doute que l'ancienne patrie des olives s'étendait le long des zones arides du bassin méditerranéen au Moyen-Orient, en Asie centrale à proximité de l'Himalaya (**Lumaret *et al.*, 2004**).

L'olivier est considéré comme étant l'un des plus anciens produits de l'agriculture (**Weiss, 2015**). Il a été cultivé dès l'an 3000 avant Jésus-Christ (**Bolmont *et al.*, 1998**). Les découvertes archéo-botaniques de noyaux d'olive dans les habitats humains remontent à environ 780 000 ans, il a été démontré que des cavités de rochers ont servi pour le pressage des olives en crête (**Weiss, 2015**).

A travers les différentes civilisations phénicienne, grecque et romaine, l'implantation de l'olivier se généralise et ce dernier devient un pilier de la diète méditerranéenne (**Kailis, 2017**). Ces civilisations assurent par les mouvements de navigation, d'échange de migration, l'extension de la domestication de l'olivier (**Terral *et al.*, 2007**) qui, après la découverte de

l'Amérique s'est étendue vers les pays qui deviendront aujourd'hui le Brésil, l'Argentine et le Chili (**Bolmont et al., 1998**).

Aujourd'hui, l'olivier connaît une extension progressive à travers le monde. Ces dernières années, plusieurs pays non méditerranéens tendent à développer cette culture dans certaines régions spécifiques de leur territoire. Néanmoins, la méditerranée reste le fief agricole de l'olivier (**Bolmont et al., 1998**), comme disait la citation de Georges Duhamel : « *Là où l'olivier renonce, finit la Méditerranée.* »

I.2. Classification botanique de l'olivier

L'olivier appartient à la famille des oléacées : plante dicotylédone, tout comme le frêne et le jasmin, comprenant plus de 30 genres et 600 espèces, au sein du clade des Astérides (**Rabiei et Tahmasebi, 2012**).

L'*Olea europaea*, est la principale espèce produisant suffisamment de fruits pour être comestible (**Vossen, 2007**) et l'unique espèce dont le fruit produit de l'huile d'olive (**Rabiei et al., 2012**). Elle comporte six sous-espèces (**Chiappetta et Muzzalupo, 2012 ; Kailis, 2017**) dont la sous-espèce *europaea* qui est cultivée en méditerranée. Cette dernière comprend deux formes qui coexistent : la forme sauvage « oléastre », également appelée « *Sylvestris* » ou « variété *sylvestris* » et la forme cultivée, appelée sous-espèce « *europaea* » ou « variété *europaea /sativa* » (figure 1) (**Chiappetta et Muzzalupo, 2012**).

La sous-espèce *laperrinei* est présente dans les massifs sahariens, *cuspidata*, est présente en Afrique du Sud, en Egypte, au nord de l'Inde et au sud-ouest de la Chine, *guanchica* dans les îles Canaries, *maroccana* dans le sud-ouest du Maroc, et *cerasiformis* quant à elle se trouve à Madère au Portugal (figure 2) (**Rabiei et Tahmasebi, 2012**).

- **Clade** : Asteridae
- **Famille** : Oleaceae
- **Genre** : *Olea*
- **Espèce** : *europaea*
- **Sous-espèce** : *cuspidata*
cerasiformis
guanchica
laperrinei
maroccana
europaea : **variété** : - *europaea* (ou *sativa*)
- *sylvestris*

Figure 1 : Taxonomie d'*Olea europaea* (**Chiappetta et Muzzalupo, 2012**).

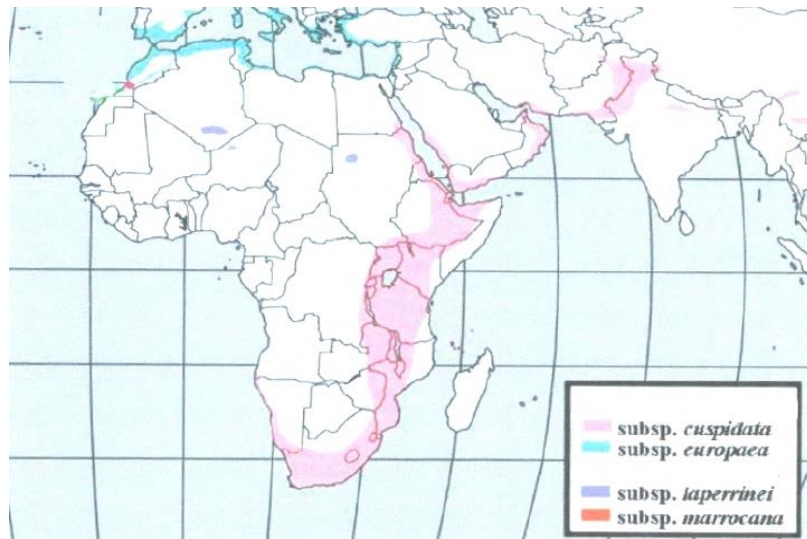


Figure 2: Répartition des sous-espèces d'*Olea europaea* (Rubio de Casas *et al.*, 2006).

I. 3. L'olivier sauvage ou oléastre

Le nom d'oléastre est réservé pour des formes d'apparence spontanée, en buissons souvent épineux et à fruits ordinairement petits (Chevalier, 1948). L'olivier sauvage semble bien adapté aux environnements difficiles tels que la sécheresse, le froid, le sel, les sols pauvres etc. Il est caractérisé par sa longévité où dans de nombreux cas, il peut dépasser les 1000 ans (Chiappetta et Muzzalupo, 2012). Il joue donc un rôle écologique important par la résistance aux conditions critiques, son espérance de vie et la qualité de son bois (Pagnol, 1975).

L'oléastre est retrouvé sous deux formes non distinguables morphologiquement, « oléastre vrai » qui est la forme sauvage naturelle et « l'oléastre féral », forme cultivée retournée à l'état sauvage. La distinction morphologique des deux formes n'est pas stricte, plusieurs auteurs ont supposé que l'oléastre avait servi de départ à la multiplication des meilleurs arbres pour constituer les premiers cultivars (Besnard *et al.*, 2000).

I.4. Olivier, oléastre : quelle relation ?

L'olivier sauvage se distingue morphologiquement de l'olivier cultivé, c'est un arbrisseau aux rameaux épineux, aux feuilles étroites et courtes, aux fleurs plus petites et à l'écorce plus fine et plus grise que celle de l'olivier cultivé (Bolmont *et al.*, 1998). Toutefois, les relations génétiques entre les deux variétés restent floues, les arbres ne peuvent pas être attribués par la morphologie seule à l'une ou à l'autre forme (Breton *et al.*, 2006).

Néanmoins, l'étude de la diversité moléculaire de cultivars et d'oléastres révèle que les cultivars s'apparentent aux oléastres (**De Caraffa et al., 2002 ; Breton et al., 2006**). En effet, il arrive fréquemment qu'un oléastre, dès qu'il reçoit des soins d'entretien : labour de la terre, fumures, taille de l'arbre, prenne un tout autre aspect. Ses fruits deviennent plus gros, son port se modifie, et il n'émet plus de buissons épineux au pied. Il peut alors être exploité et peut être classé dans le groupe des *Olea sativa* (**Chevalier, 1948**). Il semblerait donc naturel d'admettre que l'oléastre est la forme primitive de l'olivier et que ce dernier n'est que le résultat d'une transformation progressive due à l'influence de sa culture (**D'Aygalliers, 2013**).

Toutefois, de manière générale, plusieurs formes de plantes cultivées obtenues par améliorations successives ont rapidement fini par revêtir les caractères du type sauvage lorsqu'on les abandonne à elles-mêmes. Ce n'est pas le cas de certains oliviers autrefois cultivés ensuite abandonnés pendant plusieurs siècles, qui ont gardé les mêmes caractères de l'olivier et qui n'ont pas dégénéré pour redevenir des oléastres. D'où la conclusion de certains, que les deux formes proviennent de deux types primitifs différents (**D'Aygalliers, 2013**). Une hypothèse soutenue par **Besnard et al. (2001)**, qui affirme que l'oléastre est le fruit de l'hybridation de deux sous-espèces : *Olea europaea cuspidata* d'Asie et *Olea europaea crysophilla* d'Afrique. Tandis que l'étude menée par **Breton et al. (2006)**, affirme quant à elle qu'il est probable que l'oléastre ait hérité du mitotype d'*Olea laperrinei* et qu'il pourrait s'agir de son ancêtre maternel.

Une autre hypothèse des plus surprenantes, affirme quant à elle que c'est l'olivier cultivé qui est apparu le premier. En tenant compte des considérations mystiques, il serait ainsi blasphématoire de croire que Dieu ne nous ait pas donné des formes de plantes qui peuvent nous être directement utiles (**D'Aygalliers, 2013**).

I.5. L'olivier cultivé

C'est un arbre qui peut atteindre 15 mètres de haut aux feuilles étroitement elliptiques et au fruit charnu (**Ghedira, 2008 ; Green, 2002**), sa taille finale dépend du cultivar, de la qualité du sol, de la disponibilité en eau et la compétition d'autres oliviers ou d'autres espèces.

Dans le but de conserver les caractéristiques de l'olive et de son huile, l'olivier est multiplié par voie végétative : bouturage et greffage. Le greffage est la technique la plus utilisée en raison de son gain de temps sur le délai d'entrée en production, et des propriétés

bénéficiées par le porte greffon. Le greffage sur oléastre est pratiqué dans plusieurs pays méditerranéens facilitant l'adaptation afin d'obtenir une réponse rapide des nouveaux cultivars introduits aux conditions locales (**Breton et al., 2006**).

I.6. Critères de différenciation

Les oliviers cultivés et sauvages sont des arbres à longue durée de vie, ils montrent également des exigences climatiques similaires et de grandes zones de distribution, de plus, les cultivars et les oléastres sauvages ont le même nombre de chromosome ($2n= 46$) (**Lumaret et al., 2004**). Cependant, les oléastres diffèrent par leurs fruits plus petits, leur faible teneur en huile et, souvent par leurs feuilles plus courtes (**Green, 2002**). Par ailleurs, les branches sont nombreuses, et elles ont des épines dans le cas des jeunes plantes (**Chiappetta et Muzzalupo, 2012 ; Lumaret et al., 2004**).

L'étude menée par **Hannachi et al. (2008)**, montre qu'en se basant sur la morphologie, les oléifères des agroécosystèmes (oléastre féral) se regroupent dans une position intermédiaire entre les cultivars et les oléifères des écosystèmes naturels. Cependant, le même auteur affirme en 2013 que les critères pomologiques (taille de la drupe du noyau, forme du mésocarpe) ne sont pas efficaces pour distinguer entre oléastre et olivier cultivé. Ces paramètres sont plus efficaces uniquement pour différencier entre la forme sauvage vraie et l'olivier cultivé (**Tableau I**).

Tableau I: Critères morphologiques de classement des oliviers en olivier cultivé, sauvage ou féral (**Hannachi et al., 2013**).

Critère	Olivier	Oléastre vrai	Oléastre féral
Architecture de l'arbre	Arbre allant jusqu'à 15 mètres de haut avec un à plusieurs troncs.	Arbuste souvent dense, ramifié et épineux ou arbre jusqu'à 15 m de haut.	Arbuste ou arbre.
Taille du fruit (cm)	1,2 à 4	< 1,5	1,2 à 2
Mésocarpe	Épais et charnu	Charnu	Charnu
Ecosystème	Agro	Naturel	Agro-naturel
Teneur en huile (%)	> 10	< 15	> 10

Du fait du flux génétique entre olivier sauvage et olivier cultivé, les caractères morphologiques sont insuffisants pour distinguer entre les cultures et les espèces sauvages. Ainsi, les sélectionneurs se tournent vers des marqueurs moléculaires (**Hannachi et al., 2013**).

II. Les olives et les huiles d'olive

II.1. Fruit : structure et composition chimique

Le fruit de l'olivier est une drupe, un fruit charnu à noyau (**Bolmont et al., 1998**), de forme ovale, formée de péricarpe (épicarpe et le mésocarpe) et d'endocarpe (figure 3), pesant entre 2 et 12g bien que certaines variétés puissent peser jusqu'à 20g (**Boskou, 2006**).

L'oléastre diffère de l'olivier cultivé par un fruit plus petit et une faible teneur en huile (**Lumaret et al., 2004**). En effet, d'après **Green (2002)**, la drupe de l'oléastre mesurerait moins d'un centimètre et posséderait un mésocarpe charnu mais mince, alors que celle de l'olivier cultivé mesurerait quant à elle de 2 à 4 cm avec un mésocarpe plus épais.

II .1.1. Structure du fruit

Structuralement, l'olive peut être divisée en trois composantes différentes : l'épicarpe (peau), mésocarpe (pulpe ou chaire) et l'endocarpe ligneux (noyau) contenant la graine (**Bianchi, 2003**).

L'épicarpe est un tissu protecteur qui représente environ 1 à 3% du poids de la drupe (**Bianchi, 2003**), il est recouvert de cires, ce qui le rend imperméable à l'eau (**Kailis, 2017**). Le changement de couleur de l'épicarpe lors de la maturation, est dû aux différents niveaux de pigments chlorophylles, caroténoïdes et anthocyane qui le composent (**Bianchi, 2003 ; Kailis, 2017**).

Le mésocarpe, encore appelée pulpe ou chaire, il est constitué de cellules parenchymateuses contenant des sucres dissous, des acides, des polyphénols, des colorants hydrosolubles, des substances et composés inorganiques, ainsi que des gouttelettes d'huile. La chaire d'olive contient la plus grande partie de l'huile (95%). Le mésocarpe constitue avec la peau, la partie comestible des olives en comprenant 70-80% du fruit entier (**Kailis, 2017**).

L'endocarpe de l'olive consiste en un noyau dur entourant la graine. L'hémicellulose, la cellulose et la lignine en sont les principaux constituants (**Kailis, 2017**).

II.1.2. Composition chimique du fruit

La Drupe est majoritairement composée d'eau, de glucides et d'huile (**Boskou, 2006 ; Ghedira, 2008**), ainsi que des protéines, cellulose, acides organiques, pigments, minéraux et polyphénols qui sont aussi des constituants importants (**Boskou, 2006**). Les olives fraîches

peuvent contenir jusqu'à 70 % d'eau, 5-30 % d'huile, 20 % de glucides, 6 % de cellulose, 1,5% protéines et 1,5 % de minéraux (Kailis, 2017).

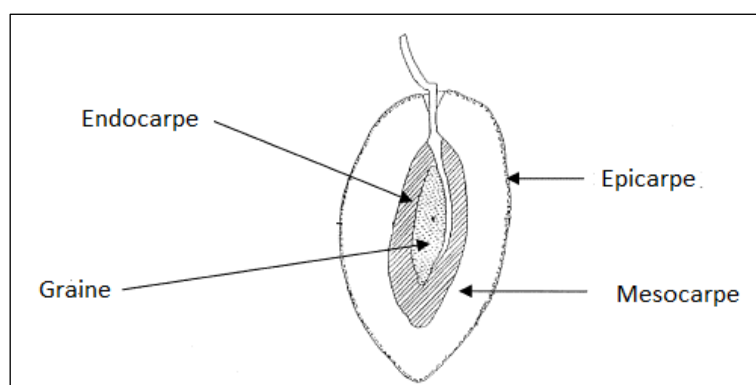


Figure 3 : Schéma d'une coupe transversale d'une olive (Bianchi, 2003).

II.2. Procédés d'obtention d'huile

L'huile d'olive vierge est obtenue uniquement par des procédés physiques dans des conditions notamment thermiques, qui n'entraînent pas l'altération de l'huile (Codex Alimentarius, 1989 ; COI, 2016). Ces procédés la différencient des autres huiles alimentaires qui, pour la grande majorité d'entre elles sont raffinées (Ollivier *et al.*, 2004).

La fabrication de l'huile a peu changé au cours des siècles. Deux étapes sont nécessaires : le broyage pour écraser la pulpe et les noyaux puis l'extraction pour recueillir l'huile (Bolmont *et al.*, 1998).

La transformation de l'olive en huile s'effectue par des moyens mécaniques, très simples, fondés sur la pression ou la centrifugation. Aujourd'hui, il existe plusieurs systèmes de transformation et d'élaboration des huiles d'olives. Deux procédés sont généralement utilisés : un procédé discontinu et un procédé continu (figure 4), dont chacun présente des avantages et des inconvénients (Chimi, 2006). Néanmoins, le processus général demeure le même, il comprend les étapes suivantes :

- a. **Lavage et Effeillage** : ils sont réalisés d'une part par des équipements munis d'un flux d'air permettant l'élimination des feuilles, brindilles et autres matières végétales puis en lavant les olives au moyen d'une circulation forcée d'eau potable et propre pour éliminer, boue, terre et pierres (COI, 2006 ; Kailis, 2017).

b. Broyage : il a pour but de rompre la structure végétale de l'olive et de libérer les gouttelettes d'huile des vacuoles (COI, 2006). Tout dépend des moyens existants dans le moulin, le broyage peut être réalisé par une meule de granite (avec 2-6 pierres) pendant 20-30 minutes dans des moulins équipés de système de pression, ou bien par des broyeurs à marteaux, disques, cônes ou rouleaux mobiles ou fixes, dans les moulins équipés de système de centrifugation (Di Giovacchino *et al.*, 2002).

c. Malaxage : cette technique consiste en un mouvement lent et continu de la pâte d'olive (Di Giovacchino *et al.*, 2002). Elle a pour but de concentrer les gouttelettes d'huile dispersées en gouttes de dimensions plus grandes et de séparer ces dernières des autres phases, solide et liquide (COI, 2006 ; Di Giovacchino *et al.*, 2002).

La malaxation de la pâte d'olive est réalisée en demi-cylindre dans des cuves munies d'un arbre horizontal, avec bras rotatifs et des lames en acier inoxydable de différentes formes et tailles. Elle sont équipées d'une chemise chauffante permettant la circulation d'eau chaude (Di Giovacchino *et al.*, 2002).

d. Séparation des différentes phases : l'huile est séparée par pressage ou par centrifugation horizontale. Certains décanteurs sont des décanteurs triphasés, séparant la pâte en trois composants à savoir l'huile, l'eau, et les grignons secs ; tandis que les décanteurs à deux phases produisent deux composants : l'huile et le marc humide (Kailis, 2017).

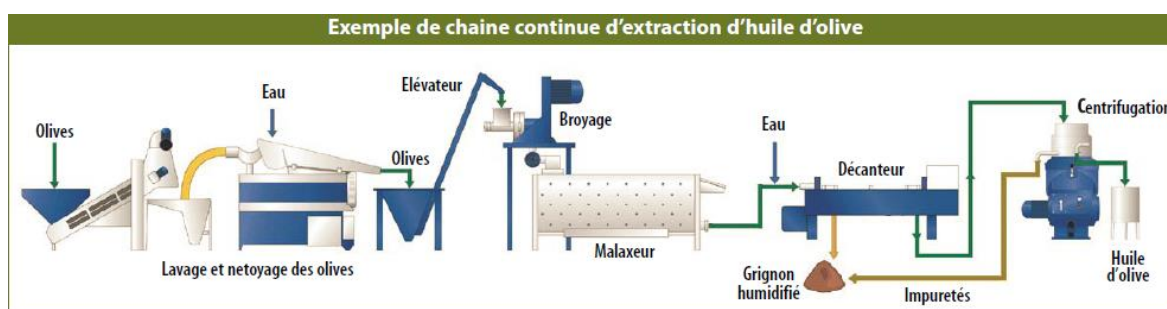


Figure 4 : Exemple de chaîne continue d'extraction d'huile d'olive (Chimi, 2006).

II.3. Définition et classification des huiles d'olive

L'huile d'olive est l'huile provenant uniquement du fruit de l'olivier (*Olea europaea*), à l'exception des huiles obtenues par solvants ou par des procédés de réestérification et de tout mélange avec des huiles d'autres natures (Codex Alimentarius, 1989).

Les diverses qualités d'huile d'olive sont définies par le Codex Alimentarius, la Commission de l'Union Européenne (CE) et le Conseil Oléicole International (COI). Les réglementations et les normes fournissent des plages de valeurs définies pour les propriétés physico-chimiques et pour la composition en acides gras, stérols et autres constituants naturellement présents ou dus à une transformation (**Boskou, 2015**). Le conseil oléicole international a répertorié plusieurs catégories d'huiles dont les huiles vierges consommables en l'état, les huiles d'olives vierges qui doivent être traitées avant leur consommation ainsi que les huiles de grignon d'olives. Dans ces trois grandes catégories une classification est effectuée selon de nombreux critères de qualité donnés par le COI et dont le critère majeur est l'acidité libre exprimée en gramme d'acide oléique pour cent gramme d'huile (**COI, 2016**). Outre l'acidité, les autres critères importants de la qualité sont l'indice de peroxyde, les propriétés organoleptiques et les caractéristiques spectrophotométriques (**Boskou, 2000**).

Tableau II: Critères de qualité des différentes catégories d'huile d'olive (**COI, 2016**).

Critères	Huiles d'olive consommable en l'état			Huiles d'olive avec traitement		
	HOEV	HOV	HOVC	HOVL	Huile d'olive raffinée	Coupage huile d'olive raffinée-HOV
Caractéristiques organoleptiques :						
- Fruité	Me > 0	Me > 0	Me = 0	-	-	-
- Défaut	Me = 0	0 < Me < 2,5	2,5 < Me < 6,0	Me > 6,0	-	-
Acidité libre (% d'acide oléique)	≤ 0,8	≤ 2,0	> 3,3	≤ 3,3	≤ 0,3	≤ 1
Indice peroxyde (meq O₂/kg)	≤ 20	≤ 20	≤ 20	Non limitée	≤ 5	≤ 15
Extinction (UV)						
- K ₂₃₂	≤ 2,5	≤ 2,6	-	-	-	-
- K ₂₇₀	≤ 0,22	≤ 0,25	≤ 0,3	-	≤ 1,25	≤ 1,16
Teneur en eau et matières volatiles	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,3	≤ 0,1	≤ 0,1

II.4. Composition générale des huiles d'olive

Les huiles d'olives sont composées majoritairement de triglycérides (99%) et secondairement d'AGL, représentant la partie saponifiable (**Boskou, 2006 ; 2015**). D'autres composés appartenant à la catégorie des lipides insaponifiables sont aussi présents, on les regroupe également sous l'appellation de composé mineurs ; la richesse de l'huile d'olive en ces derniers constitue l'une de ces caractéristiques principales (**Jacotot, 1996**).

