

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

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département de Sciences alimentaires
Spécialité Sciences des Corps gras



Réf :.....

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

MASTER

Thème

**Effet du stade de la maturation des olives sur
l'activité antioxydante des huiles de deux
variétés locales**

Présenté par :

LEZZAM Dounia & YAHIAOUI Anissa

Soutenu le : 04/07/2019

Devant le jury composé de :

M ^{elle} MEKHOUKH A.	MAA	Président
M ^{me} BRAHMI N.	MCB	Examineur
M ^{me} DEFLAOUI L.	MAA	Encadreur

Année universitaire : 2018 / 2019

Remerciements

Louange à Allah le tout puissant qui nous a donné la santé, le courage, la volonté et la patience de réaliser ce modeste travail.

Nos vifs remerciements à notre promotrice, M^{me} DEFLAOUI pour nous avoir encadrées, en nous faisant bénéficier de ses connaissances, de son aide et de ses conseils et orientations.

Nous exprimons nos sincères remerciements, à M^{elle} MEKHOUKHE pour l'honneur qu'elle nous fait de présider le jury et d'évaluer ce travail. Qu'elle trouve ici nos chaleureux remerciements pour son aide apportée à la réalisation des travaux au laboratoire.

Nous tenons à remercier M^{me} BRAHMI d'avoir accepté de faire partie du jury d'examinations. Qu'elle trouve ici l'expression de notre grande considération.

Nous tenons également à remercier M^r et M^{me} TAMENDJARI pour leurs aide et conseils.

Nous adressons un merci tout spécial à M^r BOUDERIES et M^{elle} BRAHMI.

Nous remercions aussi M^r BACHIR BAY, qui nous a fait profiter de ses conseils en statistiques.

Enfin, nous exprimons notre profonde gratitude à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin au bon déroulement de ce travail et qu'on a omis de citer.

Dédicace

Je dédie ce travail :

*A Mon cher papa qui m'a beaucoup aidé avec son soutien tout au long de
mes études.*

*A Ma chère maman qui m'a entouré avec sa tendresse et qui n'a pas
cessé de prier pour moi.*

A ma sœur adorable : Kenza

A mon frère : Mokrane

A mon cher mari : El hachemie

A mon binôme : Anissa

A tous mes amis sans exceptions qu'ils soient proche ou loin

Toute la promotion des Corps gras 2018-2019.

Dounia

Dédicace

Je dédie se modeste travail à :

Mes chers parents que Dieu les protège, qu'ils sachent que ce travail est en partie le fruit de leur soutien, je leur suis très reconnaissante, leur fierté à mon égard aujourd'hui et pour moi la meilleure des récompenses.

Mes chères sœurs et frère qui m'ont toujours encouragé et soutenues.

Qu'ils trouvent ici l'expression de ma grande gratitude.

Mes amis sans exception qu'ils soient proche ou loin.

Toute la promotion des Corps gras 2018-2019

Mon binôme : Dounia

Moi-même.

Anissa

Liste d'abréviations

AGI : Acide gras insaturé

AGM : Acide gras monoinsaturé

AGP : Acide gras polyinsaturé

AGS : Acide gras saturé

B1, B2, B3 : Blanquette de Gualma (1) stade vert, (2) stade tournant, (3) stade noir.

C1, C2, C3 : Chemlal (2) stade vert, (2) stade tournant, (3) stade noir.

C18 : octadecyl

COI : Conseil oléicole internationale

DPPH : 2,2-Diphényl-1-PicrylHydrazyle

E.A.C : Equivalent Acide Caféique

E.A.G : Equivalent Acide Gallique

E.C : Comité européen

FID : Détecteur a ionisation de flamme

IC₅₀ : Concentration inhibitrice de 50%

OLL: 1 oléyl-2,3dilinoyleyl glycérol

OLnO: 1, 3 oléyl-2linoléyl glycérol

OLO: 1, 3-dioléyl-2linoléyl glycérol

PLO : palmityl-linoléyl-oléyl glycerol

PPL: 1, 2-dipalmityl-3 linoléyl glycérol

PPO: 1, 2-dipalmityl-3 oléyl glycérol

PS-DVB : polymères de polystyrène-divinylbenzène

SLL : stéaryl-2,3 dilinoléyl

SLS: 1, 3-distéaryl-2 linoleyl glycérol

SOO: 1-stéaryl-2, 3 dioleyl glycérol

Liste des figures

Figure 1 : Section transversale et composition physique de l'olive.....	2
Figure 2 : Composition de l'olive.....	3
Figure 3 : Principaux composés phénoliques de l'huile d'olive.....	9
Figure 4 : Aspect des olives et de leurs huiles au cours du processus de la maturation.	13
Figure 5 : Photographie des échantillons d'olive.....	19
Figure 6 : Stabilité oxydative des huiles issues des olives à différents stades de maturité des deux variétés <i>Blanquette de Guelma</i> et <i>Chemlal</i>	29
Figure 7 : Teneur en polyphénols totaux des huiles issues des olives de deux variétés à trois stades de maturité.....	31
Figure 8 : Teneur en <i>Ortho</i> -diphénols des huiles issues des olives à différents stades de maturité.....	33
Figure 9 : Indice d'amertume des huiles issues des olives à différents stades de maturité.....	34
Figure 10 : Pouvoir réducteur des extraits méthanoliques des huiles issues des olives à différents stades de maturité.....	35
Figure 11 : Activité antiradicalaire des extraits méthanoliques des huiles issues des olives à différents stades de maturité.....	37
Figure 12 : Pouvoir antiradicalaire des extraits méthanoliques des huiles issues des olives à différents stades de maturité (en % d'inhibition)	37