La composition des huiles est différente d'un échantillon à un autre et selon la zone de production, la latitude, le climat, la variété et le stade de maturité du fruit (**Boskou, 2006**).

II.4.1. La fraction saponifiable

a. Les acides gras

Les principaux acides gras présents sous forme de glycérides dans l'huile d'olive sont les acides gras suivants : oléique, linoléique, palmitoléique, palmitique, et stéarique. L'acide oléique est représenté à des teneurs beaucoup plus élevées que les autres acides (**Kiritsakis et Markakis, 1988**), celui-ci constitue jusqu'à 80% des acides gras et présente un intérêt primordial dans la médecine préventive (**Jacotot, 1996**). La composition en acides gras constitue l'un des critères de pureté des huiles d'olives dont les teneurs sont données par le COI (tableau III).

Tableau III : Teneurs des principaux acides gras des huiles d'olives (**COI, 2015**).

Acides gras	Formule	Teneurs en % (m/m) de EMAG
Acide myristique	C14 :0	≤ 0,03
Acide palmitique	C16 :0	7,50-20
Acide palmitoléique	C16 :1	0,30-3,50
Acide heptadécanoïque	C17 :0	≤ 0,3
Acide héptadécénoïque	C17 :1	≤ 0,3
Acide stéarique	C18 :0	0,50-5
Acide oléique	C18 :1	55-83
Acide linoléique	C18 :2	2,50-21
Acide linoléénique	C18 :3	≤ 1
Acide arachidique	C20 :0	≤ 0,6
Acide gondoïque	C20 :1	≤ 0,4
Acide béhénique	C22 :0	≤ 0,2
Acide lignocérique	C24 :0	≤ 0,2

b. Les triglycérides :

La plupart des acides gras de l'huile d'olive sont présents sous forme de triglycérides, le triglycéride majoritaire se présente sous forme de trioléine ; les triglycérides les plus prédominants sont donnés dans le tableau IV.

Tableau IV: Les principaux triglycérides retrouvés dans l'huile d'olive (**Boskou, 2000**).

Triglycéride	Teneurs en %
OOO	40 à 59
POO	12 à 20
OOL	12,5 à 20
POL	5,5 à 7,5
SOO	3 à 7

Avec : P : Acide Palmitique S : Acide Stéarique
L : Acide Linoléique O : Acide Oléique

II.4.2. Fraction insaponifiable

Ce sont des composés qui sont présents en faible quantité dans l'huile et sont appelés "composants mineurs" (**Fedeli, 1977**). Ils constituent environ 0.5 à 1.5% de l'huile (**Boskou, 2000**). Cette fraction est représentée par les composants suivants :

- Les hydrocarbures où le squalène est prédominant, celui-ci est retrouvé en plus grande quantité dans les huiles d'olives que dans les autres huiles végétales (**Fedeli, 1977 ; Kiritsakis et Markakis, 1988**) et il est un précurseur de la synthèse des stérols (**Boskou, 2000**).

- Les polyphénols, représentent la fraction polaire et sont généralement obtenus à partir de l'huile par extraction avec du méthanol-eau (**Boskou, 2000**), ces derniers sont responsables de la bonne stabilité à l'oxydation des huiles d'olive et réduisent les risques de maladies cardiovasculaires (**Ollivier et al., 2004**). De plus, ils présentent également des propriétés nutritionnelles et organoleptiques intéressantes (**Boskou, 2000 ; Ollivier et al., 2004**) notamment par la saveur « Fruité vert » très appréciée par les consommateurs. Cependant, une trop grande concentration en polyphénols est responsable d'un goût amer excessif et déplaisant non apprécié par le consommateur bien qu'il s'agisse d'un critère de qualité pour l'huile (**Ollivier et al., 2004**). Les huiles d'olive vierges sont riches en composés phénoliques appartenant à diverses familles (phénols et hydroxy phénols, acides et alcools phénols, sécoïridoïdes, lignanes, flavonoïdes) (**Kiritsakis et Markakis, 1988 ; Ollivier et al., 2004**).

- Deux types de pigments sont retrouvés et sont responsables de la teinte de l'huile d'olive : les caroténoïdes et les chlorophylles (**Boskou, 2006**). Le β -carotène et la lutéine constitue les principaux caroténoïdes de l'huile d'olive (**Boskou, 2000**), la phéophytine quant à elle constitue la principale classe de chlorophylles. La teneur en pigments est influencée par le cultivar, l'indice de maturation des olives, la zone de production, le système d'extraction et les conditions de stockage (**Boskou, 2006**). Outre leur rôle de colorant dans l'huile, ces derniers présentent également des activités antioxydantes intéressantes (**Boskou, 2006**).

- Les tocophérols, les stérols, les composés volatils, représentent aussi une partie de la fraction insaponifiable (**Boskou, 2015**).

II.5. Particularités biochimiques des huiles d'oléastre

Les huiles d'olive sauvage seraient une nouvelle source d'huile d'olive comestible (**Hannachi et al., 2013**). Selon **Baccouri et al., (2008)**, les olives étudiées produisent des huiles de bonne qualité en termes d'acides gras, d'antioxydants naturels et de stabilité oxydative. Les paramètres de qualité montrent une similitude pour la catégorie d'huile d'olive extra vierge en conformité à la norme établie par le règlement de la COI (**Baccouri et al., 2008**) ; **Bouarroudj et al., 2016**). De plus, les huiles d'oléastre présenteraient un profil intéressant en termes de composés mineurs, composés volatils et phénoliques (**Dabbou et al., 2011**).

L'étude menée par **Hannachi et al. (2013)**, montre qu'il existe un équilibre qualitatif en acides gras, de stérols, de chlorophylles et de polyphénols entre oléastre et olivier cultivé.

Une variation quantitative apparaît par la richesse en acide oléique et en polyphénols pour les huiles d'oléastre (**Hannachi et al., 2013**). La richesse en composés actifs est appuyée par l'étude de **Bouarroudj et al. (2016)** qui confirme des teneurs plus élevées en phénols, ortho-phénols, tocophérols, et révèle la présence de deux composés non décrits habituellement dans les huiles d'olive à savoir : eriodictyol et la naringénine.

Les huiles d'oléastre étudiées par **Boucheffa et al. (2014)** montrent une composition quantitative différente. Le tableau V souligne les teneurs en acide oléique, polyphénols et tocophérol d'huiles d'olivier sauvage et cultivée trouvées par différents auteurs.

Tableau V : Teneurs en acide oléique, phénols et ortho-phénols de quelques huiles d'olivier sauvage et cultivé, Algériennes et Tunisiennes.

	Origine	Echantillons	Acide oléique (% AG)	Polyphénols totaux (mg/kg)	Ortho-diphénols (mg/kg)	Tocophérols (mg/kg)	Référence	
Huile d'oléastre	Tunisie	Olch2	71,55	215,5	ND	ND	Hannachi <i>et al.</i> (2012)	
		Olch1	47,03	537,6				
	Algérie	Z12	78,4	355	176,3	586	Baccouri <i>et al.</i> (2008)	
		H3	76,8	435,3	217,6	781		
		Olea 2	72,17	242	52	87		Bouarroudj <i>et al.</i> (2016)
		Olea 3	64,69	341	50	182		
Oléastre 2	68,60	672	ND	320	Boucheffa <i>et al.</i> (2014)			
Oléastre 5	65,74	117		169				
Huile d'olive cultivé	Tunisie	Chemlali	64,89	214,7	ND	ND	Hannachi <i>et al.</i> (2012)	
		Chetoui	57,20	490,6				
	Algérie	Chemlali	54,82	131	11	ND	Baccouri <i>et al.</i> (2009)	
	Algérie	Extra vierge commerciale	76,14	327	20	107	Bouarroudj <i>et al.</i> (2016)	

II.6 Intérêt de l'huile d'oléastre

L'huile d'oléastre a une composition qualitativement identique à celle de l'huile d'olive, elle est donc aussi très riche en acides gras insaturés et en composés mineurs. Elle présente donc les mêmes effets nutritionnelles et thérapeutiques que l'huile d'olive. Néanmoins, sa probable supériorité quantitative en acides gras insaturés et en composés mineurs lui confèrent certaines particularités.

L'étude menée par **Belarbi *et al.* (2011)** affirme que deux cuillères par jour d'huile d'oléastre amélioreraient grandement le profil lipidique du plasma sanguin, en enregistrant des diminutions significatives de la concentration plasmatique en, triglycérides (24,8%), cholestérol total (12,13%), LDL (24,39%) et une hausse de (17,94%) des concentrations des HDL.

La richesse en composés phénoliques de l'huile d'oléastre fournit une protection contre le processus inflammatoire, réduit le stress oxydatif et préserve d'une dysfonction endothéliale dans le processus de l'athérosclérose (**Claro et al., 2014 ; Nasopoulou et al., 2014**).

Selon **Ghazghazi et al. (2015)**, l'huile d'oléastre a montré de fortes activités antiradicalaire, antibactérienne et antifongique sur des espèces microbiennes pathogènes. Les diamètres des zones d'inhibition et les valeurs minimales des concentrations inhibitrices pour les micro-organismes testés (*Escherichia coli*, *Salmonella typhimurium*, *Staphylococcus aureus*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Aeromonas hydrophila*, *Listeria monocytogenes*, et *Bacillus cereus*), deux moisissures (*Aspergillus niger* and *Aspergillus flavus*) et une levure (*Candida albicans*) sont respectivement compris entre 13 et 18 mm et entre 3,12- 25 mg/ml.

CHAPITRE II

Expérimentation

Partie 1

Matériel & Méthodes

I. Matériel végétal

I.1. Echantillonnage

Cette étude a été réalisée sur six échantillons d'huile d'olive provenant de la wilaya de Bejaia (figure 5).

- Cinq échantillons d'oléastre dont quatre (Oléa 1, Oléa 2, Oléa 3 et Oléa 4) ont été récoltés manuellement et un échantillon d'huile d'oléastre commercial (Oléa 5).
- Un échantillon de la variété locale *Chemlal* récolté à la main pour servir de comparaison entre huile d'olive et huile d'oléastre.

Le choix des oliviers à récolter s'est basé sur la diversité morphologique des feuilles et de la drupe. La charge en fruits de l'arbre est également prise en compte afin d'obtenir une quantité suffisante d'huile. La date et les lieux de la récolte sont donnés dans le tableau VI.

Tableau VI : Dates et lieux de récolte des échantillons étudiés.

	<i>Chemlal</i>	Oléa 1	Oléa 2	Oléa 3	Oléa 4	Oléa 5
Date	03/01/2018	17/01/2018	17/01/2018	09/02/2018	09/02/2018	Acheté le 02/04/2018 à Seddouk.
Lieu de récolte	Ferme Mira Tazemalt.	I.T.A.F.V de Takerietz.	I.T.A.F.V de Takerietz.	Terrain privé à Takerietz.	Terrain privé à Takerietz.	

I.2. Extraction

L'extraction des huiles a été réalisée à l'aide d'un oléodoseur au laboratoire de la pépinière de L'I.T.A.F. V. de Takerietz selon le processus énuméré ci-dessous :

- Effeuilage et lavage.
- Broyage : réalisé au moyen de broyeurs à marteaux.
- Malaxage : la pâte est malaxée dans des bols en inox pendant 30 min par des agitateurs mécaniques.
- Centrifugation : à 4800 rpm pendant une minute.

Les huiles récupérées ont été mises dans des flacons en verre fumé étiquetés puis conservés au réfrigérateur à 4°C avant l'analyse.



Chemlal



Oléa 1



Oléa 2



Oléa 3



Oléa 4

Figure 5 : Photographies des olives et noyaux des échantillons récoltés.

II. Analyse des fruits

II.1. Indice de maturité

L'indice de maturité est évalué selon la méthode mise au point par l'Institut National des Recherches Agronomiques de Jean en Espagne. Un groupe de 100 olives a été sélectionné au hasard, l'analyse est effectuée en visualisant la couleur de l'épiderme puis celle de la pulpe après découpage horizontale de la drupe. Les fruits sont classés selon la coloration dans les groupes donnés dans le tableau VII.

Tableau VII: Classification des fruits selon la coloration de l'épiderme et de la pulpe.

	Couleur de l'épiderme	Couleur de la pulpe
Groupe 0	Vert intense ou vert foncé	/
Groupe 1	Jaune ou vert jaunâtre	/
Groupe 2	Jaunâtre avec des taches rougeâtres	/
Groupe 3	Rougeâtre violet clair	/
Groupe 4	Noir	Encore entièrement verte
Groupe 5	Noir	Violette jusqu'à la moitié de son épaisseur
Groupe 6	Noir	Violette jusqu'au noyau
Groupe 7	Noir	Entièrement foncé

L'indice est exprimé selon la relation :

$$IM = \frac{\sum(Ni \times Xi)}{100}$$

Ni : numéro du groupe.

Xi : nombre de fruit par groupe.

II.2. Paramètres pomologiques

Le poids et les dimensions (longueurs et largeurs) du fruit seraient des caractéristiques variétales de l'olivier et représentent une grande importance dans le commerce, que ce soit pour la détermination de la valeur marchande des olives ou pour la finalité du produit (production d'huile ou d'olives de table) (Ajana *et al.*, 1999).

Vingt fruits de chaque échantillon sont sélectionnés aléatoirement afin d'étudier leurs poids, longueurs et largeurs ainsi que le rapport longueur/largeur. Les fruits sont aussi dépulpés et lavés pour déterminer les mêmes paramètres sur les noyaux.

II.3. Détermination de la teneur en huile des olives

La méthode Soxhlet CEE (2568/91), est employée pour la détermination de la matière grasse de nos échantillons. Elle repose sur la caractéristique des lipides à être très solubles dans les solvants organiques.

L'extraction est réalisée à partir de 15 g de pâte séchée, au moyen de 150 ml d'hexane. Au bout de 4 heures d'extraction et après évaporation du solvant, la quantité d'huile contenue dans les olives est déterminée par gravimétrie selon la formule suivante :

$$\text{Rendement (\%)} = \left(\frac{M - M_0}{PE} \right) \times 100$$

M : masse du ballon après extraction.

M₀ : masse du ballon vide.

PE : prise d'essai.

III. Analyse de la qualité des huiles

III.1. Analyses physiques

III.1.1. Densité

La densité est le rapport de la masse d'un volume d'huile à 20°C, et la masse d'un même volume d'eau distillée à la même température. Le principe consiste à effectuer des pesées successives de volume égal d'huile et d'eau (Wolff, 1968).

Un pycnomètre est nettoyé et mis à sécher dans une étuve pendant une heure. Le poids du pycnomètre vide est déterminé, de même que le poids du pycnomètre rempli d'eau distillée à 20°C. L'opération de séchage est reconduite pour ensuite peser le pycnomètre rempli d'huile à 20°C. L'expression du résultat est donnée par le rapport suivant :

$$D_{20^{\circ}\text{C}} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0}$$

m0 : masse du pycnomètre vide.

m1 : masse du pycnomètre rempli d'eau distillée à 20°C.

m2 : masse du pycnomètre rempli d'huile à 20°C.

III.1.2. Viscosité

L'analyse de la viscosité a été réalisée par l'intermédiaire d'un viscosimètre rotationnel de type Brookfield VR 3000, dont le principe est d'appliquer une force de mouvement à un produit en mettant en rotation à vitesse précise, une tige de taille fixe. La résistance de l'échantillon au mouvement de rotation est enregistrée par l'appareil et est converti en unité viscosimétrique (**Rialland et Perron, 1976**). Les conditions d'analyse sont les suivantes :

- Type de tige : L2
- Vitesse de rotation : 200 rpm
- Température de l'échantillon : 21°C.

III.1.3. Indice de Réfraction

Par définition, l'indice de réfraction d'une matière est le rapport entre la vitesse de la lumière dans le vide et la vitesse de la lumière dans le corps transparent. Il caractérise le pouvoir qu'a cette matière ralentir et à dévier la lumière (**Rooth et al., 2006**).

La norme suivie est celle de l'**IUPAC (1992)**, les mesures sont réalisées à l'aide d'un réfractomètre oculaire de type ABBE, en fixant la température à 20°C. Quelques gouttes d'échantillon d'huile sont étalées sur une fenêtre sur laquelle est ensuite positionné un prisme et la lampe d'éclairage. Le principe est de centrer dans un oculaire deux zones, une sombre et une claire, par rapport à l'intersection de deux diagonales fixes. Le résultat est lu instantanément.

III.2. Analyses chimiques

III.2.1. Acidité

L'acidité est déterminée selon le protocole de la **CCE (2685/91)**. Une prise de 5 g d'huile est dissoute dans 20 ml d'éthanol éther-di-éthylique à 95% (v/v), les fonctions carboxyliques libres sont dosées par titrage d'une solution de KOH à 0,1 N en présence d'un indicateur

coloré, la phénolphthaléine. La fin du dosage est marquée par l'apparition d'une couleur rose pale.

Un essai témoin a été effectué en l'absence de matière grasse et ce afin d'éliminer la possible acidité du solvant. L'acidité est exprimée en pourcentage de poids d'acide oléique, par la formule suivante :

$$\text{Acidité (\%)} = \frac{(Cb - Cb_0) \times N \times M}{10 * PE}$$

Cb : volume de KOH (en ml) nécessaire pour neutraliser les AGL présents dans l'huile.

Cb₀ : volume de KOH (en ml) nécessaire pour neutraliser l'éventuelle acidité du solvant.

M : Masse molaire de l'acide oléique (282 g/ mol).

N : Normalité de la solution de KOH.

PE : Prise d'essai.

III.2.2. Indice de Peroxyde

L'indice de peroxyde d'un corps gras est le nombre de microgrammes de peroxyde actif contenu dans un gramme de produit, ce paramètre nous renseigne sur le degré d'oxydation de l'huile (COI, 2009). En milieu acide, les hyperoxydes réagissent avec l'ion iodure pour générer de l'iode qui est titré par une solution de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon (UICPA, 1979).

Le protocole suivi est celui de la CEE (2685/91). Une quantité de 2 g d'huile est dissoute dans 10 ml de chloroforme auquel on ajoute 15 ml d'acide acétique glacial et 1 ml d'une solution d'iodure de potassium saturé, le tout est agité pendant une minute puis mis à l'obscurité pour 15 min. Quelques gouttes d'empois d'amidon sont ajoutées avant de titrer avec une solution de thiosulfate de sodium 0.01 N. Les résultats sont exprimés en milliéquivalent d'oxygène actif par kg d'huile selon la formule :

$$IP(\text{meqO}_2/\text{kg huile}) = \frac{Cb - Cbo \times 1000 \times T}{PE}$$

T : titre ou normalité de la solution de thiosulfate de sodium (Na₂ S₂O₃).

Cbo : Chute de burette témoin, volume de thiosulfate versé dans le blanc (en ml).

Cb: Chute de burette, volume de thiosulfate versé dans la prise d'essai (en ml).

PE : prise d'essai en grammes.

III.2.3. Extinction spécifique dans l'UV

L'examen spectrophotométrique dans l'ultraviolet peut fournir des indications sur la qualité d'une matière grasse, sur son état de conservation et sur les modifications dues aux processus technologiques (CEE, 1991). En effet, l'extinction spécifique d'une huile est une image de son état d'oxydation, plus son extinction à 232 nm est élevée, plus elle est oxydée par la présence d'hydroperoxyde. De même, plus l'extinction à 270 nm est forte, plus l'huile est riche en produits secondaires d'oxydation qui traduit ainsi sa faible aptitude à la conservation (Wolff, 1968).

L'extinction spécifique dans l'UV a été déterminée selon le protocole défini par la (CEE 2568/91). Une prise de 0,5 g d'échantillon est dissoute dans 50 ml de cyclohexane, l'absorbance de la solution est mesurée dans une cuve en quartz à l'aide d'un spectrophotomètre aux deux longueurs d'onde 232 et 270 nm contre un blanc contenant uniquement le solvant. Les extinctions spécifiques à 232 et 270 nm sont exprimées comme suit :

$$E = \frac{Abs}{C * L}$$

E : Extinction spécifique à la longueur d'onde spécifique.

Abs : Densité optique à la longueur d'onde spécifique.

C : Concentration de la solution à analyser g/100ml.

L : Longueur de la cuve en cm.

IV. Composition biochimique des huiles étudiées

IV.1. Profil qualitatif et quantitatif en acides gras

Les corps gras solides ou liquides sont essentiellement composés d'esters d'acides gras de glycérol (triacylglycérols ou TAG). Du fait de leur masse moléculaire élevée et leur très faible volatilité, les TAG sont difficiles à analyser directement par chromatographie en phase gazeuse (CPG). Les acides gras eux-mêmes ne réagissent pas bien à la chromatographie (à l'exception des AG à courte chaîne), la pratique recommandée consiste donc à former des esters méthyliques d'acides gras (EMAG), avant la CPG (Christie, 1990).

IV.1.1. Préparation des esters méthyliques

Les esters méthyliques ont été préparés à basse température selon la méthode **CEE (1991)**.

A 0,2 g d'huile sont ajoutés 3 ml d'hexane et 0,4 ml de KOH méthanoliques 2N, et le tout est agité vigoureusement pendant 30 secondes. Après décantation, on récupère 1 à 2 gouttes de la phase supérieure que l'on dilue dans 1 ml d'hexane dans des tubes propres qui sont mis au réfrigérateur.

Les esters méthyliques préparés ont été transportés dans une glacière puis sont analysés par CPG au niveau de Ecole Nationale Supérieure d'Agronomie d'El Harrach.

IV.1.2. Analyse chromatographique

La chromatographie en phase gazeuse est une technique permettant de séparer les composés d'un mélange transporté à travers une colonne contenant une phase stationnaire à l'aide d'un gaz vecteur. Les différents AG du mélange se séparent et sortent de la colonne les uns après les autres en fonction de l'affinité à la phase stationnaire de ces molécules.

A la sortie de la colonne, un détecteur identifie et quantifie les AG en fonction de leurs temps de rétention au niveau de la colonne par comparaison à des AG étalons, et le taux de chaque AG est déterminé par le calcul des aires des pics correspondants (annexe 3).