Liste des tableaux

Tableau I : Les différentes catégories d'huile d'olive vierge et leurs critères de qualité.....	5
Tableau II : Composition moyenne en acides gras totaux.....	7
Tableau III : Effets thérapeutiques de l'huile d'olive.....	12
Tableau IV : Composition en acides gras des huiles issus des olives a trois stades de maturité (en % des acides gras totaux)	27
Tableau V : Valeurs moyennes des IC ₅₀ des extraits d'huile d'olive des deux variétés <i>Blanquette de Guelma</i> et <i>Chemlal</i> à trois stades de maturité.....	39

Liste des tableaux en annexes

Annexe I

Tableau I : Caractéristiques des deux variétés (*Blanquette de Guelma* et *Chemlal*)

Tableau II : la composition en triglycérides de l'huile d'olive des trois variétés étudiées par *Giovanna et al. (1999)*

Annexe IV

Tableau III : Des coefficients de corrélation de la variété *Blanquette de Gualma*

Tableau IV : Des coefficients de corrélation de la variété *Chemlal*

Liste des figures en annexe

Annexe II

Figure 1 : Courbe d'étalonnage pour les composés phénoliques

Figure 2 : Courbe d'étalonnage pour le dosage des ortho-diphénols

Figure 3 : courbe d'équivalence pour le pouvoir réducteur

Figure 4 : Courbe d'équivalence pour le pouvoir antiradicalaire des extraits méthanoliques

Annexe II

Figure 5 : Chromatogramme des acides gras d'un échantillon d'huile d'olive.

Figure 6 : Graphe Stabilité oxydative de l'huile issue des olives vertes de la variété *Chemlal*

Sommaire

Liste des abréviations

Liste des tableaux

Liste des figures

Introduction.....1

Synthèse bibliographique

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

I. L'olive.....	2
I.1.1 Définition.....	2
I.1.2 Structure de l'olive.....	2
I.1.3 Composition chimique de l'olive.....	2
I.2 Processus d'élaboration de l'huile d'olive.....	3
I.2.1 Cueillette, stockage et effeuillage des olives.....	3
I.2.2 Lavage, broyage et malaxage.....	4
I.2.3 Extraction de l'huile.....	4
I.2.3.1 Système d'extraction par presse (discontinu).....	4
I.2.3.2 Système d'extraction par centrifugation (continu).....	4
I.3 L'huile d'olive.....	5
I.3.1 Définition de l'huile d'olive.....	5
I.3.2 Classification de l'huile d'olive.....	5
I.3.3 Composition de l'huile d'olive.....	6
I.3.3.1 La fraction saponifiable.....	6
I.3.3.2 La fraction insaponifiable.....	7
I.4 Méthodes d'extraction des composés phénoliques.....	9
I.4.1 Extraction liquide-liquide.....	9
I.4.2 Extraction solide-liquide.....	10

I.5. Activité antioxydante de l'huile d'olive.....	10
I.5.1 Méthodes d'évaluation de l'activité antioxydante de l'huile d'olive..	10
I.5.2 Méthodes d'évaluation de la stabilité oxydative de l'huile d'olive....	11
I.6 L'effet thérapeutique de l'huile d'olive.....	11
Chapitre II Effet de la maturation des olives sur les caractéristiques de l'huile d'olive.....	13
II.1 Processus de maturation.....	13
II.1.1 Evaluation de poids des fruits.....	13
II.1.2 Evaluation de la teneur en matière grasse dans l'olive.....	13
II.1.3 Evaluation de la composition de l'huile durant la maturation.....	14
II.1.3.1 Evolution de la composition des acides gras.....	14
II.1.3.2 Evolution des triglycéride.....	14
II.1.3.3 Evolution des pigments	15
II.1.3.4 Evolution des Stérols.....	16
II.1.3.5 Evolution des composés phénoliques.....	16
II.1.3.6 Evolution des tocophérols	16
II.1.3.7 Evolution de la qualité de l'huile d'olive	17
II.1.3.8 Evolution de la stabilité oxydative	17
II.1.4 Facteurs influençant le processus de maturation.....	17
II.1.4.1 Effet des pratiques cultures.....	17
II.1.4.2 Effet climatique.....	18
II.1.4.3 Effet de la variété.....	18
II.1.4.4 Les ravageurs.....	18

Partie pratique

Matériel et méthode

Chapitre I matériel et méthodes.....	19
I.1 Matériel végétal.....	19
I.2 Extraction des huiles.....	19
I.3 Analyses effectuées sur l'huile d'olive.....	20

I.3.1 Détermination de la composition en acides gras.....	20
I.3.2 Test de stabilité oxydative par Rancimat.....	21
I.4 Analyses effectuées sur les extraits méthanoliques.....	21
I.4.1 Extraction des polyphénols totaux	21
I.4.2 Dosage des polyphénols totaux.....	22
I.4.3 Dosage des ortho-phénols.....	22
I.4.4 Indice d'amertume.....	23
I.5 Evaluation de l'activité antioxydante des extraits méthanoliques.....	23
I.5.1 Pouvoir réducteur.....	23
I.5.2 Activité antiradicalaire contre le radical DPPH.....	24
I.6 Analyse statistique.....	25