Un volume de 3 μ l des EMAG est injecté dans un chromatographe en phase gazeuse de type CHROMPACK CP 9002. Les conditions d'analyse sont les suivantes :

- Colonne capillaire : Cp Sil 88 CB (5% Phényl + 95% diméthylpolysiloxane) ; Longueur : 30m ; Diamètre intérieur : 0,32 mm ; Epaisseur : 0.25 μ m.
- Four (soumis à un gradient de température): 150 °C \rightarrow 220 °C, à raison de 4 °C /min
- Détecteur : FID (260°C)
- Injecteur : Split 1/100 (250°C)
- Gaz vecteur : Azote
- Vitesse du papier : 0.5 cm/min

IV.2. Dosage des polyphénols

IV.2.1. Extraction :

Les composés phénoliques représentent la fraction polaire de l'huile d'olive et sont généralement obtenus par extraction liquide-liquide avec du méthanol 80% (**Boskou, 2000**).

Leur extraction repose sur l'affinité des polyphénols pour la phase méthanolique. Elle est réalisée selon la méthode décrite par **Ollivier *et al.* (2004)**. 5g d'échantillon d'huile a été dissoute dans 5 ml de méthanol/eau (80/20). Après une brève agitation, la solution résultante est centrifugée à 3800 rpm pendant 15 min. Les phases méthanoliques constituant le surnageant sont récupérées dans des tubes qui sont ajustés à leur tour à 25 ml d'une solution méthanol 80%.

IV.2.2. Dosage des composés phénoliques totaux

Le dosage des polyphénols totaux a été réalisé selon le protocole décrit par **Ollivier *et al.* (2004)**. Le réactif de Folin constitué d'acide phosphotungstique et phosphomolybdique, réagit en milieu alcalin avec les polyphénols pour donner un mélange de tungstène et de molybdène de couleur bleue. Cette coloration est proportionnelle à la quantité de phénols et absorbe à une longueur d'onde de 765 nm (**Georgé *et al.*, 2005**).

A 2 ml d'extrait phénolique sont ajoutés 0,5 ml du réactif de Folin-Ciocalteu, et 4 ml de carbonate de sodium à 10% (p/v) après trois minutes, puis on ajoute 12,5 ml d'eau distillée, enfin le tout est incubé à l'obscurité pendant 90 min. La quantification est réalisée par mesure de l'absorbance à 765 nm, et est exprimée en mg équivalent d'acide gallique en se référant à une courbe d'étalonnage (annexe 1).

IV.2.3. Dosage des ortho-diphénols

Les o-diphénols sont la classe d'antioxydants la plus puissante (hydroxytyrosol, acide caféique) (**Ollivier *et al.*, 2004**). Leur dosage est réalisé selon le protocole décrit par **Ollivier *et al.* (2004)**, dont le principe est la formation d'un complexe jaune entre les ions molybdate et les ortho-diphénols qui absorbe à 370 nm.

A 2 ml d'extrait méthanolique sont ajoutés 0,5 ml de solution de molybdate de sodium di-hydraté à 5% (p/v) dans un mélange d'éthanol-eau 1/1 (v/v), le tout est ensuite vigoureusement agité et incubé à l'obscurité pendant 15 min. La lecture est faite à 370 nm contre un blanc contenant 2 ml d'extrait et 0,5 ml éthanol eau 1/1 (v/v). La quantité d'ortho-phénols est exprimée en mg équivalent d'acide caféique en se référant à une courbe d'étalonnage (annexe1).

IV.3. Indice d'amertume

L'évaluation de l'amertume devient un important domaine de recherche sur l'huile d'olive dans la mesure où l'intensité de l'amertume et de piquant est liée à la qualité et la quantité des composés phénoliques présents dans l'huile (Servili *et al.*, 2013).

La détermination de l'indice d'amertume est réalisée selon le protocole décrit par Gutiérrez Rosales *et al.* (1992). Une colonne d'octadécyle C18 est préalablement activée avec 6 ml de méthanol et 10 ml hexane. 1g d'huile d'olive filtré est dissout dans 4 ml d'hexane et est élué à travers la colonne que l'on lave ensuite avec de l'hexane pour éliminer toute trace de gras. La fraction polaire contenant les molécules responsables de l'amertume est éluée avec 25 ml de méthanol à 95%. L'absorbance est ensuite mesurée contre un blanc contenant uniquement du méthanol. Les résultats sont exprimés par la formule suivante :

$$K = \frac{A_{225}}{C}$$

K : Indice d'amertume.

A₂₂₅ : Absorbance à 225 nm.

C : Concentration d'huile en g/100 ml.

IV.4. Dosage des pigments

Les pigments sont responsables de la teinte de l'huile d'olive. Deux classes sont retrouvées : les caroténoïdes et les chlorophylles. Le β-carotène et la lutéine constituent les principaux caroténoïdes de l'huile d'olive tandis que la phéophytine constitue la catégorie majoritaire des chlorophylles (Boskou, 2006).

Le dosage des pigments a été réalisé suivant la méthode proposée par Minguez-Mosquera *et al.* (1991). Une quantité de 4,5 g d'huile est diluée avec 15 ml de cyclohexane, les absorbances à 470 nm (caroténoïdes) et à 670 nm (chlorophylles) ont été mesurées contre un blanc contenant uniquement le solvant. La teneur en caroténoïdes a été déterminée en s'appuyant sur une courbe d'étalonnage réalisée avec le β-carotène (annexe 2). Pour les chlorophylles, l'expression des résultats a été évaluée comme suit :

$$\text{Chlorophyles} \left(\frac{\text{mg}}{\text{kg}} \right) = \frac{A_{670} \times 10^6}{E \times T \times 100}$$

A_{670} : Absorbance à 670 nm.

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

$E = 613$ et c 'est l'extinction spécifique de la phéophitine

V. Etude de l'activité antioxydante

V.1. Activité antiradicalaire au radical DPPH

Le composé chimique 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl (DPPH) est un radical libre et stable de couleur violette. Il possède un électron non apparié sur un atome du pont d'azote et absorbe au maximum à 517 nm, sa réduction par un donneur de protons (antioxydant), conduit à l'apparition d'une couleur jaunâtre qui sera suivie par spectrométrie UV-Visible (**Chandra Shekhar et Goyal, 2014**). Les pourcentages d'inhibition du radical DPPH sont déterminés selon la formule suivante :

$$\text{Pourcentage d'inhibition du DPPH (\%)} = \frac{(A_c - A_e)}{A_c} \times 100$$

A_c = Absorbance contrôle.

A_e = Absorbance de l'échantillon.

V.1.1. Activité antiradicalaire de l'huile

L'activité antiradicalaire des échantillons contre le radical DPPH a été déterminée selon le protocole décrit par **Ramadan et Moersel (2006)**. Son principe est basé sur la décoloration de la solution de DPPH lors de sa réduction par les antioxydants.

A 1 ml d'échantillon d'huile sont ajoutés 3,9 ml d'une solution de DPPH toluénique à 10^{-4} M, le mélange est ensuite agité pendant 10 secondes au vortex. La lecture se fait après incubation à l'obscurité pendant 30 min à une longueur d'onde de 517 nm.

Cette activité est exprimée en mg d'équivalent de BHT en se référant à une courbe d'étalonnage (annexe 1).

V.1.2. Activité antiradicalaire des extraits méthanoliques

L'activité antiradicalaire des extraits méthanoliques contre le radical DPPH est déterminée selon le protocole décrit par **Kalantzakis et al. (2006)**. 0,5 ml d'extrait a été mélangé avec 2,5 ml de solution DPPH préparée à 10^{-4} M dans du méthanol. L'absorbance est mesurée à 517 nm après 30 min d'incubation à l'obscurité. L'activité antiradicalaire est

exprimée en mg d'équivalent d'acide gallique/kg d'huile en se référant à une courbe d'étalonnage (annexe 1).

V.2. Pouvoir réducteur (FRAP : ferric reducing antioxidant power)

Le test du pouvoir réducteur consiste à évaluer l'aptitude de l'échantillon à donner un électron convertissant le fer de la forme Fe^{3+} à la forme Fe^{2+} . Celle-ci peut être quantifiée par la mesure de la formation de la couleur bleue à 700 nm. Une absorbance élevée indique que l'échantillon possède un grand pouvoir réducteur et donc une activité antioxydante importante (**Barros *et al.*, 2007**).

A 2,5 ml d'extrait méthanoliques sont ajoutés 2,5 ml de tampon phosphate de sodium 0,2 M (pH 6,6) et 2,5 ml de solution de ferricyanure de potassium $[K_3Fe(CN)_6]$ à 1%. Le mélange réactionnel est incubé à 50°C pendant 20 min, à la fin de l'incubation, 2,5 ml d'acide trichloracétique à 10% ont été ajoutés au mélange et le tout a été centrifugé à 3000 rpm pendant 10 minutes. On récupère ensuite 2,5 ml de surnageant que l'on mélange à 2,5 ml d'eau distillée et 0,5 ml de chlorure ferrique à 0,1% (**Singh *et al.* (2007)**).

La solution colorée a été lue à 700 nm. Le blanc est composé des mêmes réactifs cités plus du méthanol à 80%. Les résultats sont exprimés en se référant à une courbe d'étalonnage faite avec l'acide caféique (annexe 2).

V.3. Stabilité oxydative

La stabilité oxydative a été évaluée par la méthode de Rancimat. Cette stabilité est exprimée comme le temps d'induction mesuré avec l'appareil Metrohm 892 Professional Rancimat, en utilisant un échantillon d'huile de 3 g chauffé à 120°C et un débit d'air de 10 litres par heure. A travers cette méthodologie bien établie, les produits volatils d'oxydation extraits de l'huile sont dissous dans de l'eau ultrapure, indiquant indirectement le degré d'oxydation du corps gras à travers la hausse de la conductivité de l'eau (**Haddada *et al.*, 2008**).

VI. Analyse statistique :

Une analyse de variance (ANOVA) et le test de Newman-Keuls ont été réalisés en utilisant le logiciel STATISTICA 5.0. Le degré de signification des résultats a été pris à la probabilité $p < 0.05$. La Classification Ascendante Hiérarchique (CAH) et l'analyse en composantes principales (ACP) ont été appliquées sur les échantillons d'huile en fonction des caractères physiques, acides gras et caractères chimiques. L'analyse a été effectuée en utilisant le logiciel XLSTAT 2009.1.02.3.

Partie 2

Résultats & Discussion

I. Analyse des fruits

I.1. Indice de maturité (IM)

L'oléastre 1 présente l'indice de maturité le plus élevé (7), suivi des oléastres 2 et 3 avec une valeur de (6,7), et enfin de *Chemlal* et de l'oléastre 4 avec des valeurs respectives de (5,7) et (5,6).

Le niveau de maturation des olives est fonction :

- Des périodes de récolte, en effet, plus tard est la récolte plus l'indice de maturation devrait être élevé, cependant, nous remarquons que nos oléastres ne répondent pas à cette affirmation, l'oléastre 1 a été récolté avant les oléastres 3 et 4 mais il présente un indice de maturité plus élevé.

- De la variété, selon **El Antari et al. (2003)**, l'effet variétal influencerait l'entrée en maturité de certaines variétés. La variété *Chemlal* est réputée pour sa maturation tardive, le même phénomène est également observé chez certains oléastres.

- D'autres facteurs, **Barone et al. (1994)** affirment que la variation de la maturité du fruit pourrait être due à de nombreux facteurs : génétiques, climatiques ou encore à la charge des arbres en fruits. **Dag et al. (2011)** observent une relation inversement proportionnelle entre la charge en fruits et l'indice de maturité.

I.2. Paramètres pomologiques

Les résultats des caractéristiques pomologiques effectuées sont consignés dans le tableau VIII.

Tableau VIII : Poids et dimensions des fruits et noyaux des échantillons cueillis.

Echantillons		Oléa 1	Oléa 2	Oléa 3	Oléa 4	<i>Chemlal</i>
Fruit	Poids moyen (g)	0,95±0,16 ^b	1,05±0,19 ^b	0,59±0,15 ^a	1,19±0,17 ^c	1,65±0,20 ^d
	Longueur (mm)	16,14±1,02 ^b	13,59±1,69 ^a	14,05±1,06 ^a	14,66±1,18 ^{ab}	18,95±0,64 ^c
	Largeur (mm)	9,73±0,54 ^b	10,56±0,92 ^b	8,44±0,30 ^a	10,34±1,08 ^b	10,83±0,94 ^b
	Longueur/Largeur	1,66±0,14 ^b	1,31±0,23 ^a	1,66±0,11 ^b	1,42±0,09 ^a	1,75±0,09 ^b
Noyau	Longueur (mm)	12,81±1,33 ^a	10,93±1,96 ^a	10,60±0,57 ^a	10,85±0,67 ^a	14,64±1,19 ^b
	Largeur (mm)	5,72±0,73 ^a	5,99±0,75 ^{ab}	5,59±0,73 ^a	6,62±0,90 ^{ab}	6,92±0,24 ^b
	Longueur /Largeur	2,24±0,21 ^c	1,83±0,27 ^{ab}	1,89±0,12 ^{ab}	1,65±1,31 ^a	2,11±0,21 ^{bc}

*Les moyennes dans une même ligne suivies de lettres différentes indiquent une différence significative ($p < 0,05$).
Les résultats sont arrangés par ordre croissant $a < b < c < d$.

I.2.1. Paramètres du fruit

Le poids moyen des fruits étudiés varie entre 0,59 et 1,65 g, selon la classification donnée par **Abaza et al. (2002)**, les oléastres 1 et 3 appartiendraient à la variété à petits fruits (<1g), alors que les oléastres 2, 4, ainsi que l'olivier *Chemlal* seraient classés en tant que variété à fruit moyen (1-2 g). Les poids moyens trouvés sont supérieurs aux résultats obtenus par **Hannachi et al. (2008)** lors de leur étude sur des oléastres Tunisiens où les valeurs oscillent entre 0,21 et 0,91 g.

Les longueurs et largeurs des fruits d'oléastres étudiés concordent avec les dimensions trouvées par **Boucheffa et al. (2014)** sur des oléastres Algériens, contrairement aux oléastres Tunisiens étudiés par **Hannachi et al. (2008)** qui affichent des valeurs quelque peu différentes s'étendant de 13,53 à 21,04 mm pour la longueur et de 11,58 à 19,31 mm pour la largeur. Les différences obtenues entre les oléastres pourraient être dues à de nombreux facteurs qui influenceraient la taille de la drupe, tels que le climat, l'irrigation ou encore la charge de l'arbre en fruits (**Hannachi et al., 2007**).

Le rapport de la longueur sur la largeur des fruits permet de déterminer la forme de la drupe. Le **COI (2000)** a proposé une classification de la forme des fruits selon ce rapport, il permet de classer les oléastres 2 et 3 en forme ovoïde et les oléastres 1, 4 et *Chemlal* en forme allongée.

Tous les oléastres présentent des poids moyens ainsi que des dimensions inférieures à l'olivier cultivé *Chemlal*, concordant avec les études de **Green (2002)**, qui affirme que la drupe de l'oléastre comparée à celle de l'olivier, mesurerait moins d'un centimètre de long et posséderait un mésocarpe assez mince.

I.2.2. Paramètres du noyau

Les oléastres étudiés présentent des noyaux de longueur allant de 10,60 à 12,81 mm et de largeur variant entre 5,59 et 6,72 mm, toutes inférieures aux dimensions de l'olivier cultivé *Chemlal*. Selon **Bouby et Terral (2016)**, les dimensions des noyaux permettraient de différencier entre olivier cultivé et sauvage.

L'analyse statistique révèle des différences significatives ($p < 0,05$). entre les noyaux des oléastres et ceux de la variété *Chemlal*.

Les caractéristiques des noyaux des oléastres étudiés sont inférieures à celles retrouvées dans l'étude menée par **Hannachi *et al.* (2008)** sur des oléastres Tunisiens où les valeurs varient entre 9,08 et 14,64 mm de longueur et de 6,27 à 7,68 mm de largeur. Selon la classification donnée par le **COI (2000)** permettant de relier le rapport longueur/largeur des noyaux aux formes de ces derniers, nous pouvons classer nos oléastres comme suit :

- L'oléastre 4 possède un noyau ovoïde.
- Les oléastres 2, 3 ainsi que *Chemlal* ont un noyau elliptique.
- L'oléastre 1 possède un noyau allongé.

I.3. Détermination de la teneur en huile des olives

Les rendements en huile sont exprimés en pourcentage de matière sèche et sont donnés dans la figure 6. Les oléastres 1, 2 ainsi que *Chemlal* présentent les teneurs en huile les plus élevées (plus de 30%), alors que les oléastres 2 et 3 affichent des rendements assez faibles de 19,55% et 18,13% respectivement.

L'analyse statistique révèle en effet des différences significatives ($p < 0,05$) entre les six échantillons, mais aucune différence n'est notée entre les oléastres 2 et 3, ainsi qu'entre les oléastres 1, 4 et *Chemlal*.

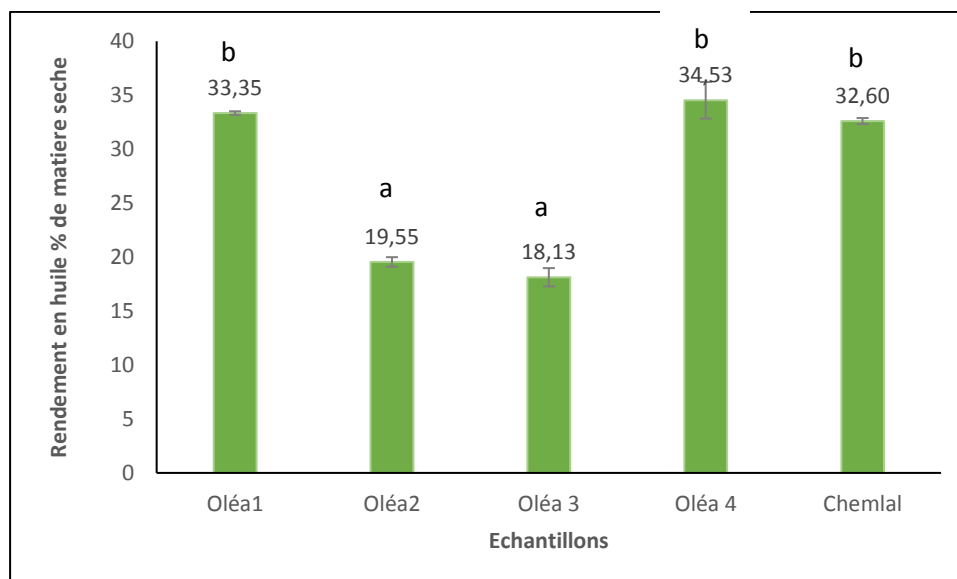


Figure 6 : Rendement en huile des échantillons d'huiles étudiés.

*Des lettres différentes indiquent que la différence est significative ($p < 0,05$).

En tenant compte de la classification donnée par **Tous et Rommero (1993)**, nous pouvons affirmer que tous nos échantillons appartiennent à la catégorie des variétés à faible rendement en huile (<38%). L'ensemble des échantillons étudiés présentent des rendements inférieurs à ceux trouvés par **Bouarroudj et al. (2016)** lors de leur étude sur des oléastres Algériens dont les valeurs étaient comprises entre 15 et 43 %, mais sont supérieurs aux oléastres d'origine Tunisienne étudiés par **Hannachi et al. (2013)** où les teneurs variaient de 10,42 à 23,09 %.

Selon de nombreux auteurs, les oléastres diffèrent des oliviers cultivés par leur faible teneur en huile. Deux oléastres sur quatre étudiés, répondent à cette affirmation et présentent des rendements largement inférieurs à celui de la variété *Chemlal*, alors que les oléastres 1 et 4 indiquent des rendements similaires voire plus élevés que *Chemlal*. Cela pourrait être dû au fait que ces deux derniers sont des oléastres de type féral. En effet, l'étude menée par **Hannachi et al. (2008)** montre qu'il existe des différences entre olivier cultivé, féral et oléastre vrai pour de nombreux critères de distinction, et que l'oléastre féral se rapprocherait davantage de l'olivier cultivé.

II. Analyse de la qualité des huiles

II.1. Analyses physiques

Les propriétés physiques de l'huile d'olive sont des indicateurs de pureté et sont donc capables de révéler des cas de fraudes (**D'Aygalliers, 2013**).

Les résultats des indices de qualité physique sont donnés dans le tableau IX. Ils révèlent de faibles variations des indices de réfraction et des densités des différents échantillons.

Tableau IX : Indices de qualité physique des huiles étudiées.

Echantillon	Indice de réfraction	Densité	Viscosité (mPa)
Oléa 1	1,4668 ±0,0004 ^a	0,915±0,0001 ^c	63,5±0,70 ^a
Oléa 2	1,4670±0,0007 ^a	0,912±0,0001 ^a	64±1,41 ^a
Oléa 3	1,4671±0,0001 ^a	0,913±0,0002 ^c	64±0,70 ^a
Oléa 4	1,4675±0,0001 ^a	0,914±0,0001 ^d	69±0,70 ^a
Oléa 5	1,4671±0,0001 ^a	0,912±0,0001 ^b	64±0,00 ^b
<i>Chemlal</i>	1,4673±0,0004 ^a	0,913±0,0001 ^c	73,5±0,70 ^c

*Les moyennes dans une même colonne suivies de lettres différentes indiquent une différence significative ($p < 0,05$). Les résultats sont arrangés par ordre croissant $a < b < c < d < e$.

Les densités de nos échantillons varient entre 0,913 et 0,915, et sont légèrement supérieures aux densité des oléastres étudiés par **Bouarroudj et al. (2016)** avec des valeurs

oscillant de 0,910 à 0,911. L'analyse statistique révèle une différence significative ($p < 0,05$) entre les échantillons à l'exception des échantillons 4 Et 5. Bien qu'ils soient de différente densité, ils répondent tous aux normes indiquées par le **Codex Alimentarius (1989)** pour une HOV puisqu'ils sont compris entre 0,910 et 0,916.

L'indice de réfraction varie en fonction de la longueur de la chaîne latérale et du degré d'insaturation des acides gras entrant dans la composition des huiles (**Chéneveau, 1917**). L'analyse de la variance ne révèle aucune différence ($p < 0,05$) entre les échantillons étudiés, cependant, l'indice de réfraction de l'oléastre 1 ne répond pas aux normes fixées par le **Codex Alimentarius (1989)**, ce qui pourrait être expliqué par sa faible teneur en AGI, particulièrement en acide oléique (47,86%).