Chapitre II résultats et discussion

II.1 Analyses effectuées sur l'huile d'olive.....	26
II.1.1 Profil en acides gras.....	26
II.1.2 Test de rancimat.....	28
II.2 Analyses effectuées sur les extraits méthanoliques.....	31
II.2.1 Composés phénoliques totaux.....	31
II.2.2 Dosage des ortho-phénoliques.....	32
II.2.3 Indice d'amertume.....	33
II.2.4 pouvoir réducteur.....	35
II.2.5 Pouvoir antiradicalaire DPPH.....	36
Conclusion	40

Références bibliographique

Annexes

Introduction

Introduction

L'huile d'olive est le pur jus de fruit de l'olive extraite par des procédés physiques et simples (lavage, broyage, malaxage et centrifugation) sous des conditions qui n'entraînent pas son altération. Cette huile est connue depuis de longues dates dans le bassin méditerranéen, où de nombreuses générations lui ont trouvé des vertus incomparables dans les domaines de la santé et de l'alimentation (**Gharbi et al., 2014**).

La production mondiale d'huile d'olive dans la majorité des pays méditerranéens est d'environ de 3 millions de tonnes en 2018 (**Anonyme, 2018**), l'Algérie est classé au septième rang mondial avec une production de 80 000 tonnes par rapport à la saison 2016-2017. La tradition de production d'huile d'olive représente un atout très important pour de nombreux pays, non seulement en termes de culture et de santé, mais également en dépit de sa richesse. Donc, la production de l'olive a augmenté au cours des dernières décennies en tant que source précieuse d'antioxydants et d'acide gras monoinsaturé, et constitue l'une des principales tendances de l'alimentation dans le monde (**Souilem et al., 2017**).

Les bienfaits santé liés à la consommation de l'huile d'olive ne sont pas uniquement dus aux teneurs élevées en acides gras mono-insaturés mais aussi au composés mineurs (composés phénoliques, tocophérols...etc.) qui présentent également des propriétés bioactives contribuant ainsi à sa valeur nutritionnelle (**Rodrigues et al., 2019**).

L'huile d'olive obtenue à partir des fruits sains, cueillies à un stade optimal de récolte ont une influence positive sur le rendement, la qualité physicochimique et organoleptique, la composition chimique ainsi que la stabilité oxydative des huiles (**Peres et al., 2016**).

Le but de la présente étude est de déterminer l'effet de la maturation des olives de deux variétés algériennes sur la composition en acides gras et la stabilité oxydative de l'huile ainsi que l'activité antioxydante de ses extraits phénoliques.

La première partie de ce travail est consacrée à une synthèse bibliographique, décrivant la composition chimique de l'olive, les différentes techniques d'élaboration de son huile ainsi que l'évolution de la composition de l'huile au cours de la maturation des fruits.

La seconde partie est consacrée à la détermination du test de rancimat et du profil en acide gras des huiles ainsi que l'estimation des teneurs en composés phénoliques (Polyphénols totaux et *Ortho*-diphénols) et l'activité antioxydante des deux variétés (*Blanquette de Guelma* et *Chemlal*) à trois stades de maturité (vert, tournant et noir).

*Synthèse
bibliographique*

Chapitre I

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

I.1 L'Olive

I.1.1 Définition

L'olive est le fruit de l'olivier *Olea europaea* L. appartenant à la famille des Oleaceae (Owen *et al.*, 2000). C'est une drupe à peau lisse de forme ovoïde, à enveloppe charnue renferme un noyau très dur, qui contient une graine. Sa couleur est verte au début puis vire au bleu violacé et au noire à maturité complète (vers octobre-novembre) (Gigon *et al.*, 2010).

I.1.2 Structure de l'olive

L'olive est constituée, d'un péricarpe et d'un endocarpe. Elle pèse de 2 à 12 g, bien que certaines variétés puissent peser jusqu'à 20 g. Le péricarpe comprend deux parties : l'épicarpe (la peau) et le mésocarpe (la pulpe) qui représente environ 65-83 % du poids total. L'endocarpe (noyau) représente 17 % à 35 % du poids total. L'épicarpe est couvert de cire et passe du vert clair au noir quand le fruit mûrit (Benlemlih *et al.*, 2012).