La fluidité ou la viscosité d'une huile est caractérisée par la facilité plus ou moins grande avec laquelle elle s'écoule, cette propriété peut servir à déceler les coupages de l'huile d'olive (**D'Aygalliers, 2013**).

Les huiles étudiées présentent des viscosités dont les valeurs sont comprises entre 63,5mPa et 73,5mPa pour l'oléastre 1 et *Chemlal* respectivement. Aucune différence significative ($p < 0,05$) n'est notée entre les oléastres 1, 2, 3 et 5. Tous les oléastres présentent des viscosités inférieures à celle de *Chemlal*, montrant ainsi la finesse et la légèreté des huiles d'oléastre (**Terral et Arnold Simard., 1996**). Les différences notées seraient liées à la composition chimique des huiles, selon **Karleskind (1992)**, la présence de fonctions secondaires et le degré de saturation influencent la viscosité de l'huile, celle-ci augmenterait avec le poids moléculaire et diminuerait avec l'augmentation du nombre d'insaturation. L'analyse en composante principale (figure 7) et la classification ascendante hiérarchique représenté en dendrogramme (figure 8) ont été réalisées pour une meilleure distinction des caractères physiques et pour définir les catégories de classification.

Les résultats de l'ACP, indiquent que deux facteurs (F1, F2) expliquent 84,29% de la variance totale, les deux axes F1 et F2 contribuent pour 51,23 et 33,06 % respectivement. Les variables, indice de réfraction et viscosité sont corrélées positivement avec l'axe 1, alors que la densité est corrélée avec l'axe 2. Une différence (dispersion) a été notée entre les différents échantillons qui se répartissent en groupes particulièrement pour la viscosité. L'huile de *Chemlal* posséderait des caractéristiques proches de l'oléastre 4, ce qui est confirmé par les résultats de la CAH (figure 8). Ceci nous laisse supposer que l'oléastre 4 serait féral.

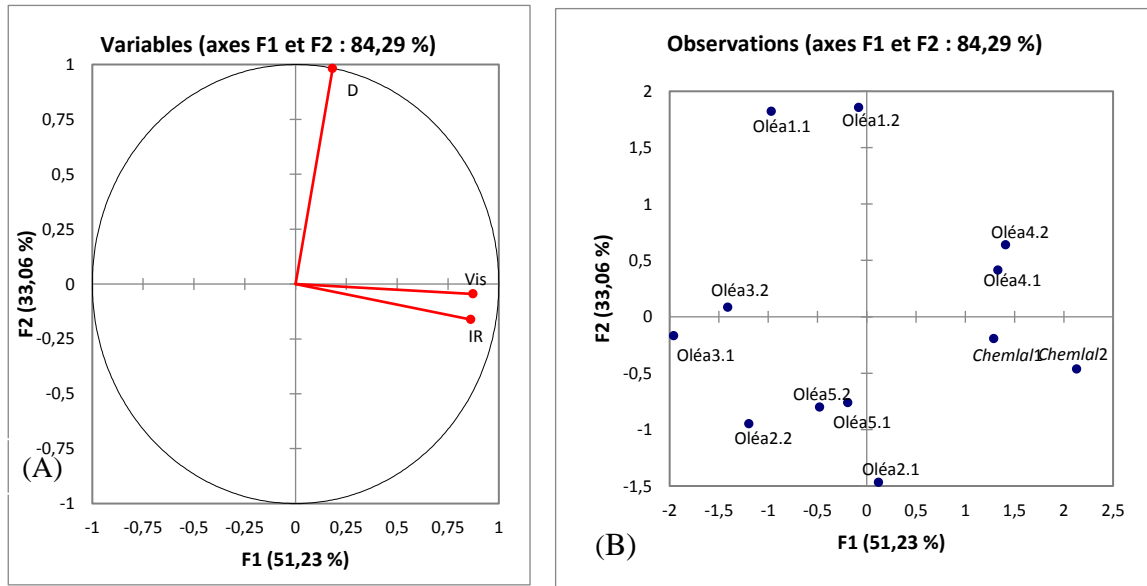


Figure 7 : Analyse de la composante principale (ACP) des caractères physiques des différents échantillons. (A) : Vecteur de distribution des caractères physiques. (B) : Représentation des huiles d'oléastres et l'huile de *Chemlal* sur les plans factoriels

D : Densité, **IR** : indice de réfraction, **Vis** : Viscosité.

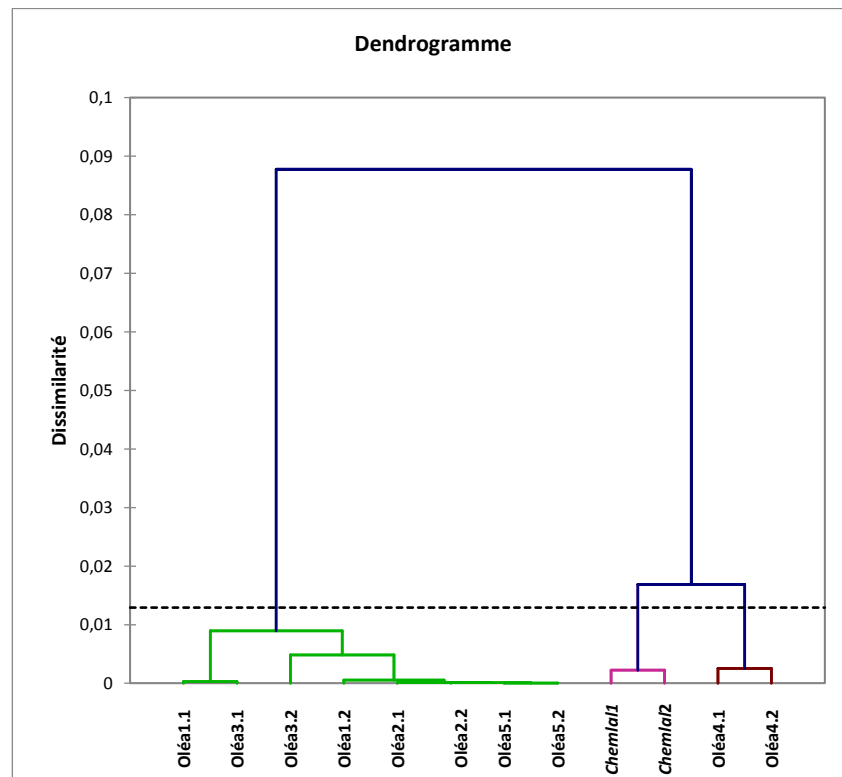


Figure 8: Dendrogramme des échantillons étudiés selon les caractéristiques physiques.

II.2. Analyses chimiques

II.2.1. Acidité

L'acidité d'une huile représente le pourcentage d'acides gras libres exprimé en acide oléique. D'après **Kiritsakis et Markakis (1988)**, outre l'oxydation, la rancidité hydrolytique serait le problème de qualité majeur des huiles d'olive. Celle-ci est liée à l'hydrolyse des glycérides causant l'augmentation consécutive de l'acidité totale et la détérioration de l'arôme.

Les résultats obtenus sont donnés dans la figure 9, les acidités sont comprises entre 0,16 et 2,98 % pour les oléastres 1 et 5 respectivement, l'analyse de la variance montre des différences significatives ($p < 0,05$) entre l'huile d'oléastre (5) et le reste des échantillons étudiés.

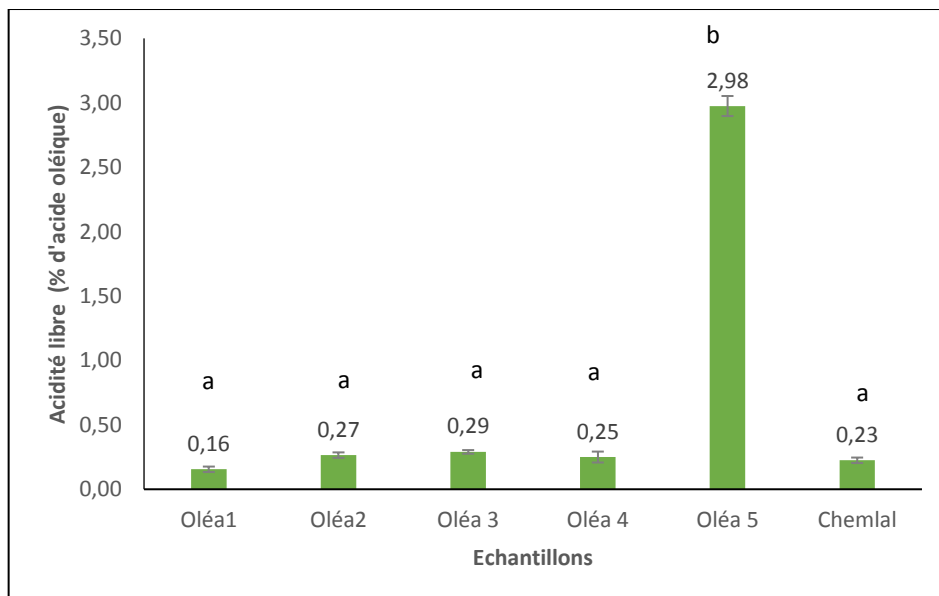


Figure 9 : Acidité des échantillons étudiés exprimée en pourcentage d'acide oléique.

**Des lettres différentes indiquent que la différence est significative ($p < 0,05$).*

Les faibles acidités des huiles extraites seraient explicables par de bonnes conditions de récolte et de conservation, un temps de stockage réduit et une extraction relativement immédiate. En effet, selon **Ajana et al. (1999)**, lorsque les olives sont immédiatement extraites après récolte, l'acidité est en-dessous de 0,50 %. L'huile d'oléastre 5 (commerciale) présente l'acidité la plus élevée (2,98%), d'où l'hypothèse de mauvaises conditions de récolte,

d'extraction et de stockage de celle-ci, elle-même provenant d'une huilerie traditionnelle d'après l'étiquetage.

Les résultats trouvés pour l'acidité indiquent que les cinq huiles sont classées dans la catégorie des huiles d'olive extra vierge (HOEV) et ce selon la classification donnée par le **COI (2016)**, (acidité inférieure à 0,8%), alors que l'huile d'oléastre 5 serait quant à elle classée dans la catégorie d'huile d'olive vierge courante.

II.2.2. Indice de peroxyde (IP)

L'indice de peroxyde évalue la teneur en hydroperoxydes présents dans l'huile d'olive et mesure l'oxydation des lipides (**Haddada et al., 2008**).

Les valeurs de l'IP enregistrées dans la Figure 10, indiquent un maximum de 11,5 meq d'O₂/kg pour les huiles récoltées et sont inférieures à la limite (20 meq d'O₂/kg) fixée par le **COI (2016)** pour la catégorie d'HOEV. Cependant, une importante valeur de 45 meq d'O₂/kg est enregistrée pour l'huile d'oléastre commerciale traduisant une forte oxydation de l'huile, qui sera par conséquent classée dans la catégorie des huiles d'olive vierges lampantes destinées aux industries du raffinage ou à des usages techniques (**COI, 2016**).

L'analyse statistique montre qu'il existe une différence significative ($p < 0,05$) entre les échantillons, mais qu'aucune différence n'est notée entre les oléastres 4, 3, 2 et 1 ainsi qu'entre les oléastres 1, 2 et *Chemlal*.

D'après **Kiritsakis et Markakis (1988)**, le rancissement oxydatif est le principal facteur de détérioration des huiles d'olive pendant le stockage. Il est dû à l'oxydation des acides gras insaturés conduisant à la formation ultérieure de composés possédant un goût et une odeur désagréable.

L'IP élevé de l'oléastre 5 serait directement lié aux conditions de production : récolte, stockage et trituration. Les différences entre les échantillons récoltés dans des conditions d'extraction similaires seraient quant à elles dues à la diversité en composition des huiles.

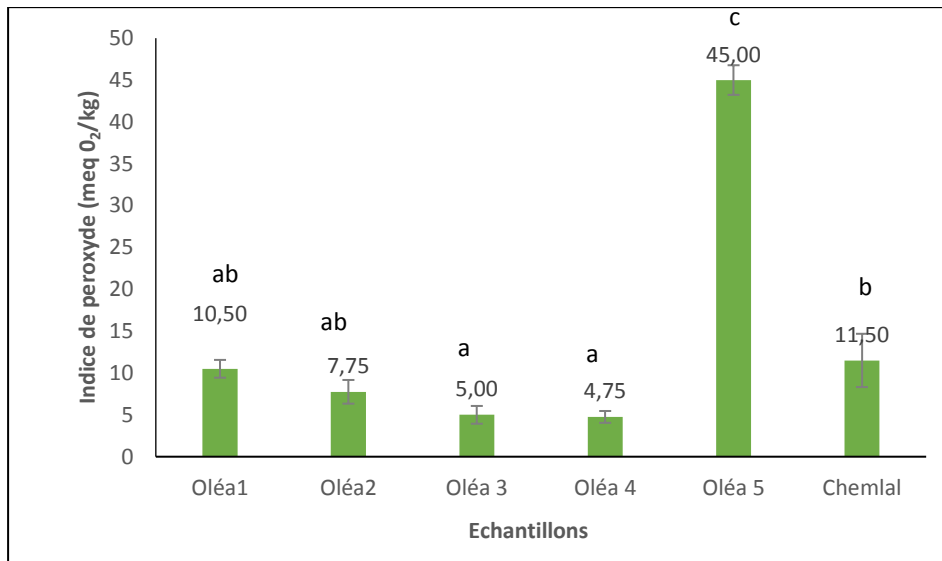


Figure 10 : Indice de peroxyde des échantillons d'huile étudiés en meq O₂/kg.

**Des lettres différentes indiquent que la différence est significative (p<0,05).*

II.2.3. Extinction spécifique dans l'UV

L'extinction spécifique de l'huile d'olive dans l'UV est une image de son état d'oxydation. En effet, l'oxydation conduit à la formation des diènes conjugués qui absorbent à 232 nm, lorsque cette dernière se poursuit elle conduit à la formation de produits secondaires d'oxydation qui présentent une absorbance maximale vers 270 nm (Wolff, 1968).

L'analyse de la variance montre des différences significatives (p<0,05) entre les échantillons (figure 11). Les valeurs varient entre 1,38 et 2 respectivement pour l'oléastre 1 et *Chemlal* à la longueur d'onde 232 nm, alors qu'elles oscillent entre 0,08 et 0,34 à 270 nm pour *Chemlal* et l'oléastre 5, respectivement.

Les valeurs obtenues montrent que les absorbances spécifiques à 232 nm, sont conformes aux limites fixées par le **COI (2016)** pour une HOEV à savoir K₂₃₂ inférieur ou égal à 2,5 et ce pour les six échantillons d'huile étudiés. Cependant, le coefficient d'extinction spécifique à 270 nm est conforme aux limites établies par le **COI (2016)** pour une HOEV seulement pour les cinq échantillons récoltés (K₂₇₀ inférieur à 0,22), l'huile d'oléastre 5 présente quant à elle un coefficient d'extinction spécifique à 270 nm de 0,34 révélant ainsi la présence d'une forte quantité de produits secondaires d'oxydation.

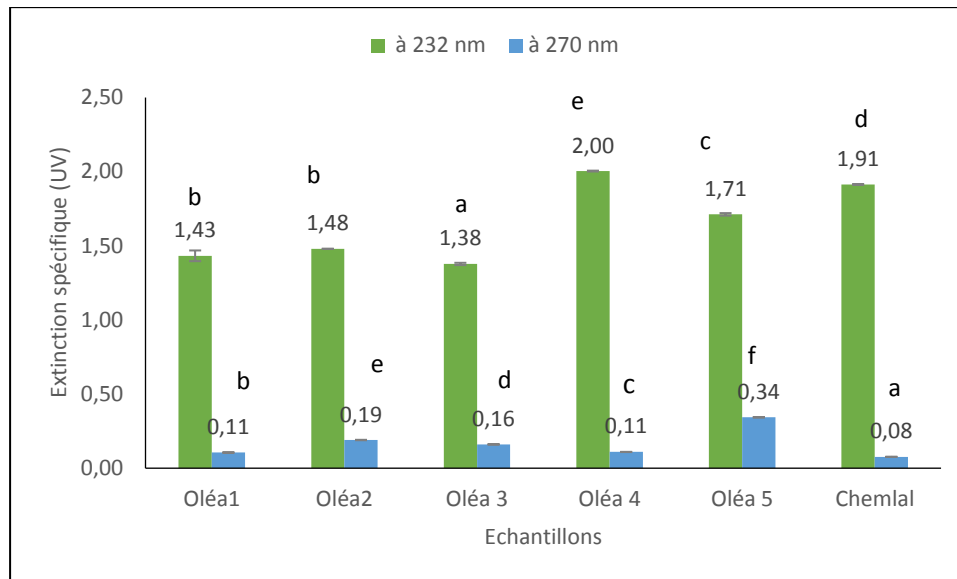


Figure 11 : Extinction spécifique des échantillons d'huile étudiés à 232 et 270 nm.

*Des lettres différentes indiquent que la différence est significative ($p < 0,05$).

III. Composition biochimique

III.1. Profil qualitatif et quantitatif en acides gras

Les résultats (tableau X) obtenus montrent une composition qualitative similaire entre les différents échantillons, toutefois, la composition quantitative permet de faire une distinction.

L'analyse statistique révèle des différences significatives entre les échantillons pour tous les acides gras à l'exception des acides gras arachidique, gondoïque et béhénique.

Hormis l'oléastre 1, les taux en acides gras des échantillons étudiés répondent aux intervalles fixés par le **COI (2015)**.

L'acide oléique est l'acide gras majoritaire, à l'exception de l'oléastre 1 et *Chemlal* qui présentent des teneurs de 47,86% et 59,06% respectivement, tous les oléastres étudiés présentent un taux d'acide oléique supérieur à 63%. L'oléastre 4 se distingue par la teneur la plus élevée avec un pourcentage de 71,70%. Les résultats obtenus pour l'acide oléique sont légèrement inférieurs à ceux de **Baccouri et al. (2006)** et **Bouarroudj et al. (2016)** avec des valeurs variant respectivement de (71,6 à 78,8 %) et (67,98 à 76,14%), mais sont supérieurs aux résultats trouvés par **Anwar et al. (2013)** sur des oléastres Pakistanais dont les valeurs varient entre 60 et 69,4%.

Tableau I : Composition en acides gras des échantillons d'huiles étudiés en pourcentage de EMAG.

Echantillon %EMAG	Oléa 1	Oléa 2	Oléa 3	Oléa 4	Oléa 5	Chemlal
C16 :0	23,04±0,0008 ^c	17,19±0,0098 ^b	16,82±0,0075 ^b	9,54± 0,0003 ^a	15,82±0,0008 ^b	17,23±0,0001 ^b
C16 :1	5,75±0,0005 ^d	1,77±0,0009 ^b	2,28±0,0011 ^c	1,13±0,0002 ^a	1,65±0,0001 ^b	2, 33±0,0002 ^c
C17 :0	0,14±0,0009 ^a	0,31±0,0001 ^b	0,09±0,0001 ^a	0,09±0,0001 ^a	0,19±0,0002 ^a	0,11±0,0001 ^a
C18 :0	1,82±0,0001 ^a	4,09±0,0003 ^e	5,13±0,0011 ^f	2,78±0,0001 ^c	3,46±0,0009 ^d	2,47±0,0001 ^b
C18 :1	47,86±0,0004 ^a	64,97±0,0059 ^c	64,75±0,0065 ^c	71,70±0,0009 ^e	66,18±0,0012 ^d	59,06±0,0017 ^b
C18 :2	19,66±0,0010 ^f	9,90±0,0011 ^b	9,48±0,0006 ^a	13,22±0,0005 ^d	11,06±0,0006 ^c	17,03±0,0013 ^c
C18 :3	0,81±0,0004 ^b	0,86±0,0006 ^b	0,56±0,0002 ^a	0,61±0,0001 ^a	0,59±0,0003 ^a	0,55±0,0001 ^a
C20 :0	0,37±0,0001 ^a	0,52±0,0011 ^a	0,46±0,0003 ^a	0,44±0,0002 ^a	0,57±0,0004 ^a	0,37±0,0001 ^a
C20 :1	0,25±0,0006 ^a	0,20±0,0007 ^a	0,15±0,0001 ^a	0,33±0,0001 ^a	0,32±0,0007 ^a	0, 30±0,0000 ^a
C22 :0	0,19±0,0011 ^a	0,17±0,0008 ^a	0,11±0,0001 ^a	0,14±0,0004 ^a	0,14±0,0002 ^a	0,10±0,0001 ^a
AGS	25,55±0,0011 ^d	22,27±0,0075 ^c	22,60±0,0082 ^c	12,98±0,0004 ^a	20,16±0,0010 ^b	20,27±0,0001 ^b
AGMI	53,85±0,0004 ^a	66,94±0,0057 ^c	67,18±0,0054 ^c	73,15±0,0011 ^e	68,14±0,0006 ^d	61,69±0,0015 ^b
AGI	74,32±0,0002 ^a	77,69±0,0074 ^b	77,21±0,0063 ^b	86,97±0,0004 ^d	79,79±0,0009 ^c	79,27±0,0004 ^c
AGI/AGS	2,91±0,0112 ^a	3,49±0,1505 ^b	3,42±0,1519 ^{b a}	6,70±0,0252 ^d	3,96±0,0240 ^c	3,91±0,0010 ^c
O/L	2,43±0,0141 ^a	6,57±0,0104 ^e	6,83±0,0228 ^f	5,43±0,0273 ^c	5,99±0,0236 ^d	3,47±0,0359 ^b

*Les moyennes dans une même ligne suivies de lettres différentes indiquent une différence significative ($p < 0,05$).
Les résultats sont arrangés par ordre croissant $a < b < c < d < e < f$.

L'acide linoléique affiche une valeur minimale et maximale de 9,48 et 19,66 respectivement, les valeurs trouvées sont supérieures à celles obtenues par **Baccouri et al. (2006)** sur des oléastres Tunisiens (6,88 à 18,35%). Les oléastres 2 et 3 à faible teneur en acide linoléique présenteraient une meilleure stabilité lors de la conservation, selon **Boskou (2006)**, cet acide gras est le principal responsable du vieillissement chimique de l'huile, il conviendrait que les huiles d'olive ne contiennent pas plus de 10 % de celui-ci pour une meilleure conservation de la qualité.