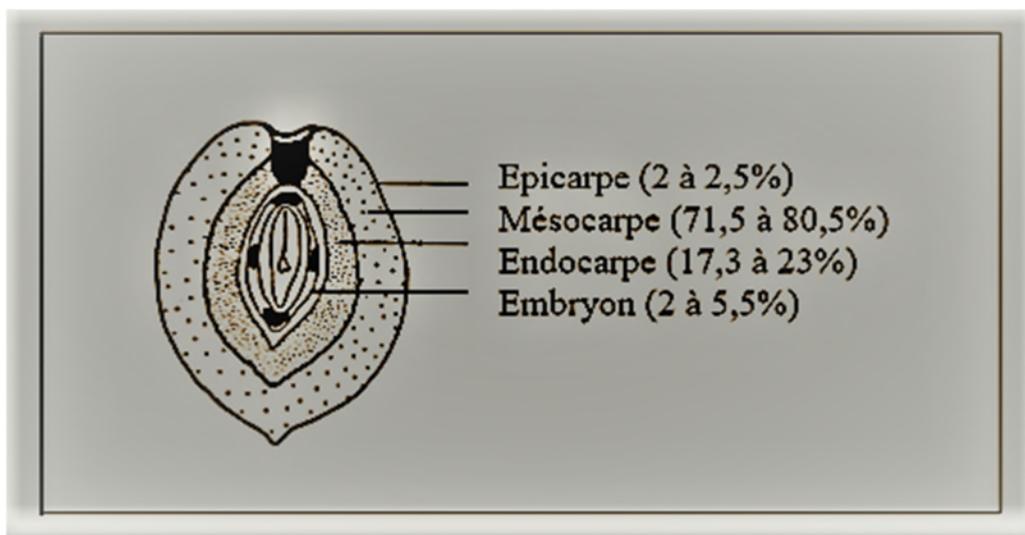


Figure1 : Section transversale et composition physique de l'olive (Nefzaoui, 1999).

I.1.3 Composition chimique de l'olive

La composition chimique moyenne de l'olive est la suivante (figure 2) : l'eau 50 % ; huiles 22% ; protéines 2 % ; sucres 13 % ; cellulose 6 % ; minéraux 2 %. D'autres

constituants importants environ 2% sont : les pectines, les acides organiques, les pigments et les glycosides de phénols (Seçmeler *et al.*, 2019).

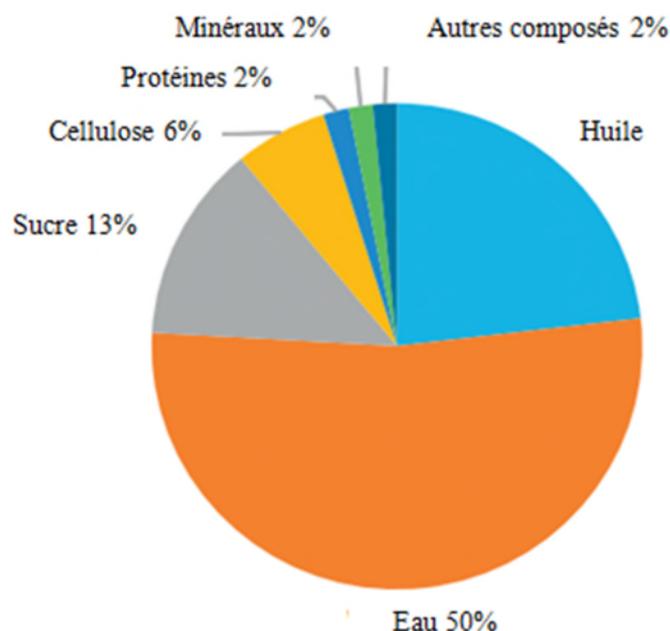


Figure 2 : Composition chimique moyenne de l'olive (Seçmeler *et al.*, 2019).

I.2 Processus d'élaboration de l'huile d'olive

L'objectif de toute méthode d'extraction consiste à produire la plus grande quantité d'huile possible sans altération de sa qualité d'origine. Toutefois, si la qualité n e ne doit pas être modifiée, il est nécessaire d'utiliser uniquement des méthodes mécaniques ou physiques pour extraire l'huile, en évitant les réactions chimiques et enzymatiques qui pourraient changer sa composition naturelle (Benlemlih et Ghanam, 2012).

I.2.1 Cueillette, stockage et effeuillage des olives

La cueillette peut s'effectuer manuellement ou mécaniquement. La récolte à la main est l'opération qui convient le mieux pour obtenir la meilleure qualité de l'huile vierge car les olives sont cueillies sélectivement selon leur degré de maturité (Fouin *et al.*, 2002).

Les olives sont ensuite transférées à l'atelier de production d'huile dans des délais les plus brefs possibles, afin de garantir les meilleurs arômes à l'huile d'olive. Il est conseillé de ne pas stocker les olives récoltées plus de deux jours (Evrard *et al.*, 2007). Les olives

cueillies et stockées sont ensuite effeuillées. L'effeuillage est assuré par des hottes qui aspirent et par des trémies qui retiennent les feuilles.

I.2.2 Lavage, broyage et malaxage

Après la cueillette, les olives sont triées afin d'éliminer les brindilles et les feuilles puis lavées à l'eau froide. Les olives et leurs noyaux, sont ensuite broyés. Le broyage en industrie se fait à l'aide d'un broyeur métallique (à marteaux, disques dentés ou cylindres striés) et aboutit à la formation d'une pâte. Pour faciliter l'extraction de l'huile, ce type de broyage doit être complété par un malaxage qui fait appel à des malaxeurs à vis ou à pales pendant une durée de 15 à 40min environ, étape permettant de réunir en une phase continue les gouttes d'huiles dispersées dans la pâte (**Owen et al., 2000**).

I.2.3 Extraction de l'huile

I.2.3.1 Système d'extraction par presse (discontinu)

Ce système d'extraction discontinu utilise des presses métalliques à vis ou hydrauliques (**Chimi, 2006**). L'huile est extraite de la pâte d'olive, cependant, l'eau de végétation ainsi que le grignon d'olive sont produits en parallèle (**Wiesman, 2009**). Par conséquent, l'huile extraite par les presses présente un degré d'oxydation et une acidité élevée, des défauts organoleptiques, et une courte durée de conservation. (**Chimi, 2006**).

I.2.3.2 Système d'extraction par centrifugation (continue)

Il existe deux processus d'extraction par centrifugation :

a. Processus d'extraction par centrifugation à deux phases

Le procédé d'extraction des huiles d'olives fonctionne à deux phases (huile et grignons), cette méthode ne nécessite pas l'adjonction d'eau pour la séparation des phases huileuses et solides contenant les grignons et les margines. Il permet en outre l'obtention d'un rendement en huile plus élevée et plus riche en polyphénols totaux et en *o*-diphénols (**Chimi, 2006**).

b. Processus d'extraction par centrifugation à trois phases

L'extraction de l'huile d'olive dans les unités équipées de centrifugeuses à trois phases (huiles, grignons et margines) nécessite l'ajout d'eau pour séparer les trois phases

précitées. L'huile produite se trouve appauvrie de polyphénols naturels, et par conséquent ne résiste pas à l'oxydation car le taux de dégradation des polyphénols reste élevé (Chimi, 2006).

I.3 L'huile d'olive

I.3.1 Définition

D'après le conseil oléicole international (COI, 2015), l'huile d'olive est définie comme étant une huile provenant uniquement du fruit de l'olivier (*Olea Europaea L.*) à l'exclusion des huiles obtenues par solvants ou par des procédés de réestérification et de tout mélange avec les huiles d'autre nature.

I.3.2 Classification de l'huile d'olive

L'appartenance à une catégorie est définie en fonction de l'évaluation de quelques paramètres de qualité d'huile d'olive à savoir : l'acidité, l'indice de peroxyde, l'absorbance dans l'UV et les caractéristiques organoleptiques. Les différentes catégories d'huile d'olive vierge ainsi que les limites des critères de qualité établies par le COI (2015), sont représentées dans le tableau I.

Tableau I : Les différentes catégories d'huile d'olive vierge et leurs critères de qualité (COI, 2015).

Huile Paramètre	Huile d'olive Vierge extra	Huile d'olive Vierge	Huile d'olive Vierge Courante	Huile d'olive Vierge lampante
Acidité libre (% acide oléique)	$\leq 0,8$	≤ 2	$\leq 3,3$	$> 3,3$
Indice de peroxyde (meqO ₂ /kg)	≤ 20	≤ 20	≤ 20	Non limité
Absorbance a - K ₂₃₂ - K ₂₇₀	$\leq 2,5$ $\leq 0,22$	$\leq 2,6$ $\leq 0,25$	- $\leq 0,3$	- -
Evaluation organoleptique -Fruité -Défaut	Me >0 Me = 0	Me >0 $0 < Me < 2,5$	Me = 0 $2,5 < Me < 6,0$	- Me $> 6,0$

I.3.3 Composition de l'huile d'olive

L'huile d'olive vierge a une saveur délicate et unique qui la distingue des autres huiles végétales comestibles, sa composition chimique est très complexe mais ces composants peuvent être divisés en deux fractions : la fraction saponifiable comprend 98-99 % du poids total de l'huile et il est principalement formée par des triglycérides. La mineure fraction de composants environ 2 % du poids total comprend plus de 230 composés, principalement des pigments, des alcools aliphatiques et triterpéniques, des stéroïdes, hydrocarbures, composés volatils et phénoliques (**Bajoub et al., 2017**).

I.3.3.1 Fraction saponifiable

Elle est composée essentiellement de triglycérides et d'acides gras. La composition en acides gras et triglycérides de l'huile d'olive dépend de la variété, du degré de maturité des olives, de la latitude du climat ...etc. (**Velasco et al., 2002**).

a. Triglycérides

Les triglycérides sont les composants majoritaires de l'huile d'olive (95,4 %). Les principaux triglycérides de l'huile d'olive sont : la trioléine « OOO », la dioléopalmitine « POO », la dioléolinoléine « OOL », la palmitooléolinoléine « POL », et la dioléostéarine « SOO ». La composition en triglycéride de l'huile d'olive de 3 variétés italiennes, selon **Giovanna et al. (1999)**, (**Tableau II, Annexe I**).

b. Acides gras

La variabilité en acides gras dans l'huile d'olive est relativement importante, mais en moyenne, elle se compose de 72 % d'acides gras mono- insaturés (AGM), 14 % d'acides gras polyinsaturés (AGP) et 14 % d'acides gras saturés (AGS) (**Aparicio et Harwood, 2013**) (**Tableau II**).

Tableau II : Composition moyenne en acides gras totaux. (COI, 2015)

Acides gras	Limite de variabilité (%)
Aide myristique (C14 :0)	< 0,03
Acide palmitique (C16 :0)	7,50 - 20,00
Acide palmitoléique (C16 :1)	0,30 - 3,50
Acide heptadécanoïque (C17 :0)	< 0,30
Acide heptadécénoïque (C17 :1)	< 0,30
Acide stéarique (C18 :0)	0,50 - 5,00
Acide oléique (C18 :1)	55,00 - 83,00
Acide linoléique (C18 :2)	2,50 - 21,00
Acide linoléinique (C18 :3)	< 1,00
Acide arachidique (C20 :0)	< 0,60
Acide eicosénoïque (C20 :1)	< 0,40
Acide behénique (C22 :0)	< 0,20
Acide lignocérique (C24 :0)	< 0,20

I.3.3.2 Fraction insaponifiable

- **Stérols**

Constitue 0,4 à 0,8 % de la totalité de la fraction insaponifiable. Les stérols totaux sont de l'ordre de 115 à 154 mg/100 g d'huile. Les stérols libres représentent 60 mg/100 g d'huile. Dans une huile d'olive vierge, les stérols les plus trouvés sont le β -Sitostérol, 5-Avenastérol et Campesterol avec des pourcentages respectifs d'environ 85 %, 7 % et 4 % (Giuffrè *et al.*, 2012).