Les teneurs en acide linoléique varient de 0,55 pour *Chemlal* à 0,86 % pour l'oléastre 2, ces quantités sont supérieures à celles trouvées par **Baccouri et al. (2006)** et **Boucheffa et al. (2014)** lors de leurs études respectives sur des oléastres Tunisiens (0,46 à 0,80%) et Algériens (0,46 à 0,71%).

Les rapports Acide oléique/Acide linoléique montrent que les oléastres 2 et 3 présentent les valeurs les plus élevées avec 6,57 et 6,83 respectivement, alors que l'oléastre 1 est caractérisé par le rapport le plus faible 2,43. Ce dernier présente à la fois la teneur la plus faible en acide oléique, mais aussi la teneur la plus élevée en acide linoléique, et une concentration appréciable en acide linoléique (0,81%), cela serait en relation avec le niveau de maturation des olives. Selon **Gutiérrez et al. (1999)**, une récolte tardive provoquerait un effet inverse entre les deux acides gras, grâce à une enzyme, l'oléate désaturase qui transforme l'acide oléique en acide linoléique et linoléique, d'où les corrélations négatives respectives de (-0,78) et (-0,39).

L'acide palmitique est l'AGS majoritaire, les valeurs de ce dernier sont comprises entre 9,54 et 23,04 % pour les oléastres 2 et 1 respectivement. Les résultats retrouvés pour l'acide palmitique sont supérieurs à ceux trouvés par **Boucheffa et al. (2014)** et **Bouarroudj et al. (2016)** lors de leurs études sur des oléastres Algériens dont les valeurs respectives oscillent entre 12,34 et 18,18% et de 9,16 à 15,40 %.

La proportion totale en AGS varie de 12,98 à 25,55 %, pour les oléastre 4 et 1 respectivement, Il est à noter qu'il existe une corrélation de 0,92 entre acide palmitique et teneur totale en AGS alors que la proportion totale en AGMI est directement liée à la quantité en acide oléique avec une corrélation de 1. Les proportions en AGMI oscillent entre 53,85 et 73,15 % pour les oléastres 1 et 4 respectivement.

L'oléastre 1 présente le rapport AGI/AGS le plus faible (2,43), et l'oléastre 4 le rapport le plus élevé (6,70). L'analyse de la variance ne révèle aucune différence significative entre les oléastres 2 et 3 et entre l'oléastre 5 et *Chemlal*. Le rapport AGI/AGS est légèrement inférieur au rapport trouvé par **Bouarroudj et al. (2016)**.

Selon **Romero et al. (2003)**, les variations des AG seraient dues à des facteurs variétaux et environnementaux, tels que la lumière, la température, le stress hydrique etc. Ces derniers affectent le taux de biosynthèse des lipides et le métabolisme des olives.

En vue des différents résultats quantitatifs obtenus, les oléastres 2 et 3 présenteraient les profils les plus intéressants tant sur le plan nutritionnel que sur la stabilité oxydative, du fait de leurs teneurs appréciables en acide oléique, des teneurs moyennes en acide linoléique et linoléinique. L'oléastre 4 quant à lui serait intéressant uniquement sur le plan nutritionnel vu ses teneurs élevées en acide linoléique réduisant ainsi sa stabilité oxydative.

Afin d'obtenir une meilleure représentation de la diversité des oléastres en fonction du profil en acides gras une ACP est réalisée (figure 12).

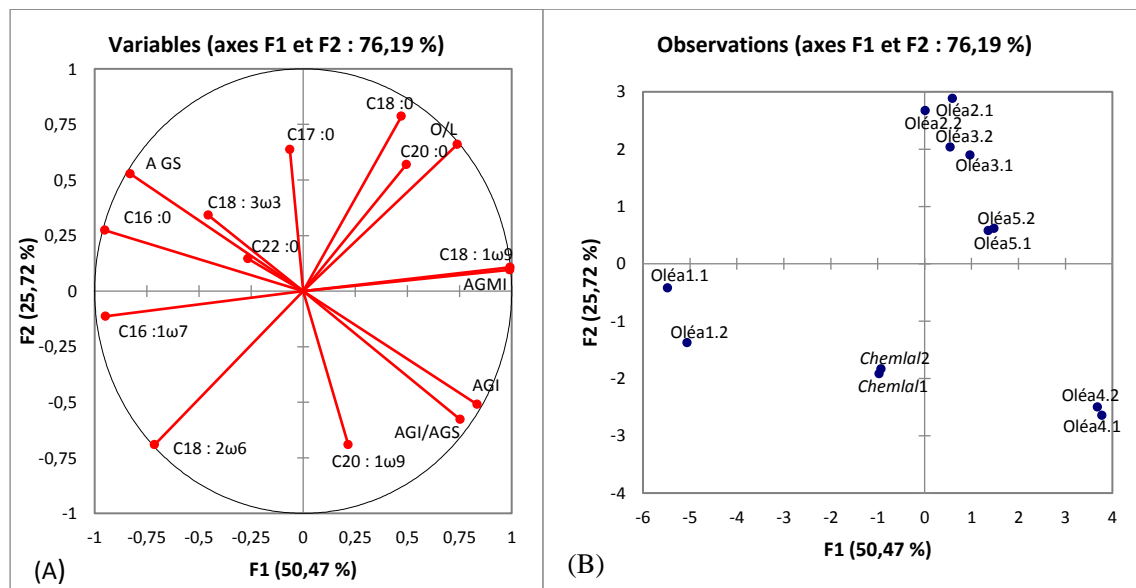


Figure 12 : Analyse de la composante principale (ACP) des acides gras des différents échantillons. (A) : Vecteur de distribution des acides gras. (B) : Représentation des huiles d'oléastres et l'huile de *Chemlal* sur les plans factoriels. O : oléique, L : linoléique

Les résultats de l'ACP (figure 12) montrent une nette dispersion des échantillons, ce qui reflète une variabilité entre les oléastres étudiés.

Le C18 :1 qui est l'acide gras majoritaire est corrélé positivement (0,99) avec l'axe1 alors que le C16 :0 et le C16 :1 sont corrélés négativement avec l'axe 2 avec des valeurs respectives de (-0,95) et (-0,94). Une corrélation négative est aussi notée entre le C18 :1 et C18 :2 (-0,77). L'individualisation des échantillons analysés est le résultat d'une forte variabilité intra-population. Une variabilité claire a été démontrée non seulement entre les oléastres, mais aussi entre *Chemlal* et les oléastres.

III.2. Dosage des polyphénols

III.2.1. Dosage des polyphénols totaux

Les composés phénoliques ont une importance fondamentale dans les caractéristiques nutritionnelles et sensorielles de l'huile d'olive vierge (Montedoro *et al.*, 1992).

Le dosage colorimétrique des polyphénols totaux des échantillons a révélé des teneurs variantes de 52,52 à 457 mg EAG/kg pour les oléastres 5 et 2 respectivement (figure 13).

A l'exception de l'échantillon d'oléastre 5, tous les oléastres présentent des teneurs en polyphénols totaux supérieures à *Chemlal*.

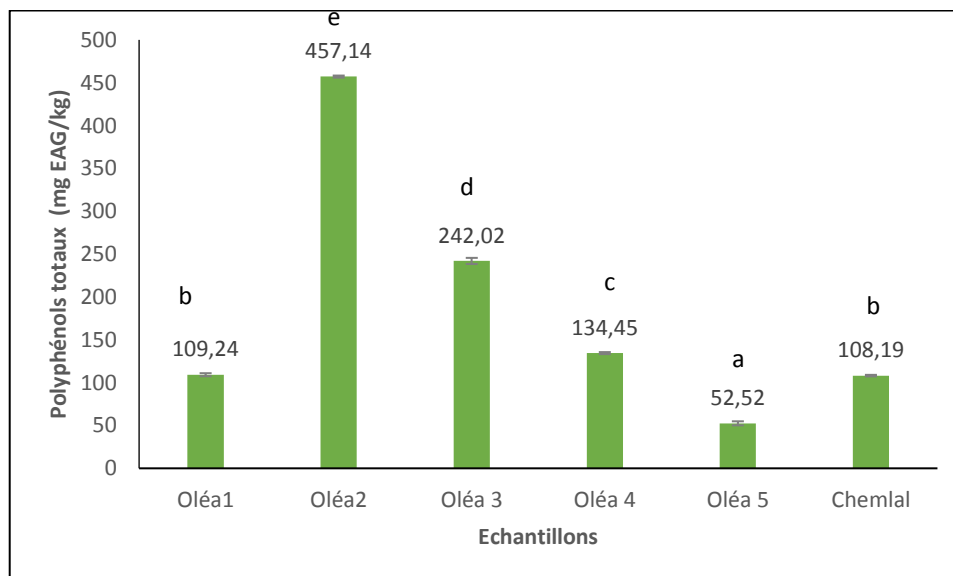


Figure 13 : Teneurs en polyphénols totaux des échantillons d'huile étudiés.

*Des lettres différentes indiquent que la différence est significative ($p < 0,05$).

L'analyse statistique montre des différences significatives ($p < 0,05$) entre les échantillons, néanmoins, aucune différence n'est constatée entre l'oléastre 1 et *Chemlal* avec des teneurs respectives de 109,24 et 108,19 mg EAG/kg.

Selon la classification proposée par **Montedoro et al. (1992)** permettant de répartir les variétés en fonction de la teneur en composés phénoliques, les oléastres 2 et 3 se situeraient dans la catégorie des variétés à teneur moyenne en polyphénols (200 à 500 mg EAG/kg) alors que le reste de nos échantillons appartiendrait à la catégorie des variétés à faible teneur en composés phénoliques (50 à 200 mg EAG/kg).

Les huiles d'oléastres étudiées montrent des teneurs en composés phénoliques légèrement inférieures à ceux étudiés par **Hannachi et al. (2013)** (59,58 et 537,6 mg EAG/kg), mais supérieures aux échantillons étudiés par **Bouarroudj et al. (2016)** avec des valeurs allant de 135,09 à 202 mg EAG/kg.

Plusieurs facteurs peuvent influencer la teneur en polyphénols : variété de l'olive, degré de maturité, qualité du sol ainsi que le procédé d'extraction utilisé et les conditions de conservation des huiles (**Ollivier et al., 2004**).

En considérant les facteurs précédents (climat, procédés d'extraction et conservation) ainsi que l'indice de maturité similaire entre les différents échantillons étudiés, seul le facteur variétal permet d'émettre l'hypothèse que les oléastres sont plus riches en polyphénols que les oliviers cultivés. En effet, l'étude menée par **Dabbou et al. (2011)** montre que l'huile d'oléastre étudiée semble intéressante en terme de composés mineurs (polyphénols et composés volatils). La richesse en composés phénoliques des huiles d'oléastres est explicable par sa résistance avérée aux conditions critiques comme le stress hydrique (**Durand et Terral, 2005**). En effet, le taux de composés phénoliques est plus élevé dans les huiles provenant de cultures soumises à la sécheresse que celles des cultures irriguées (**Tovar et al., 2001**). L'activité des enzymes responsables pour la synthèse de composés phénoliques, tels que la L-phénylalanine ammoniac-lyase, diffère selon les conditions de l'eau (**Morelló et al., 2005**), de plus, l'étude menée par **Baccouri et al. (2008)** sur les huiles d'oléastre montre que le facteur génétique influence la composition en phénols. La richesse en composés phénoliques des oléastres constituerait donc un critère de qualité.

La faible teneur enregistrée par l'oléastre 5 peut être expliquée par sa forte oxydation, notamment par un indice de peroxyde élevé enregistré (45 meq d'O₂/kg). D'après **Montedoro et al. (1992)**, il existerait une corrélation entre la teneur en polyphénols, AGL et en peroxydes.

III.2.2. Dosage des ortho-phénols

Les ortho-diphénols sont les principaux types de composés phénoliques de l'huile d'olive ayant des propriétés antioxydantes (Ollivier *et al.*, 2004).

Les teneurs en ortho-diphénols exprimées en mg équivalent d'acide caféique sont données dans la figure 14, leurs valeurs sont comprises entre 0,51 et 20,46 mg EAC /kg pour les oléastres 5 et 2 respectivement.

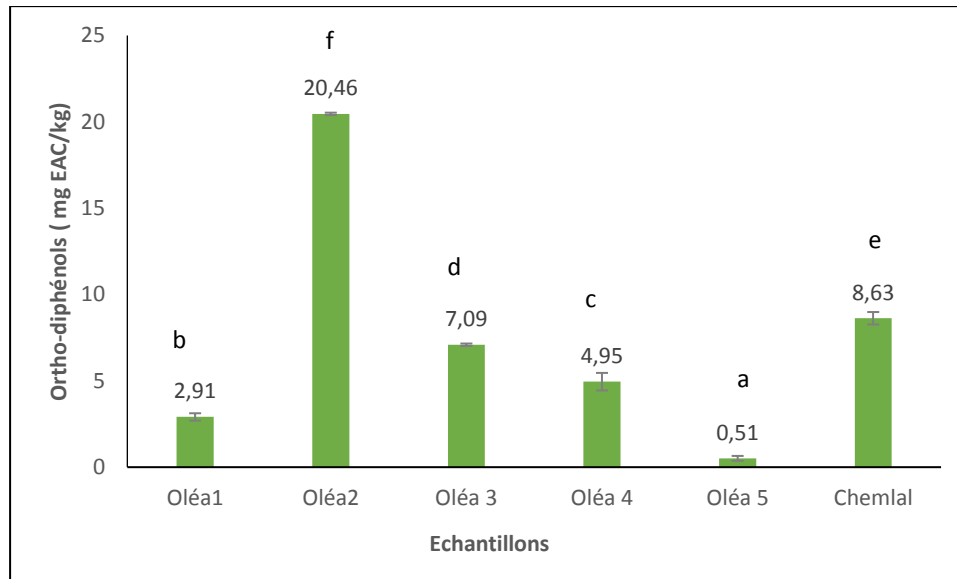


Figure 14 : Teneurs en ortho-diphénols des échantillons d'huiles étudiés

*Des lettres différentes indiquent que la différence est significative ($p < 0,05$).

L'analyse de la variance indiquent des différences significatives ($p < 0,05$) entre les échantillons.

Les extraits d'huile d'oléastre étudiés présentent des teneurs en ortho-phénols inférieures à celles obtenues par Bouarroudj *et al.* (2016) dont les valeurs oscillent entre 25 et 80,88 mg (EAC/kg), ainsi qu'à celles de Baccouri *et al.* (2011) (105 et 217,5 mg EAC/kg). Selon Baccouri *et al.* (2008), la teneur en ortho-phénols serait liée au niveau de maturation des olives, d'où les différences entre échantillons.

Les résultats obtenus pour le dosage des ortho-phénols sont en parfaite corrélation avec ceux du dosage des polyphénols totaux, présentant un coefficient de corrélation de 0,93.

III.3. Indice d'amertume

L'amertume à des intensités acceptables est considérée comme un attribut positif de goût pour les huiles d'olives vierges (Inarejos-Garcia *et al.*, 2009), par contre, une amertume

excessive est déplaisante, elle est généralement peu appréciée par les consommateurs (Ollivier *et al.*, 2004).

Les résultats des indices d'amertume sont donnés dans la figure 15, l'huile d'oléastre 2 se caractérise par l'indice d'amertume le plus élevé (7,31), alors que l'huile d'oléastre 5 présente la valeur la plus faible (3,03).

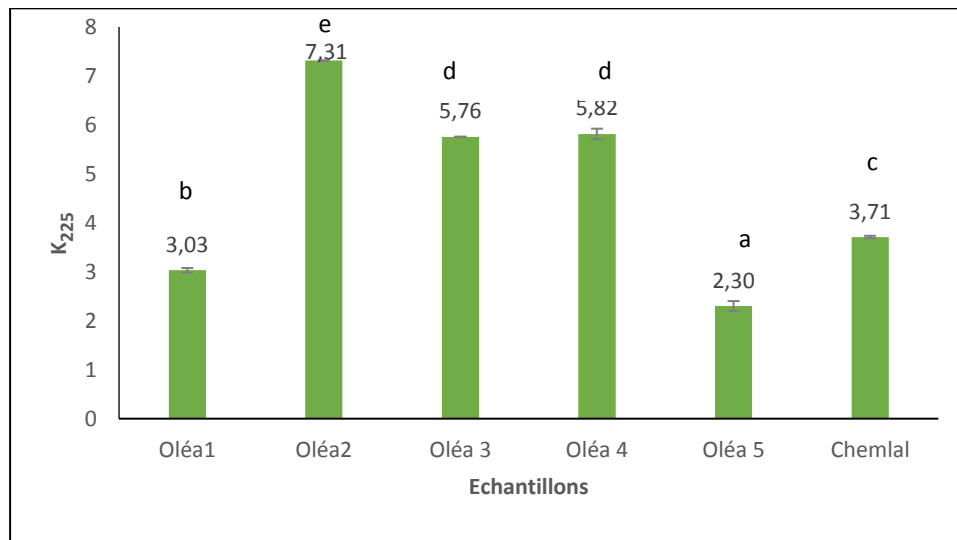


Figure 15 : Indice d'amertume des différents échantillons étudiés.

*Des lettres différentes indiquent que la différence est significative ($p < 0,05$).

L'analyse statistique montre des différences significatives ($p < 0,05$) entre les échantillons, cependant, aucune différence n'est enregistrée entre les oléastres 3 et 4.

Les Indices d'amertume obtenus sont supérieurs à ceux trouvés par **Bouarroudj *et al.* (2016)** sur des oléastres Algériens où les valeurs se situent entre 1,86 et 3,88.

Excepté les huiles d'oléastre 1 et 5, tous les autres oléastres présentent des indices d'amertume plus élevés que *Chemlal*. Ces résultats sont en parfaite corrélation avec les teneurs en polyphénols totaux et en ortho-phénols avec des coefficients de corrélation respectifs de 0,86 et 0,76 (annexe 5). En effet, selon **Inarejos-Garcia *et al.* (2009)** et **Ollivier *et al.* (2004)**, les polyphénols seraient les principaux responsables de l'amertume, cette dernière se trouverait être un caractère de défense contre les phytopathogènes, d'après **Amiot *et al.* (1989)**.

III.4. Dosage des pigments

La couleur de l'huile d'olive est directement liée au contenu en chlorophylles et en caroténoïdes. Selon **Minguez-Mosquera et al. (1991)**, les teneurs en pigments constitueraient un attribut supplémentaire pour l'évaluation de la qualité de l'huile d'olive vierge.

III.4.1. Chlorophylles

Les teneurs en chlorophylles exprimées en mg/kg d'huile sont données dans la figure 16, elles indiquent des valeurs comprises entre un minimum de 0,54 mg/kg et un maximum de 2,62 mg/kg pour les oléastres 4 et 3 respectivement.

L'analyse statistique révèle des différences significatives ($p < 0,05$) entre les échantillons, cependant, aucune différence n'est notée entre les oléastres 1, 5 et *Chemlal*.

Les teneurs en chlorophylles sont inférieures à celles trouvées par **Bouarroudj et al. (2016)**, dont les valeurs oscillent entre 5,06 et 8,48 mg/kg, et à celles de **Hannachi et al. (2013)** (1,27 et 13,45 mg/kg), mais sont supérieures à celles trouvées dans l'étude menée par **Boucheffa et al. (2014)** sur cinq oléastres Algériens (0,13-0,70 mg/kg).

Selon **Boskou (2006)**, la teneur en chlorophylles est influencée par la variété, l'indice de maturation, la zone de production, le système d'extraction et les conditions de stockage. Tous ces facteurs pourraient expliquer la faible teneur en chlorophylle de l'oléastre 5 (commercial), du fait que l'on ignore les conditions de récolte, de production et de stockage de ce dernier.

Toutefois, au vu des mêmes conditions d'extraction et de stockage pour les échantillons recueillis, les différences enregistrées en termes de chlorophylles seraient dues à la variété ou au niveau de maturation. En effet, le facteur variétal serait une hypothèse plausible, selon **Criado et al. (2008)**, la teneur en chlorophylles diminue au cours de la maturation des olives suite à la réduction de l'activité photosynthétique.

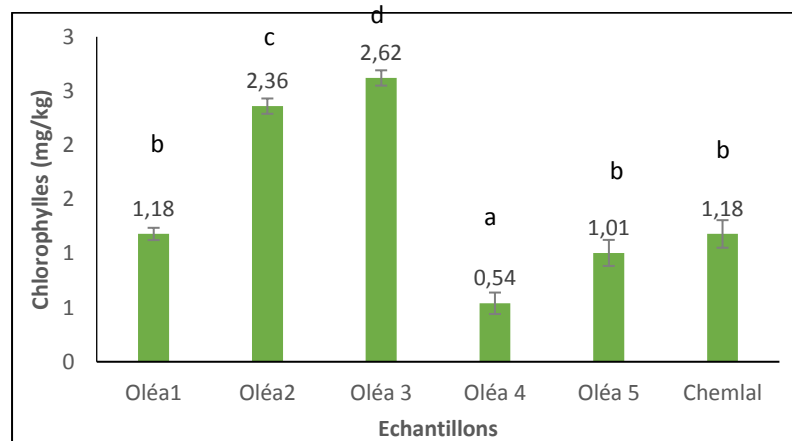


Figure 16 : Teneurs en chlorophylles des échantillons d'huiles étudiés.

*Des lettres différentes indiquent que la différence est significative ($p < 0,05$).

III.4.2. Caroténoïdes

L'analyse statistique révèle des différences significatives ($p < 0,05$) entre les échantillons (figure 17), ces derniers présentent des teneurs en caroténoïdes variant entre 2,52 mg/kg pour l'oléastre 4 à 22,12 mg/kg pour l'oléastre 2. Excepté l'oléastre 4, tous les autres oléastres présentent des teneurs en caroténoïdes supérieures à l'huile d'olive *Chemlal* (4,13 mg/kg).

Les teneurs en caroténoïdes de nos échantillons d'oléastre sont largement supérieures à celles des oléastres étudiés par **Boucheffa et al. (2014)** (0,57 à 1,47 mg/kg) et **Baccouri et al. (2008)** (1 à 4,18 mg/kg).

Le rapport chlorophylles/caroténoïdes est inférieur à l'unité pour l'ensemble des échantillons étudiés, indiquant que la fraction jaunâtre est dominante, concordant avec les résultats trouvés par **Bouarroudj et al. (2016)** lors de son étude sur des oléastres Algériens.