- **Tocophérols**

Les tocophérols sont des composés importants de l'huile d'olive en raison de leurs doubles actions bénéfiques. En effet, ils ont tout d'abord l'atout d'être une vitamine E et ils ont également une forte activité antioxygène en raison de leur contribution à la stabilité oxydative et à la qualité nutritionnelle. La molécule de tocol constitue la structure de base des tocophérols, elle est constituée d'un noyau hydroxychromane sur le quel est fixé une chaîne phytyle entièrement saturée (Haddam *et al.*, 2014).

- **Hydrocarbures**

Ce sont quantitativement les principaux composants de la fraction insaponifiable présents dans les huiles végétales, ils sont à chaînes linéaires ou cycliques, saturées ou insaturées. Ils représentent 30 à 50 % de cette fraction. Le composant majeur est le squalène, un terpène insaturé (isoprénoïde) (C₃₀H₅₀) et il est un précurseur métabolique du cholestérol et d'autres stérols (**Sanchez-Fidalgo *et al.*, 2010**).

- **Pigments**

Les principaux pigments présents dans les huiles sont les chlorophylles et leurs produits de dégradation et les caroténoïdes (**Salvador *et al.*, 1998**). La couleur de l'huile d'olive est le résultat des pigments (chlorophylles 80 % et caroténoïdes 20 %), les pigments ont un caractère antioxydant à l'obscurité et prooxydant dans la lumière, ils semblent jouer un rôle important dans la stabilité oxydative de l'huile au cours de son stockage (**Oueslati *et al.*, 2009**).

- **Composés phénoliques**

L'huile d'olive vierge est riche en composés phénoliques appartenant à diverses familles (phénols et hydroxyphénols, acides et alcools phénols, sécoiridoïdes, lignanes, flavonoïdes, etc.), les polyphénols affectent fortement les propriétés sensorielles de l'huile d'olive vierge comme le goût amer et piquant typique. Les composés phénoliques contribuent également à la stabilité de l'huile d'olive vierge, luttant ainsi contre l'auto oxydation. La quantité de polyphénols dans l'huile d'olive vierge varie en fonction de plusieurs facteurs tels que la variété, la zone géographique, les conditions agro climatiques, le degré de maturité des fruits (**Talhaoui *et al.*, 2016**).

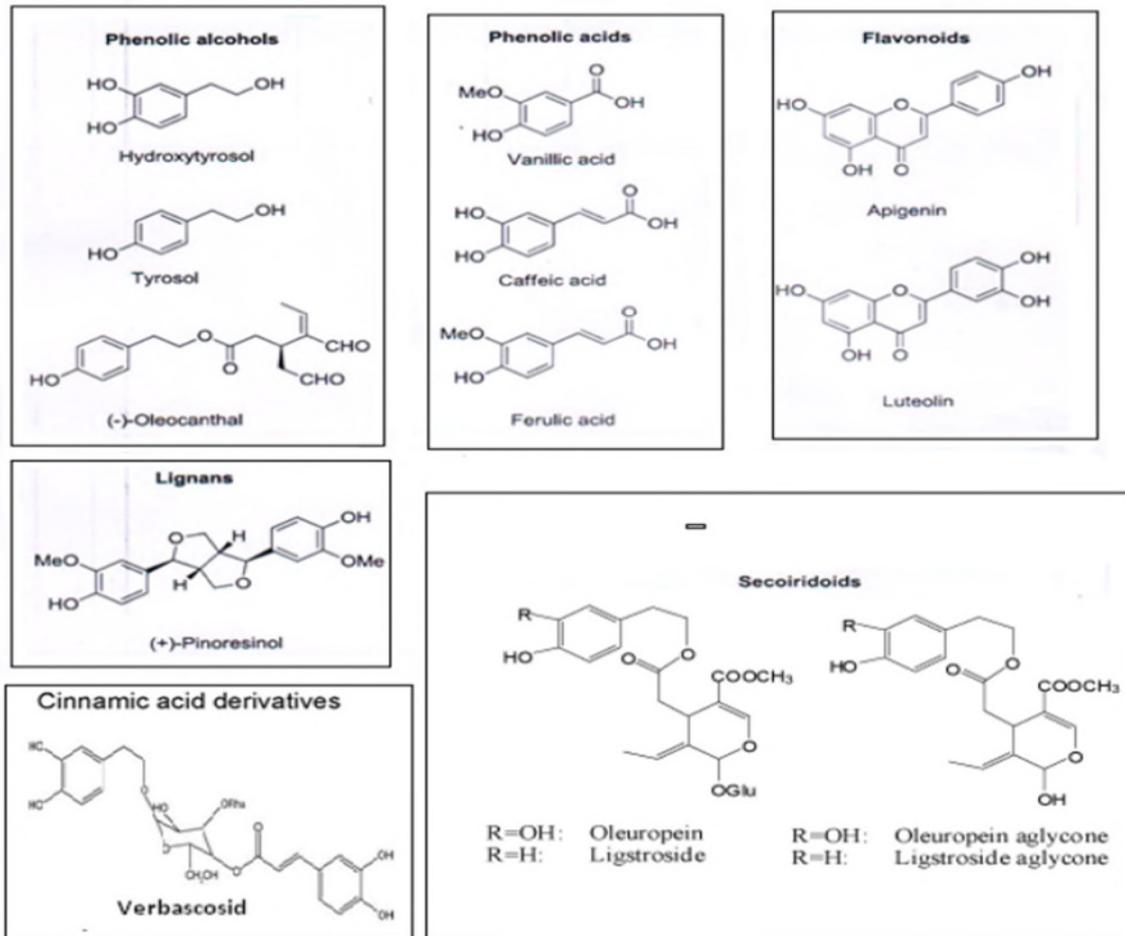


Figure 3 : Principaux composés phénoliques de l'huile d'olive (Ollivier *et al.*, 2004).

I.4. Méthodes d'extraction des composés phénoliques

L'extraction consiste à transférer un composé d'une phase à une autre, il existe deux types d'extraction :

I.4.1 Extraction liquide- liquide

L'extraction liquide-liquide est un procédé de séparation, consistant en une extraction par transfère entre deux phases liquides. (Ricciutelli *et al.*, 2017).

I.4.2 Extraction solide-liquide

L'extraction en phase solide est basée sur le partage des composés entre une phase liquide, l'échantillon, et une phase stationnaire, l'adsorbant. Le choix de cet adsorbant permet de définir une sélectivité spécifique aux composés d'intérêt ainsi qu'une capacité de charge suffisante à l'entière adsorption de ceux-ci (**Humbert, 2010**). On rencontre en général deux grandes familles :

- les polymères : cartouche PS-DVB (polymères de polystyrène-divinylbenzène) ...etc. (**Humbert, 2010**);
- les silices : cartouches diol et C18 (octadecyl) (**Franco et al. 2014 ; Crawford et al., 2018**).

I.5 Activité antioxydante de l'huile d'olive

L'huile d'olive contient des substances protectrices à grand effet antioxydant tels que les polyphénols et les tocophérols qui ont la capacité d'inhiber la formation des peroxydes dans les huiles d'olives vierges (**Benlemlih et Ghanem, 2012**).

L'intervention des antioxydants se fait assez souvent à plusieurs niveaux : piégeage de radicaux libres, chélation de métaux et inhibition de certaines enzymes (**Leopoldini et al., 2011**)

I.5.1 Méthodes d'évaluation de l'activité antioxydante de l'huile d'olive

La mesure du potentiel antioxydant et le suivi des processus d'oxydation sont abordés globalement en déterminant des produits résultants de l'oxydation, en évaluant l'aptitude à piéger les radicaux de modèles réactionnels ou en mesurant l'effet des antioxydants sur l'activité enzymatique (xantine oxydase, choline estérase...) (**Amanpour et al., 2019 ; Aprile et al., 2019**).

I.5.2 Méthodes d'évaluation de la stabilité oxydative de l'huile d'olive

La stabilité oxydative de l'huile d'olive est liée à la concentration de l'huile en AGM et AGP, en pigment, en tocopherols et en composés phénoliques. Cet huile est aussi influencée par plusieurs autres facteurs : la variété, les systèmes d'extractions, les conditions de stockages et le processus de maturation du fruit (**Manai et al., 2006**). Les *ortho*-diphénols, sont les composés qui contribuent le plus à la résistance à l'oxydation des huiles d'olive vierges (**Velasco et Dobarganes, 2002**).

La mesure de la stabilité d'un corps gras est réalisée par des tests de vieillissement accélérés, tels que : Rancimat qui permet de déterminer le temps de résistance d'un échantillon à l'oxydation par conductimétrie (**Saneifar et Jafari, 2019**) et le test de Schaal qui permet de déterminer la résistance à la rancidité (**Velasco et Dobarganes, 2002**).

I.6 Effets thérapeutiques de l'huile d'olive

L'huile d'olive est une source de bien-être et la prévention contre divers maladies grâce aux : acides gras mono-insaturés et de certains micronutriments, notamment les antioxydants tels que les composés phénoliques et la vitamine E (**Jaen, 2005**).

Les bienfaits des différents composants de l'huile d'olive pour la santé sont représentés dans le tableau III ci-dessous :

Tableau III : Effets thérapeutiques des principaux constituants bioactifs de l'huile d'olive.