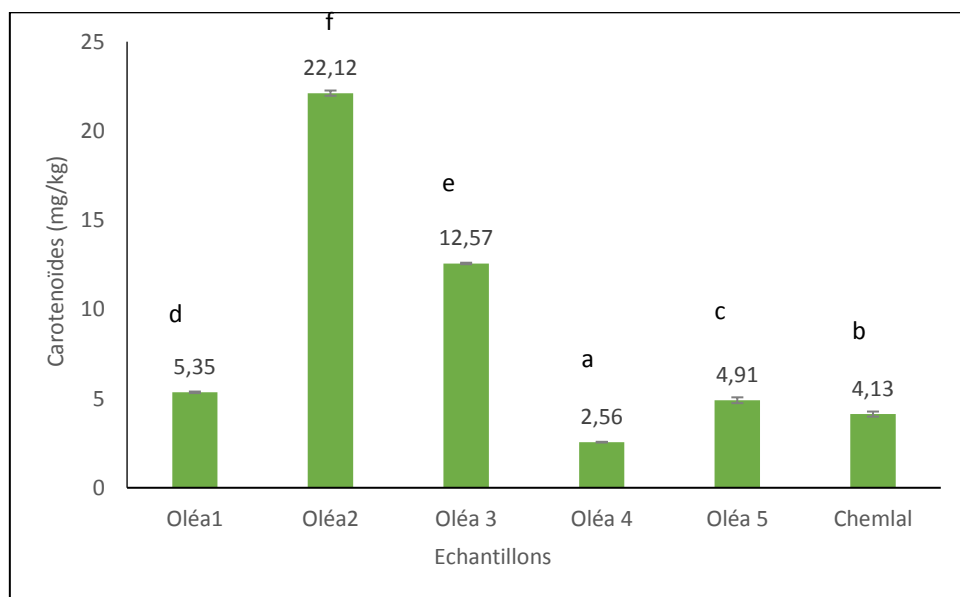


Figure 17 : Teneurs en caroténoïdes des échantillons d'huile étudiés.

*Des lettres différentes indiquent que la différence est significative ($p < 0,05$).

IV. Etude de l'activité antioxydante

IV.1. Activité antiradicalaire au radical DPPH

IV.1.1. Activité antiradicalaire de l'huile

L'activité antiradicalaire des différents échantillons d'huile évalue la capacité de tous les antioxydants présents dans l'huile à réduire le radical DPPH, les résultats obtenus sont exprimés dans la figure 18 en mg équivalent de BHT par kilogramme d'huile.

Les résultats montrent que toutes les huiles étudiées ont une capacité distincte à piéger le radical DPPH, en effet, l'activité antiradicalaire varie de 22 469,01 à 29 479,26 mg EBHT/kg pour l'oléastre 2 et 1 respectivement.

L'analyse de la variance révèle une différence significative ($p < 0,05$) entre les échantillons. Les différences enregistrées pourraient être interprétées par la différence qualitative et quantitative en termes d'antioxydants présents dans les huiles. Il a été rapporté que les ortho-phénols sont les antioxydants les plus actifs (les dérivées hydroxytyrosol, acide caféique, oleuropéine) des huiles d'olive, (**Baccouri *et al.*, 2008 ; Boskou, 2000 ; Ollivier *et al.*, 2004**). Néanmoins, une faible corrélation entre l'activité antiradicalaire des huiles et le taux d'ortho-phénols est notée avec un coefficient de corrélation de 0,47. En effet, l'oléastre 4 est plus riche en polyphénols que l'oléastre 5 (134,5 et 52,52 mg EAG/kg respectivement) alors que l'activité antiradicalaire de l'oléastre 5 est plus importante, ceci s'expliquerait par l'intervention de molécules antioxydantes non phénoliques tels que les caroténoïdes et les tocophérols.

Une corrélation de 0,60 est observée entre les caroténoïdes et l'activité antiradicalaire des huiles (annexe 5), ce qui rejoindrait l'hypothèse émise plus haut, toutefois, le dosage des tocophérols permettraient de mieux cerner les molécules responsables de l'activité antioxydante de nos échantillons.

Excepté l'oléastre 4, tous les oléastres étudiés présentent une meilleure activité que l'huile d'olive *Chemlal*, ce qui démontre la richesse en antioxydants des huiles d'oléastres par rapport à *Chemlal*. Selon **Dabbou *et al.* (2011)**, les oléastres présenteraient un meilleur profil en composés mineurs.

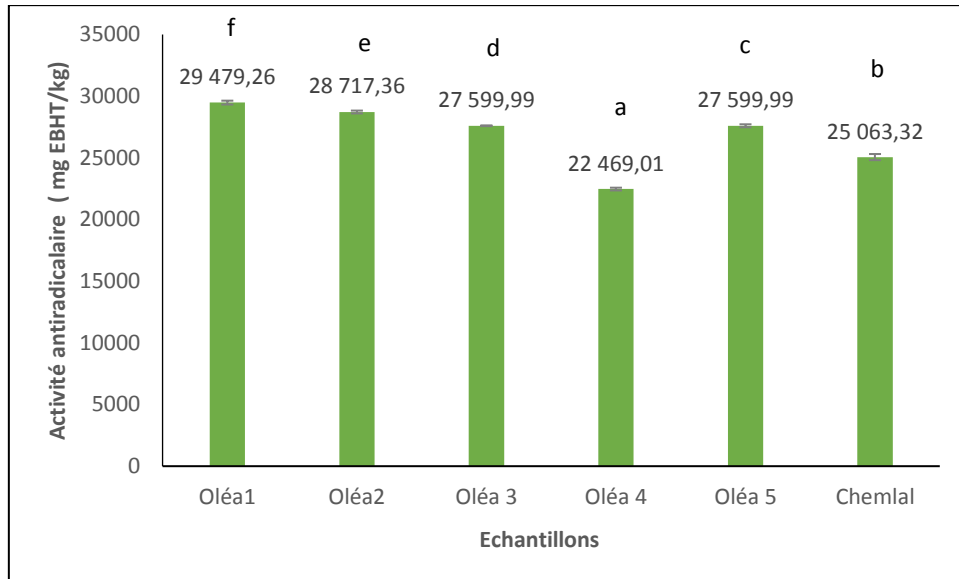


Figure 18: Activité antiradicalaire des échantillons étudiés contre le radical DPPH exprimée en mg équivalent de BHT par kg d'huile.

**Des lettres différentes indiquent que la différence est significative ($p < 0,05$).*

IV.1.2. Activité antiradicalaire des extraits méthanoliques

L'activité antiradicalaire des extraits méthanoliques est exprimée en mg EAG/kg et en pourcentage d'inhibition (figure 20 et 21).

L'activité antiradicalaire des échantillons étudiées varie entre 39,12 mg EAG/kg soit un pourcentage d'inhibition de 35,97% pour l'oléastre 1, et 93,60 mg EAG/kg soit 85,56% d'inhibition pour l'oléastre 2.

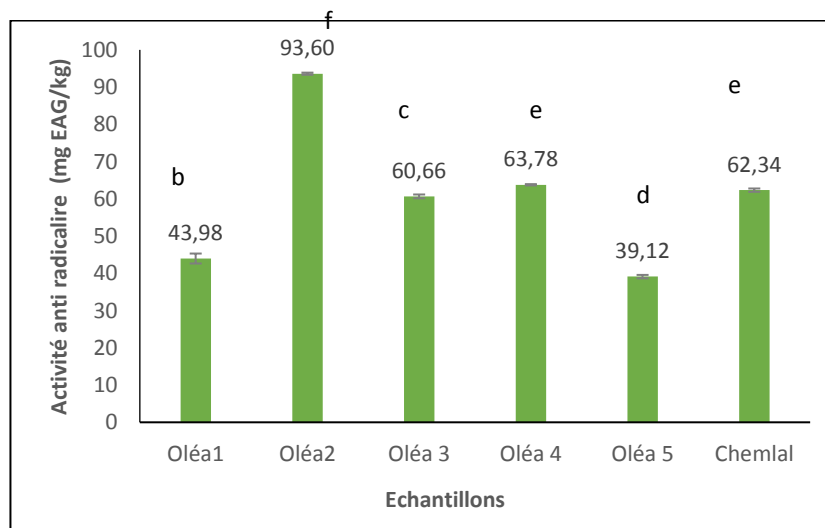


Figure 19 : Activité antiradicalaire des extraits méthanoliques contre le radical DPPH, exprimée en mg équivalent d'acide gallique par kg d'huile.

**Des lettres différentes indiquent que la différence est significative ($p < 0,05$).*

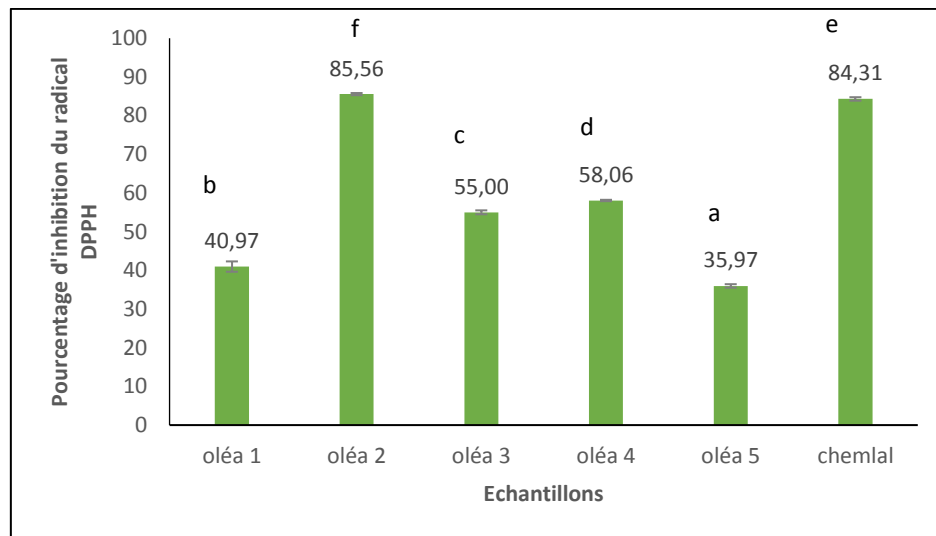


Figure 20: Activité antiradicalaire des extraits méthanoliques contre le radical DPPH, exprimée en pourcentage d'inhibition.

*Des lettres différentes indiquent que la différence est significative ($p < 0,05$).

L'analyse de la variance révèle des différences significatives entre les échantillons. Deux oléastres sur cinq présentent des activités antiradicalaires plus élevées que *Chemlal*. En effet, l'oléastre 2 présente la meilleure activité (90 mg EAG/kg) suivi par l'oléastre 4 (63,78 mg EAG/kg), alors que les oléastres 1, 3 et 5 affichent des activités inférieures à celle de *Chemlal* (62,34 mg EAG/kg).

Les résultats obtenus sont inférieurs à ceux de **Bouarroudj et al. (2016)** dont l'activité varie entre 75,95 et 207 mg EAG/kg ainsi qu'à ceux de **Boucheffa et al. (2014)** (92 et 207 mg EAG/kg).

Les différences enregistrées entre les échantillons seraient liées principalement aux teneurs en composés phénoliques, les extraits riches en composés phénoliques présentent une meilleure activité antiradicalaire. En effet, une corrélation positive est enregistrée entre l'activité radicalaire et les teneurs en polyphénols et ortho-diphénols avec des coefficients de corrélation respectifs de 0,62, et 0,84 (annexe 5). Selon **(Ollivier et al., 2004)**, les ortho-phénols comme l'hydroxytyrosol et l'oleuropéine aglycone seraient de meilleures antioxydants.

IV.2. Pouvoir réducteur :

Le dosage du pouvoir réducteur ferrique (FRAP) est une méthode largement employée qui se sert des antioxydants comme réducteurs.

Les résultats obtenus pour la mesure du pouvoir réducteur des extraits méthanoliques sont exprimés en mg équivalent d'acide caféique par kg d'huile (figure 21).

Les différents extraits ont une capacité distincte à réduire le fer ferrique en fer ferreux, capacité comprise entre 26,27 et 178,43 mg EAC/kg pour l'oléastre 5 et l'oléastre 2 respectivement. Hormis l'oléastre 2, l'huile d'olivier *Chemlal* indique une meilleure capacité réductrice (151,27 mg EAG/kg).

L'analyse statistique révèle des différences significatives ($p < 0,05$) entre les extraits des huiles étudiées, mais ne révèle aucune différence entre l'oléastre 1 et 5.

Nous notons une corrélation positive élevée entre le pouvoir réducteur le taux de polyphénols totaux et ortho-diphénols avec des coefficients de corrélations respectifs de 0,72 et 0,86, concordant ainsi avec celle obtenue par **Baccouri et al. (2008)** lors de son étude avec un coefficient de 0,82 (annexe 5).

Les variations entre les différents échantillons pourraient donc être expliquées de la même manière que pour l'activité antiradicalaire. En effet, un coefficient de corrélation de 0,93 est noté entre le pouvoir réducteur et l'activité antiradicalaire (annexe 5), les différences entre les échantillons seraient donc dues à la composition qualitative et quantitative en phénols, plus particulièrement en ortho-phénols.

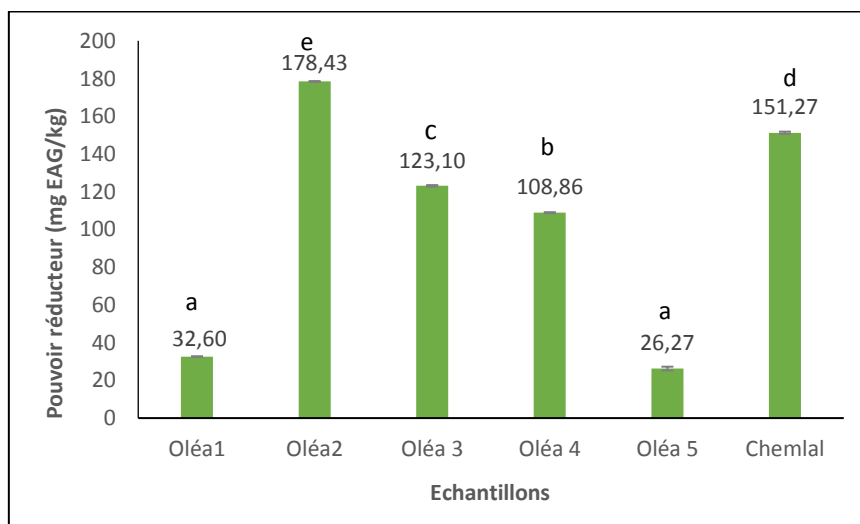


Figure 21: Pouvoir réducteur des extraits des échantillons étudiés exprimé en mg EAC/kg.

* Des lettres différentes indiquent que la différence est significative ($p < 0,05$).

IV.3. Stabilité oxydative

La stabilité oxydative permet de donner une estimation préliminaire sur la durée de conservation d'une huile en évaluant sa sensibilité à la dégénérescence oxydative (**Beltran et al., 2005**). La mesure de cette stabilité est exprimée en temps d'induction (annexe 3), les résultats des différents échantillons sont donnés dans la figure 22.

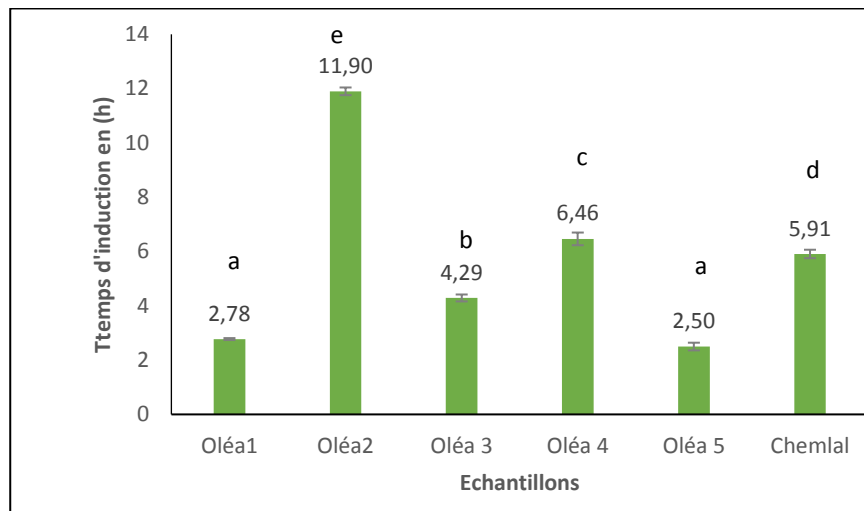


Figure 22 : Temps d'inductions des échantillons d'huiles étudiés.

*Des lettres différentes indiquent que la différence est significative ($p < 0,05$).

Le temps d'induction le plus faible est enregistré par l'oléastre 5 avec 2,50h, suivi dans un ordre croissant des oléastres 1, 3, *Chemlal*, de l'oléastre 4 et enfin de l'oléastre 2 avec le temps d'induction le plus élevé (11,90h).

L'analyse statistique a révélé des différences significatives ($p < 0,05$) entre les six échantillons, cependant, aucune différence n'est notée entre l'oléastre 1 et 5.

Nos résultats sont inférieurs à ceux retrouvés lors des études menées par **Baccouri et al. (2006 ; 2009)** sur 7 variétés d'oléastre Tunisiens où les temps d'inductions à 100°C varient de 35 à 83h et de 23 à 85h respectivement, mais proches de ceux retrouvés sur des oléastres Turcs analysés par **Kivrak et al. (2016)** avec un temps d'induction de 12,3h.

Le faible temps d'induction de l'oléastre 5 serait explicable par son oxydation vu qu'il présente un indice de peroxyde et des coefficients d'extinction élevés, alors que le faible temps d'induction de l'oléastre 1 serait lié à sa faible teneur en ortho-diphénols. La performance de l'oléastre 2 quant à elle serait liée à sa forte teneur en polyphénols totaux et en ortho-phénols, il semble donc que les différents temps d'induction des échantillons seraient

liés à la teneur en polyphénols des huiles notamment les ortho-diphénols avec des coefficients respectifs de 0,84 et 0,95 (annexe 5).

Selon **Baccouri et al. (2006)**, en plus d'être influencée par la variété, les systèmes d'extraction, les conditions de stockage et le processus de maturation du fruit, la stabilité oxydative est liée à la concentration de l'huile en AGMI, AGPI, et en pigments. Cependant, nous notons de faibles corrélations entre AGMI, AGPI et stabilité oxydative avec des valeurs respectives de 0,37 et 0,47, néanmoins, une corrélation positive élevée est notée dans le cas des caroténoïdes avec un coefficient de 0,73 (annexe 5).

✓ ACP de la composition chimique

La composition chimique a également fait l'objet d'une ACP (figure 23), cette dernière montre que *Chemlal* serait proche de l'oléastre 4 puisqu'ils se retrouvent dans un même groupe. Les variables les plus corrélées avec l'axe sont les composés phénoliques totaux (0,97), les ortho-diphénols (0,96), le β -carotène (0,91) la stabilité oxydative (0,88) et l'indice d'amertume (0,87) (annexe 5). Ces résultats confirment la variabilité intra-population des oléastres et l'origine férale de l'oléastre 4.

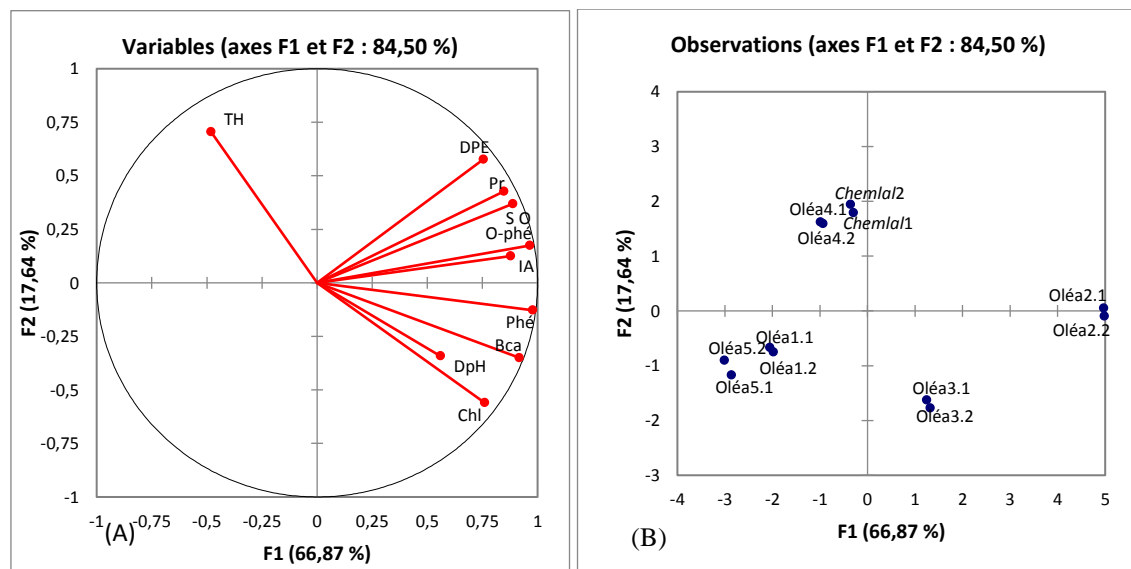


Figure 23 : Analyse de la composante principale (ACP) de la composition chimique des différents échantillons. (A) : Vecteur de distribution des caractères physiques. (B) : Représentation des huiles d'oléastres et l'huile de *Chemlal* sur les plans factoriels.

TH : Teneur en huile, **DPE** : Activité antiradicalaire des extraits methanoliques, **PR** : Pouvoir réducteur, **IA** : Indice d'amertume, **O-Phe** : Ortho-diphénols, **SO** : Stabilité oxydative, **Phé** : Composés phénoliques, **Bca** : Caroténoïdes, **DPH** : Activité antiradicalaire de l'huile, **Chl** : Chlorophylles.

Conclusion

Ce travail avait comme objectif la caractérisation de cinq huiles d'oléastre et une huile d'olivier cultivé de la variété *Chemlal*. Les indices pomologiques, la qualité physique et chimique, la composition biochimique, l'activité antioxydante ainsi que la stabilité oxydative des huiles ont été déterminés.

Les poids et les dimensions des fruits d'oléastres étudiés sont tous inférieurs à ceux des fruits de la variété *Chemlal*, ces résultats concordent avec les études de **Green (2002)** et **Hannachi (2008)**, qui affirment que la différenciation entre l'olivier sauvage et l'olivier cultivé selon la pomologie s'avère efficace et est un critère de distinction des plus importants. Néanmoins, une difficulté réside dans la différenciation de l'oléastre vrai de l'oléastre féral ou seule une étude génétique pourrait être concluante.

Les caractéristiques physiques sont différentes entre oléastre et olivier cultivé, particulièrement pour la viscosité où l'ACP ainsi que la CAH répartissent nos échantillons en deux groupes distincts. Hormis l'oléastre 4, toutes les huiles d'oléastres se distinguent de l'huile *Chemlal*, d'où l'hypothèse de son origine férale.

Tous les paramètres de qualité chimique des huiles étudiées sont en accord avec les normes fixées par le **COI (2016)** pour une huile d'olive extra vierge, sauf l'échantillon commercial d'oléastre qui est classé dans la catégorie d'huile d'olive vierge lampante, résultat de sa forte oxydation.

Concernant la composition en acides gras, toutes les huiles indiquent des similitudes qualitatives mais un profil quantitatif différent. Les huiles d'oléastres sont marquées par leur richesse en acide oléique par rapport à *Chemlal* (59,06%), à l'exception de l'oléastre 1 (47,83%) qui ne répond pas à la définition d'une huile d'olive (**COI, 2016**). Par ailleurs l'ACP ne permet pas de différencier entre les deux variétés.

Quant aux composés mineurs, hormis l'oléastre 5 (commercial), qui indique une acidité et un indice de peroxyde élevés dû à son oxydation, les polyphénols totaux sont retrouvés avec des proportions plus élevées chez les oléastres comparés à *Chemlal*, et ce malgré une récolte tardive. Cette richesse en composés phénoliques confère aux huiles d'oléastres un goût amer, en effet, une forte corrélation entre l'indice d'amertume et les polyphénols totaux avec un coefficient de 0,86 est observée.

Par ailleurs, les activités antioxydantes des extraits méthanoliques sont directement corrélées à la teneur en polyphénols plus particulièrement à la catégorie des ortho-phénols, avec un coefficient de corrélation de 0,84. Par contre, l'activité antioxydante de chacune des huiles affiche une faible corrélation avec les polyphénols (0,63), en raison de l'implication de composés non phénoliques comme les tocophérols.

La stabilité oxydative est un bon indicateur de la durée de vie des huiles. Les résultats obtenus montrent que deux oléastres sur cinq présentent des temps d'induction supérieurs à celui de *Chemlal* particulièrement l'oléastre 2 qui enregistre le temps le plus élevé (11,9 h). Ces périodes d'induction sont corrélées aux taux d'ortho-phénols avec un coefficient de corrélation de 0,95.

Des études complémentaires et approfondies, impliquant plus d'échantillons d'oléastres et une évaluation qualitative et quantitative d'un plus grand nombre de composants, tels ceux qui n'ont pas été traités dans cette étude (les tocophérols, la fraction polaire, les composés volatils) sont cruciaux pour corroborer ces résultats et mieux caractériser l'héritage en oliviers sauvages de l'Algérie.

Par ailleurs, nous pouvons élargir nos champs de recherche et ne pas nous limiter à la caractérisation des huiles d'oléastre en réalisant :

- Des coupages avec d'autres huiles pour améliorer la qualité nutritionnelle et allonger la durée de vie de ces huiles et atténuer l'amertume de l'huile d'oléastre.
- Des études nutritionnelles et thérapeutiques pour affirmer ou infirmer les utilisations empiriques de l'huile d'oléastre.
- Des médicaments à base d'huile d'oléastre au vu de ses activités anti-inflammatoire, anti-cholestérolémiantes, antibactériennes et antifongiques.

Références Bibliographiques

Références bibliographiques

A

Abaza, L., Msallem, M., Daoud, D., and Zarrouk, M. (2002). Caractérisation des huiles de sept variétés d'olivier tunisiennes. *Oléagineux, Corps Gras, Lipides* 9, 174–179.

Ajana, H., El Antari, A., and Hafidi, A. (1999). Evolution of biométrie parameters and chemical composition of olives from the Moroccan Picholine variety during fruit ripeness. *Grasas y Aceites* 50, 1–6.

Amiot, M.-J., Fleuriet, A., and Macheix, J.-J. (1989). Accumulation of oleuropein derivatives during olive maturation. *Phytochemistry* 28, 67–69.

Anwar, P., Bendini, A., Gulfraz, M., Qureshi, R., Valli, E., Di Lecce, G., Naqvi, S.M.S., and Toschi, T.G. (2013). Characterization of olive oils obtained from wild olive trees (*Olea ferruginea* Royle) in Pakistan. *Food Research International* 54, 1965–1971.

B

Baccouri, b., Zarrouk, and BEN, S. (2006). Evaluation de la composition des huiles de quelques oléastres sélectionnés: les antioxydants naturels. 6.

Baccouri, O., Guerfel, M., Baccouri, B., Cerretani, L., Bendini, A., Lercker, G., Zarrouk, M., and Daoud Ben Miled, D. (2008). Chemical composition and oxidative stability of Tunisian monovarietal virgin olive oils with regard to fruit ripening. *Food Chemistry* 109, 743–754.

Baccouri, B., Guerfel, M., Zarrouk, W., Taamalli, W., Daoud, D., and Zarrouk, M. (2011). Wild olive (*Olea europaea* L.) Selection for quality oil production: wild olive selection. *Journal of Food Biochemistry* 35, 161–176.

Barone, E., Gullo, G., Zappia, R., and Inglese, P. (1994). Effect of crop load on fruit ripening and olive oil (*Olea europea* L.) quality. *Journal of Horticultural Science* 69, 67–73.

Barros, L., Ferreira, M.-J., Queirós, B., Ferreira, I.C.F.R., and Baptista, P. (2007). Total phenols, ascorbic acid, β -carotene and lycopene in Portuguese wild edible mushrooms and their antioxidant activities. *Food Chemistry* 103, 413–419.

Belarbi, M., Bendimerad, S., Sour, S., Soualem, Z., Baghdad, C., Hmimed, S., Chemat, F., and Visioli, F. (2011). Oleaster Oil Positively Modulates Plasma Lipids in Humans. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 59, 8667–8669.

Besnard, G., Khadari, B., Villemur, P., and Bervillé, A. (2000). Cytoplasmic male sterility in the olive (*Olea europaea* L.). *TAG Theoretical and Applied Genetics* 100, 1018–1024.

Besnard, G., Baradat, P., and Bervillé, A. (2001). Genetic relationships in the olive (*Olea europaea* L.) reflect multilocal selection of cultivars. *TAG Theoretical and Applied Genetics* 102, 251–258.

Bianchi, G. (2003). Lipids and phenols in table olives. *European Journal of Lipid Science and Technology* 105, 229–242.

Bolmont. R., Buessler. Lucien., Jaubert. J. (1993).L'Olivier. Dans : BT 1095, 02/1998, p. 1-41

Boskou, D. (2000). Olive Oil. In *World Review of Nutrition and Dietetics*, A.P. Simopoulos, and F. Visioli, eds. (Basel: KARGER), pp. 56–77.

Boskou, D. (2006). Olive Oil: Chemistry and Technology, Second Edition (AOCS Publishing).

Boskou, D. (2015). Olive oil. In *Specialty Oils and Fats in Food and Nutrition*, (Elsevier), pp. 3–38.

Bouarroudj, K., Tamendjari, A., and Larbat, R. (2016). Quality, composition and antioxidant activity of Algerian wild olive (*Olea europaea* L. subsp. *Oleaster*) oil. *Industrial Crops and Products* 83, 484–491.

Bouby L., Terral J.-F. (2016). Archéobiologie et agrobiodiversité de l'olivier : domestication et diffusion dans l'Ouest de la Méditerranée. In : Ater M. (ed.), Essalouh L. (ed.), Ilbert H. (ed.), Moukhli A. (ed.), Khadari B. (ed.). *L'oléiculture au Maroc de la préhistoire à nos jours : pratiques, diversité, adaptation, usages, commerce et politiques*. Montpellier : CIHEAM, 2016. p. 17-27 (Options Méditerranéennes: Série A. Séminaires Méditerranéens; n. 118)

Boucheffa, S., Tamendjari, A., Rovellini, P., and Venturini, S. (2014). Composition and antioxidant activity of some Algerian wild extra virgin olive oils. *Rivista Italiana Delle Sostanze Grasse* Vol 101 p10.

Breton C., Médail F., Pinatel C. and Bervillé A. (2006). De l'olivier à l'oléastre : origine et domestication de l'*Olea europaea* L. dans le bassin méditerranéen. *Cahiers Agriculteurs*, 15 (4) : 329-336.

C

CEE 2568/91. Communauté Economique Européenne. Règlement CEE,(2002). Le secteur de l'huile d'olive dans l'Union Européenne. Commission Européenne. Direction général de l'agriculture.

Chandra Shekhar, T., and Goyal, A. (2014). Antioxidant Activity by DPPH Radical Scavenging Method of *Ageratum conyzoides* Linn. Leaves. *American Journal of Ethnomedicine*, Vol. 1, No. 4, 244-249

C. Chéneveau (1917). Contribution à l'étude de la relation entre les propriétés réfractives des corps gras et leur constitution chimique. *J. Phys. Theor. Appl.*, 7 (1), pp.53-68.

Chevalier, A. (1948). L'origine de l'Olivier cultivé et ses variations. *Revue internationale de botanique appliquée et d'agriculture tropicale* 28, 1–25.

Chiappetta, A., and Muzzalupo, I. (2012). Botanical Description. In Olive Germplasm - The Olive Cultivation, Table Olive and Olive Oil Industry in Italy, I. Muzzalupo, ed. (InTech).

Chimi,H.(2006) .Technologie d'extraction de l'huile d'olive et gestion de sa qualité. Bulletin Mensuel D'information Et de Liaison Du Programme National De Transfert de Technologie en Agriculture.

CHRISTIE, W.W (1993). Preparation of ester derivatives of fatty acids for chromatographic analysis. In: CHRISTIE, W.W. editor. *Advances in lipid methodology — Two*, pp. 69-111. Dundee: Oily Press.

Claro, C., Ogalla, E., Rodriguez-Rodriguez, R., Álvarez de Sotomayor, M., and Herrera, M. d. (2014). Oleaster, a new virgin olive oil protects against atherosclerotic process in apoe ko mice by reducing inflammatory mediators and superoxide production. *Atherosclerosis* 235, e156.

Codex Alimentarius. (1989). Norme codex pour les huiles d'olive vierges et raffinées et pour l'huile de grignons d'olive raffinée. Codex STAN 33-1981 (Rév. 1-1989).

Conseil Oléicole International (2000). Catalogue mondial des variétés d'olivier (Madrid: Conseil Oléicole International).

Conseil Oléicole International (2006). Guide de gestion de la qualité de l'industrie de l'huile d'olive:les moulins. T.33/Doc. N° 2-4 2006

Conseil Oléicole International (2009).Norme commerciale applicable à l'huile d'olive et à l'huile de grignons d'olive.

Conseil Oléicole International (2015). Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. N° 3/Rév. 8-Février 2015.

Conseil Oléicole International (2016). Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. N° 3/Rév. 8-Février 2015. Newsletter Marché Oléicole N° 105- Mai 2016.

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

D

Dabbou, S., Dabbou, S., Selvaggini, R., Urbani, S., Taticchi, A., Servili, M., and Hammami, M. (2011). Comparison of the Chemical Composition and the Organoleptic Profile of Virgin Olive Oil from Two Wild and Two Cultivated Tunisian *Olea europaea*. *Chemistry & Biodiversity* 8, 189–202.

Dag, A., Kerem, Z., Yogev, N., Zipori, I., Lavee, S., and Ben-David, E. (2011). Influence of time of harvest and maturity index on olive oil yield and quality. *Scientia Horticulturae* 127, 358–366.

D'Aygalliers, P. (2013). L'Olivier et l'huile d'olive - Histoire naturelle de l'olivier. (Read Books Ltd.).

De Caraffa, (2002). Mitochondrial DNA variation and RAPD mark oleasters, olive and feral olive from Western and Eastern Mediterranean. TAG Theoretical and Applied Genetics *104*, 1209–1216.

Di Giovacchino, Simona Sestili, Daria Di Vincenzo, and Luciano Di Giovacchino, Luciano Di Giovacchino, (2002). Influence of olive processing on virgin olive oil quality. Eur. J. Lipid Sci. Technol. *15*.

Durand, A., and Terral, J.-F. (2005). Regarder autrement le charbon de bois archéologique : l'exemple de l'irrigation des plantations d'oliviers en France méridionale et en Catalogne (IXe-XVe siècle). Archéologie du Midi médiéval *23*, 75–92.

E

El Antari A., El Moudni A. and Ajana H. 2003. Evolution comparative de la qualité et de la composition acide de l'huile d'olive chez quelques variétés méditerranéennes cultivées au Maroc. *Olivae*, *98* : 20-28.

F

Fedeli, E. (1977). Lipids of olives. Progress in the Chemistry of Fats and Other Lipids *15*, 57–74.

G

Georgé, S., Brat, P., Alter, P., and Amiot, M.J. (2005). Rapid Determination of Polyphenols and Vitamin C in Plant-Derived Products. Journal of Agricultural and Food Chemistry *53*, 1370–1373.

Ghedira, K. (2008). L'olivier. Phytothérapie *6*, 83–89.

Ghazghazi H., Chedia A., Hamrouni S. and Mnif W. (2015). Antibacterial, Antifungal and Antioxydant activities of Tunisian *Olea europaea* Ssp. Oleaster fruit pulp and its essential fatty acids. International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences, *7*(1) : 52-55.

Green, P.S. (2002). A Revision of *Olea* L. (Oleaceae). Kew Bulletin *57*, 91.

Gutiérrez Rosales, F., Perdiguero, S., Gutiérrez, R., and Olias, J.M. (1992). Evaluation of the bitter taste in virgin olive oil. Journal of the American Oil Chemists' Society *69*, 394–395.

H

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

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

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

Hannachi, H., Nasri, N., Elfalleh, W., Tlili, N., Ferchichi, A., and Msallem, M. (2013). Fatty Acids, Sterols, Polyphenols, and Chlorophylls of Olive Oils Obtained from Tunisian Wild Olive Trees (*Olea europaea* L. Var. *Sylvestris*). *International Journal of Food Properties* 16, 1271–1283.

I

Inarejos-Garcia, A.M., Androulaki, A., Salvador, M.D., Fregapane, G., and Tsimidou, M.Z. (2009). Discussion on the objective evaluation of virgin olive oil bitterness. *Food Research International* 42, 279–284.

Isabel Minguez-Mosquera, M., Rejano-Navarro, L., Gandul-Rojas, B., SanchezGomez, A.H., and Garrido-Fernandez, J. (1991). Color-pigment correlation in virgin olive oil. *Journal of the American Oil Chemists Society* 68, 332–336.

J

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

K

Kailis, S.G. (2017). Olives. In *Encyclopedia of Applied Plant Sciences*, (Elsevier), pp. 236–245.

Kalantzakis, G., Blekas, G., Pegklidou, K., and Boskou, D. (2006). Stability and radical-scavenging activity of heated olive oil and other vegetable oils. *European Journal of Lipid Science and Technology* 108, 329–335.

Kiritsakis, A., and Markakis, P. (1988). Olive Oil: A Review. In *Advances in Food Research*, (Elsevier), pp. 453–482.

Kivrak, m., Yorulmaz, a., and Erinç, h. (2016). Ak delice yabani zeytini (*Olea europaea* l. Subsp. Oleaster) ve zeytinyağının karakterizasyonu. *Gida / the journal of food*.

L

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

M

Montedoro, G., Servili, M., Baldioli, M., and Miniati, E. (1992). Simple and hydrolyzable phenolic compounds in virgin olive oil. 1. Their extraction, separation, and quantitative and semiquantitative evaluation by HPLC. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* *40*, 1571–1576.

Morelló, J.-R., Vuorela, S., Romero, M.-P., Motilva, M.-J., and Heinonen, M. (2005). Antioxidant Activity of Olive Pulp and Olive Oil Phenolic Compounds of the Arbequina Cultivar. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* *53*, 2002–2008.

N

Nasopoulou, C., Karantonis, H.C., Detopoulou, M., Demopoulos, C.A., and Zabetakis, I. (2014). Exploiting the anti-inflammatory properties of olive (*Olea europaea*) in the sustainable production of functional food and nutraceuticals. *Phytochemistry Reviews* *13*, 445–458.

O

Ollivier, D., Boubault, E., Pinatel, C., Souillol, S., Guérère, M., and Artaud, J. (2004). Analyse de la fraction phénoliques des huiles d'olive vierges. *Annales des falsifications, de l'expertise chimique et toxicologique, 2ème Semestre 2004-N°965*-pp.169-196 18.

P

Pagnol, J. (1975). *L'Olivier* (Avignon: Aubanel).

Polèse, J.-M. (2009). *Olivier, pas à pas* (Aix-en-Provence: Édisud).

R

Rabiei, Z., and Tahmasebi, S. (2012). Traceability of Origin and Authenticity of Olive Oil. In *Olive Oil - Constituents, Quality, Health Properties and Bioconversions*, D. Boskou, ed. (InTech), p.

Ramadan, M.F., and Moersel, J.-T. (2006). Screening of the antiradical action of vegetable oils. *Journal of Food Composition and Analysis* *19*, 838–842.

Rhizopoulou, S. (2007). *Olea europaea* L. A Botanical Contribution to Culture. *Environ. Sci.* *6*.

Rialland, J.F., and Perron, J.C. (1976). Mesure de la viscosité des semiconducteurs liquides. *Revue de Physique Appliquée* *11*, 263–269.

Romero, M.P., Tovar, M.J., Ramo, T., and Motilva, M.J. (2003). Effect of crop season on the composition of virgin olive oil with protected designation of origin “Les garrigues.” *Journal of the American Oil Chemists’ Society* *80*, 423–430.

Roth André , Charles Rémy, Mario Angi , Marie de Bideran , Jean-Pierre Bonnac, Véronique Capart, Jean-Claude Charlot, Guy Clergeau, Monique Cordonnier, Danièle Denis. (2006). « La réfraction ». Ed A & J Péchereau. Nantes.

S

Servili, M., Sordini, B., Esposito, S., Urbani, S., Veneziani, G., Di Maio, I., Selvaggini, R., and Taticchi, A. (2013). Biological Activities of Phenolic Compounds of Extra Virgin Olive Oil. *Antioxidants* 3, 1–23.

Singh, R., Singh, S., Kumar, S., and Arora, S. (2007). Studies on antioxidant potential of methanol extract/fractions of *Acacia auriculiformis* A. Cunn. *Food Chemistry* 103, 505–511.

T

Terral, J.-F., and Arnold-Simard, G. (1996). Beginnings of Olive Cultivation in Eastern Spain in Relation to Holocene Bioclimatic Changes. *Quaternary Research* 46, 176–185.

Terral, J.-F., Durand, A., Newton, C., and Ivorra, S. (2007). Archéo-biologie de la domestication de l'olivier en Méditerranée occidentale: de la remise en cause d'une histoire dogmatique à la révélation de son irrigation médiévale. 21.

Tovar, M.J., Motilva, M.J., Luna, M., Girona, J., and Romero, M.P. (2001). Analytical characteristics of virgin olive oil from young trees (arbequina cultivar) growing under linear irrigation strategies. *Journal of the American Oil Chemists' Society* 78, 843–849.

Tous, J., & Romero, A. (1993). Variedades del olivo. Ed. "La Caixa" Foundation. Barcelona. Spain.

U

UIPCA. (1979). Union International de la chimie pure et appliquée. Méthode d'analyse de la matière grasse et dérivée. 6^{ème} et 7^{ème} Edition, Paris. Ed: ETIC.

V

Vossen, P. (2007). Olive Oil: History, Production, and Characteristics of the World's Classic Oils. 42, 8.

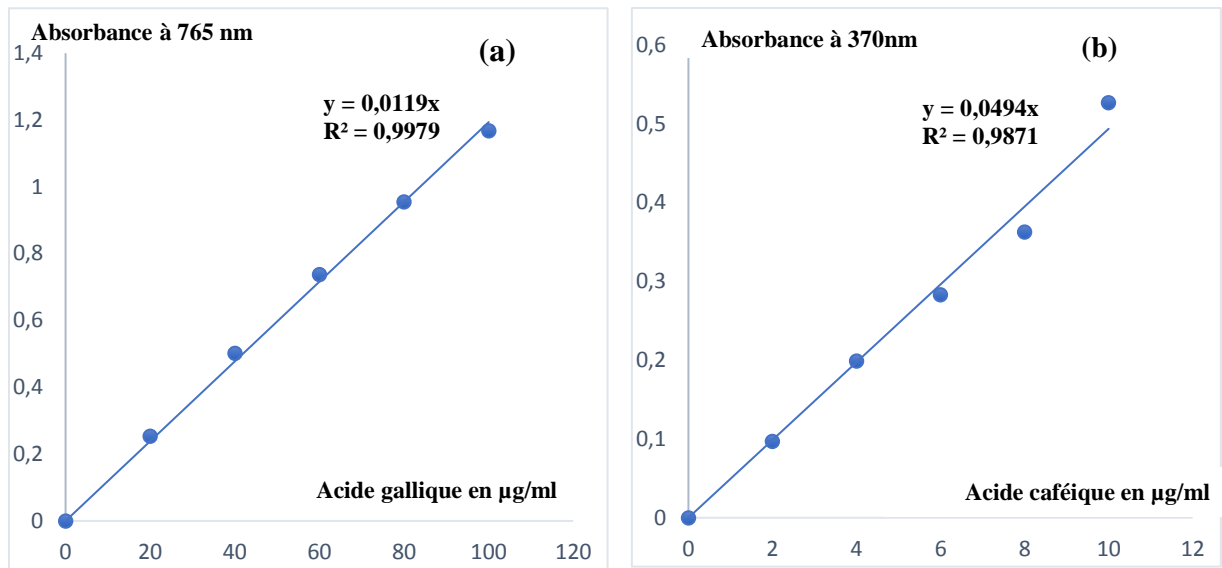
W

Weiss, E. (2015). "Beginnings of Fruit Growing in the Old World" – two generations later. *Israel Journal of Plant Sciences* 62, 75–85.

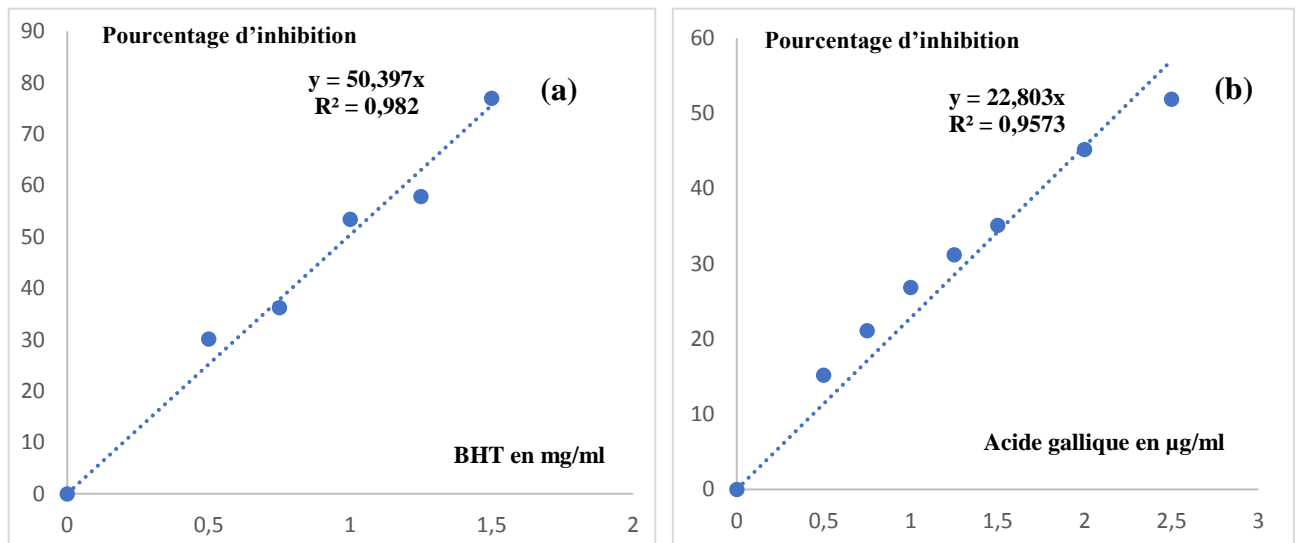
Wolff J.P. (1968). Manuel d'analyse des corps gras. p. p.245.

Annexes

Annexe 1

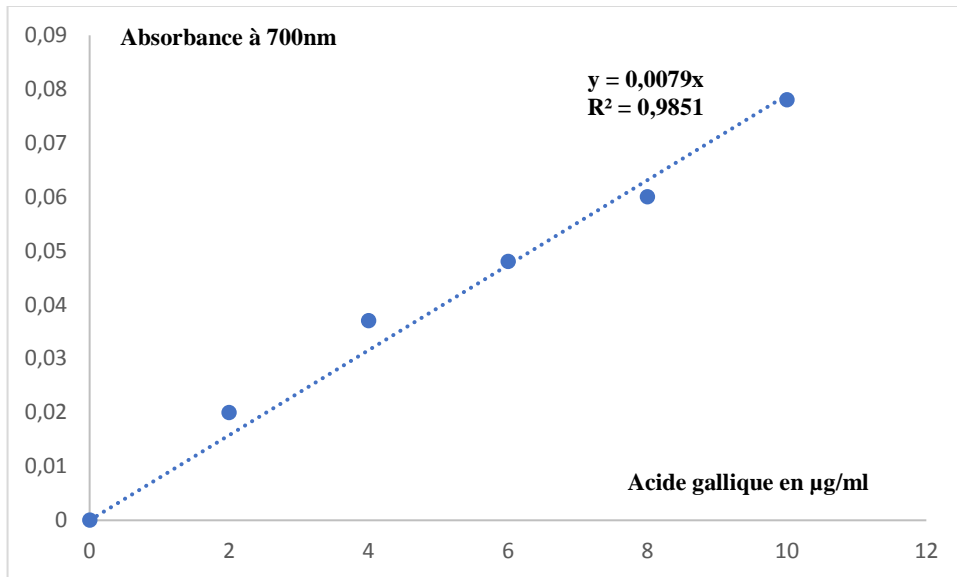


Courbes d'étalonnage pour le dosage des composés phénoliques (a), et des ortho-diphénols (b).

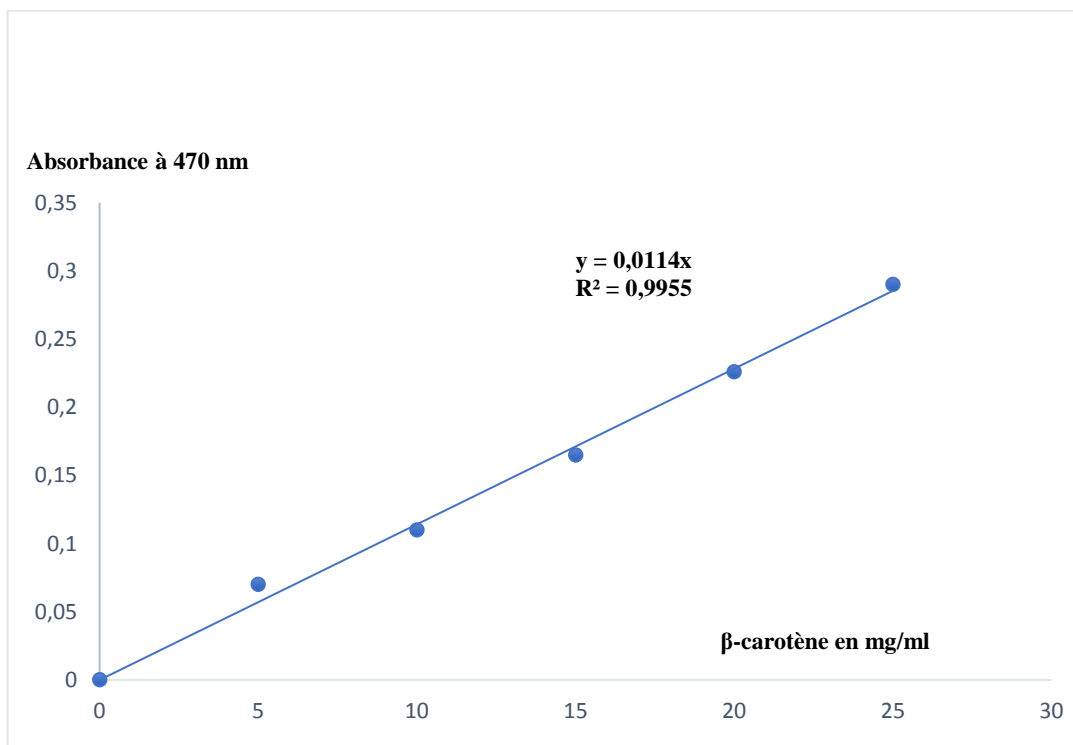


Courbes d'équivalence pour l'activité de l'huile (a), et des extraits méthanoliques (b), contre le radical DPPH.

Annexe 2

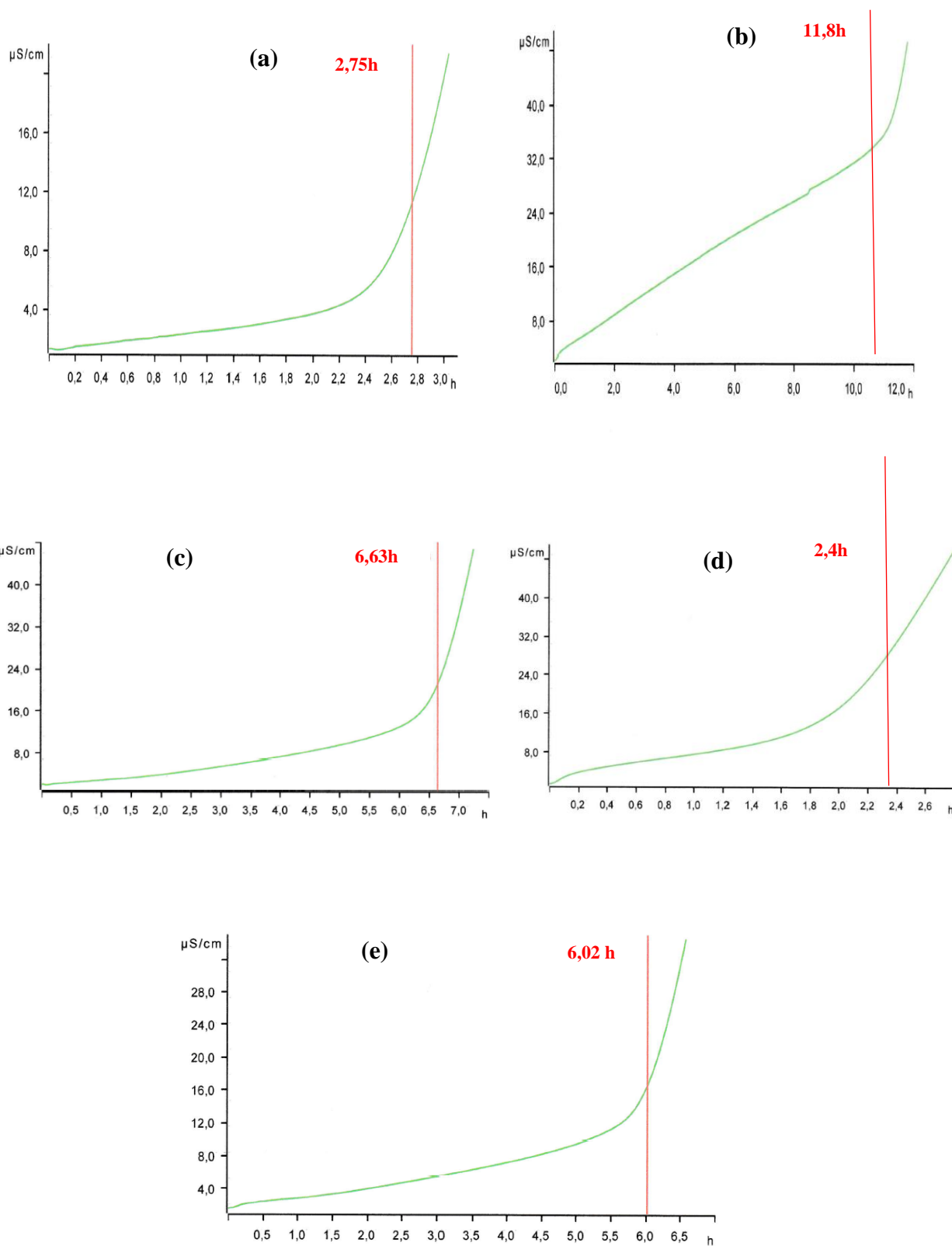


Courbe d'équivalence pour le pouvoir réducteur des extraits méthanoliques.



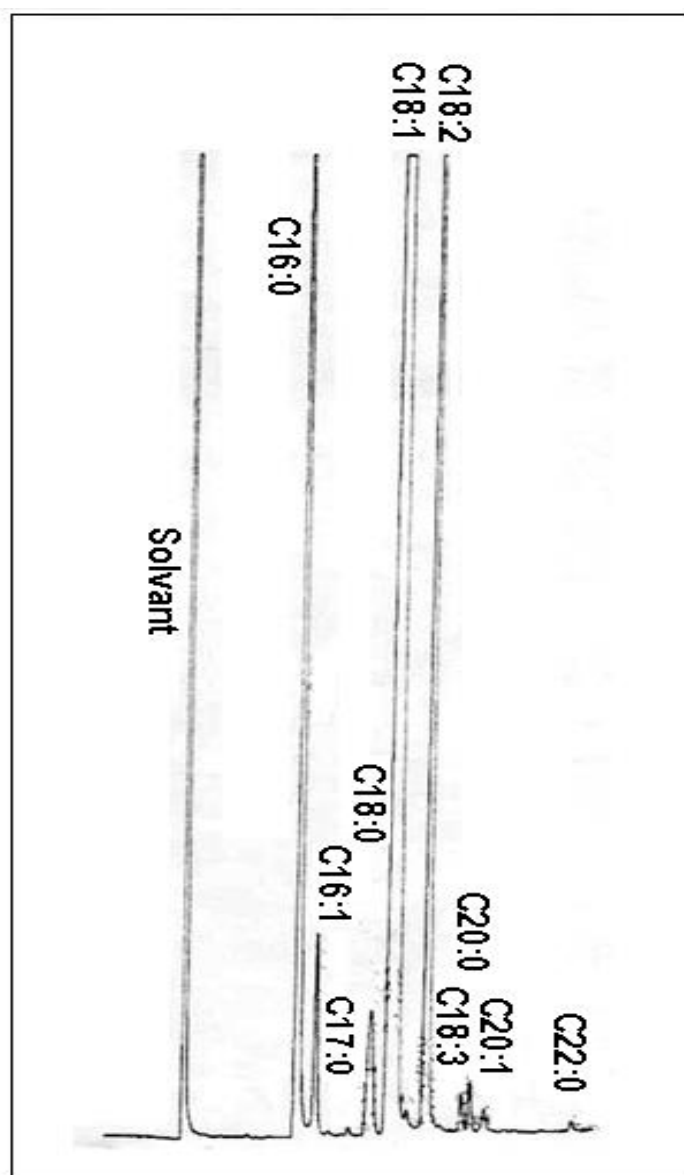
Courbe d'étalonnage pour le dosage des caroténoïdes des huiles.

Annexe 3



Courbes de conductivité du Rancimat (120°C, 10 l/h) des échantillons d'oléastre 1 (a), 2 (b), 4 (c), 5 (d) et Chemlal (e).

Annexe 4

Chromatogramme des esters méthyliques de l'huile de *Chemlal*

Annexe 5 : Corrélations significatives marquées à p < 0,05 (en rouge) :
 Caractères physico-chimiques (Caractères physiques, Acides gras, Activité antioxydante et stabilité oxydative)

	Var	C16 :0	C16 :1	C17 :0	C18 :0	C18 :1	C18 :2	C18 :3	C20 :0	C20 :1	C22 :0	AGS	AGMI	AGI	AGI/ AGS	O/L	D	IR	VIS	LT	PP	OP	IA	Ch	BCa	PR	DP PH-H	DPP H-E	SO
Var	1,0																												
C16:0	-,54	1,0																											
C16:1	-,65	,86	1,0																										
C17:0	-,30	,19	-,11	1,0																									
C18:0	,02	-,22	-,51	,19	1,0																								
C18:1	,49	-,92	-,96	,04	,54	1,0																							
C18:2	-,15	,48	,74	-,32	-,91	-,78	1,0																						
C18:3	-,77	,45	,43	,65	-,17	-,39	,14	1,0																					
C20:0	,12	-,30	-,52	,50	,54	,54	-,73	,11	1,0																				
C20:1	,51	-,37	-,17	-,19	-,61	,13	,35	-,16	,13	1,0																			
C22:0	-,54	,19	,31	,48	-,20	-,23	,16	,54	,21	,01	1,0																		
AGS	-,55	,96	,72	,29	,07	-,77	,21	,43	-,12	-,55	,16	1,0																	
AGMI	,45	-,93	-,93	,02	,53	1,00	-,77	-,37	,54	,13	-,21	-,78	1,0																
AGI/ AGS	,53	-,96	-,72	-,27	-,06	,78	-,23	-,41	,14	,54	-,15	-1,00	,79	1,0															
AGI AGS	,40	-,91	-,60	-,33	-,15	,70	-,12	-,34	,03	,52	-,09	-,98	,72	,98	1,0														
O/L	,13	-,52	-,75	,29	,90	,80	-1,00	-,14	,71	-,35	-,15	-,25	,80	,27	,18	1,0													
D	-,40	,26	,71	-,55	-,71	-,57	,79	,10	-,68	,20	,16	,04	-,52	-,04	,12	-,75	1,0												
IR	,40	-,43	-,30	,06	-,53	,23	,23	,09	,15	,81	,11	-,58	,22	,57	,55	-,23	,03	1,0											
Vis	,70	-,39	-,30	-,41	-,39	,15	,35	-,49	-,46	,48	-,36	-,53	,12	,51	,48	-,34	,08	,53	1,0										
LT	,06	-,07	,34	-,46	-,88	-,33	,83	-,03	-,66	,58	,12	-,34	-,31	,32	,43	-,80	,77	,49	,61	1,0									
PP	-,42	,03	-,21	,63	,57	,20	-,53	,57	,25	-,61	,13	,21	,19	-,20	-,21	,53	-,51	-,22	-,31	-,53	1,0								
OP	-,20	,01	-,26	,64	,37	,16	-,36	,51	,12	-,43	,05	,14	,12	-,13	-,17	,35	-,54	,00	,00	-,34	,93	1,0							
IA	-,26	-,37	-,43	,29	,55	,48	-,55	,29	,12	-,48	,03	-,22	,48	,23	,24	,58	-,35	-,11	-,04	-,30	,86	,79	1,0						
Chl	-,35	,32	-,02	,32	,79	-,01	-,54	,22	,20	-,86	-,07	,56	-,02	-,56	-,59	,52	-,51	-,66	-,45	-,77	,76	,61	,55	1,0					
Bca	-,43	,19	-,15	,70	,65	,12	-,58	,56	,37	-,67	,13	,40	,10	-,39	-,42	,56	-,61	-,33	-,47	-,71	,96	,86	,71	,85	1,0				
PR	,16	-,27	-,46	,24	,39	,34	-,33	,06	-,06	-,32	-,21	-,16	,30	,15	,10	,34	-,49	,05	,40	-,17	,72	,86	,79	,49	,59	1,0			
DPPHH	-,88	,53	,55	,20	,16	-,46	,08	,67	-,27	-,69	,30	,58	-,43	-,57	-,46	-,07	,25	-,50	-,47	-,12	,63	,47	,50	,61	,60	,24	1,0		
DPPHE	,22	-,15	-,36	,31	,14	,18	-,12	,12	-,16	-,17	-,15	-,11	,13	,09	,04	,11	-,44	,20	,52	-,01	,62	,84	,62	,33	,48	,95	,16	1,0	
SO	-,11	-,24	-,42	,60	,27	,35	-,37	,47	,16	-,22	,08	-,16	,32	,16	,13	,37	-,49	,21	,12	-,19	,86	,95	,83	,38	,73	,84	,32	,83	1,0

Var : variété ; O : Oléique ; L : Linoléique ; AGS : acides gras saturés ; AGI : acides gras instaurés ; AGMI : acides gras monoinsaturés ; D : Densité ; IR : indice de réfraction ; LT : lipides totaux ; PP : polyphénols ; OP : ortho-diphénols ; IA : indice d'amertume ; Ch : chlorophylle ; Bca : bêta carotène ; PR : Pouvoir réducteur ; DPPHH : DPPH de l'huile ; DPPHE : DPPH de l'extrait méthanolique ; SO : Stabilité oxydative.

Résumé

L'olivier *Olea europaea* Linné est l'arbre le plus atypique du bassin méditerranéen, il est subdivisé en deux variétés : l'olivier cultivé et l'olivier sauvage ou oléastre. Ce travail est basé sur la détermination et la comparaison des caractéristiques physiques et chimiques de cinq huiles d'oléastres (dont une huile commerciale) et d'une huile d'olivier cultivé de la variété la plus répandue à Béjaïa, à savoir *Chemlal* ; dans une optique de différenciation entre les deux sous-espèces. Les résultats des indices de qualité chimiques (acidité, indice peroxyde, coefficient d'extinction spécifique dans l'UV) ont révélé que toutes les huiles étaient conformes aux normes fixées par la **COI, (2016)** à l'exception de l'échantillon commercial (oléastre 5) qui montre des signes d'oxydation. Pour les paramètres physiques, particulièrement la viscosité, nous remarquons une meilleure fluidité des huiles d'olivier sauvage comparé à son homologue cultivé. En ce qui concerne la composition, quatre oléastres sur cinq indiquent un bon profil lipidique et une teneur plus élevée (au minimum 64%) en acide oléique que *Chemlal* (59%). Malgré un stade de maturité plus avancé, les huiles d'oléastres enregistrent des teneurs plus élevées (457 mg EAG/kg) en composés phénoliques et en sont donc plus riches que l'huile de *Chemlal* qui affiche une valeur de 108 mg EAG/kg, contrairement à l'oléastre commercial (52 mg EAG/kg). Ces résultats sont en corrélation avec la stabilité oxydative des huiles, particulièrement pour la catégorie des ortho-phénols (0,95). En conclusion, les oliviers sauvages produisent une huile fine et de qualité comparable à celle de l'olivier cultivé, avec une certaine richesse en composés phénoliques qui lui confèrent un léger goût amer et d'innombrables bénéfices santé qu'il faudra confirmer par des études plus poussées pour ainsi exploiter cette ressource.

Mots clés : Oléastre (olivier sauvage), *Chemlal*, Qualité physico-chimique, Activité antioxydante.

Abstract:

The olive tree *Olea europaea* Linné is the most typical tree of the Mediterranean basin, it is subdivided into two varieties: the cultivated olive tree and the wild olive tree or oleaster. This study is based on the determination and comparison of the physical and chemical characteristics of five oleasters oils (including a commercial oil) from one side and a cultivated olive oil of the most widespread variety in Bejaia (known as *Chemlal*), with the aim of differentiating between the two subspecies. The results of the chemical quality indices (acidity, peroxide index, specific extinction coefficient in the UV) revealed that all oils were in compliance with the standards set by the **IOC, (2016)** except for the commercial sample that showed signs of oxidation. Regarding the physical parameters, particularly viscosity, we noticed better fluidity of wild olive oils compared to the cultivated one. In terms of composition, four out of five oleasters indicate a better lipid profile and a higher (at least 64%) oleic acid content than the *Chemlal* variety (59%). Despite a more advanced stage of maturity, oleic oils recorded a higher levels (457 mg EAG/kg) of phenolic compounds and are therefore richer than *Chemlal* oil which indicated a value of 108 mg EAG/kg, only commercial oil made lower level (52 mg EAG/kg). These results are correlated with the oxidative stability of the oils, especially for the category of ortho-phenols (0,95). In conclusion, wild olive trees produce a fine oil of equal quality as that of the cultivated olive tree, with kind of richness in Phenolic compounds that gives to it a slight bitter taste but numerous health benefits that will likely be confirmed by further studies and thus, explore this resource.

Key words: Oleaster (wild olive), *Chemlal*, Physicochemical quality, Antioxidant activity.