Action de l'huile d'olive sur certaines maladies		
Composés	Effets	Auteurs
Acides gras	<ul style="list-style-type: none"> -L'acide oléique diminuent le risque des maladies cardiovasculaires ; - Les acides gras poly-insaturés semblent plus impliqués dans la protection vis-à-vis de certains cancers ; - L'acide oleique améliorent la mémoire et donc réduisent le risque de maladie d'Alzheimer ; - L'acide oléique ralentit la pénétration des acides gras dans les parois des cellules artérielles. 	(Ouedrhiri et al., 2016) (Ghedira, 2008)
Composés phénoliques	<ul style="list-style-type: none"> - Protègent l'huile de l'oxydation ; -Réduisent le nombre de tumeurs et leur croissance ; -Préviennent le stress oxydant ; - Activité anti-inflammatoire ; -Modifient la signalisation cellulaire ; -Inhibent l'absorption du glucose au niveau intestinal ; - Diminuent le risque de diabète de type II ; - Réduisent l'inflammation associée à certains processus pathologiques comme l'athérosclérose. 	(Gigon et Le Jeune, 2010)
Tocophérols	<ul style="list-style-type: none"> -Limitent le processus d'oxydation radicalaire ; -Inhibent leur oxydation. 	(Veillet et al.,2010)

Chapitre II : Effet de la maturation des olives sur les caractéristiques de l'huile

II.1 Processus de maturation

Au fil de la maturation des olives, un certain nombre de changements sont produits dans le fruit : changement de la couleur (diminution de la teneur des pigments tel que la chlorophylle et caroténoïde), le taux d'acides gras, la teneur en polyphénols, la stabilité oxydative ainsi que les caractéristiques sensorielles (Youssef *et al.*, 2010).



Figure 4 : Aspect des olives et de leurs huiles au cours du processus de la maturation (COI, 2011).

II.1.1 Evolution du poids des fruits

La maturation de l'olive dure environ cinq mois, le fruit de l'olivier montre une augmentation du poids au cours du développement, suivie d'une diminution au cours de la maturation, essentiellement en raison de la perte d'humidité (Benmlih et Ghanam, 2012).

II.1.2 Evolution de la teneur en matière grasse dans l'olive

L'augmentation du rendement en huile n'est qu'apparente à cause de la perte d'eau sans gain réel de glycéride. Généralement il est estimé que la pleine maturité des olives atteinte au moment où l'épiderme est entièrement coloré (semi-noir), à ce stade la teneur en huile est maximale et celle de l'humidité est minimale (Mahhou *et al.*, 2014).

Les olives récoltées précocement ont un rendement plus faible en huile avec une faible acidité, à l'inverse des olives récoltées à un stade de maturité plus avancé qui donnent un rendement meilleur mais avec une acidité légèrement supérieure causé par l'activité des lipases (**Bakshi et al., 2018**).

II.1.3 Evolution de la composition de l'huile durant la maturation

II.1.3.1 Evolution de la composition des acides gras

Au cours de la maturation des olives, l'huile devient moins stable et cela résulte d'une augmentation des acides gras polyinsaturés et d'une diminution des polyphénols totaux (**Morelló J.R et al., 2004**).

Selon **Kong et al. (2019)**, la teneur en acide oléique diminue au cours de la maturité des olives. Alors que les teneurs en acides palmitiques et linoléique augmentent. Quant aux acides arachidique et gadoléique sont présent à l'état de trace tout au long du processus de maturation.

II.1.3.2 Evolution des triglycérides

Les triglycérides synthétisés au cours de la maturation des olives sont caractérisés par des teneurs qui évoluent de la même manière que celle des acides gras (**Ben Brahim et Bouaziz, 2019**).

D'après **Djebali et al. (2018)**, l'huile d'olive est caractérisée par trois triglycérides primaires : OOO, POO et OLO et huit autres secondaires : OLL, OLnO, PLO, SLL, PPL, PPO, SOO et SLS. Au cours de la maturation des olives le contenu OOO diminue, cette diminution pourrait être expliquée par la diminution des activités du lysophosphatidate acyltransférase (LPAAT) et glycérol-3-phosphate acyltransférase (G3PAT) dans la voie de Kennedy. A l'inverse du contenu OOL qui augmente au cours de la maturation par l'augmentation de l'activité de la diacylglycérol acyltransférase (**Abdallah et al., 2016**).

II.1.3.3 Evolution des pigments

L'huile d'olive est riche en pigments chlorophylliens et caroténoïdes qui tendent à se dégradés au cours de la maturation de l'olive (**El Antari et al., 2000**). Les concentrations en caroténoïdes dans l'huile d'olive présentent des valeurs qui peuvent aller jusqu'à 100mg/kg (**Cichelli et al., 2004**).

Au cours de la maturation, la teneur des chlorophylles et caroténoïdes diminue en raison de la diminution de l'activité photosynthétique (**Benloch et al., 2019**).

La couleur de l'huile d'olive est en corrélation avec sa composition en pigment, qui est considérée comme paramètre de qualité (**Beltran et al., 2005**).

✓ Chlorophylle

Au cours de la maturation des olives la chlorophylle se dégrade et d'autres substances se forment tel que les anthocyanes responsables de la couleur violette ou pourpre du fruit d'olivier (**Gallardo-Guerreo et al., 2002** et **Criado et al., 2007**). La diminution de la teneur en chlorophylle au cours de la maturation pourrait être expliquée aussi par la transformation de la chlorophylle (a) et chlorophylle (b) en phéophytine (a) et phéophytine (b) (l'huile d'olive passe d'une coloration verte à une coloration jaune) (**Dabbou et al., 2010**).

✓ Caroténoïdes

Durant le processus de maturation des olives. La teneur en caroténoïdes diminue progressivement, leurs concentrations varient de 20 à 60 mg/kg dans l'huile issue des olives vertes, de 6 à 18 mg/kg dans l'huile issue des olives tournantes et de 1,5 à 5 mg/kg dans l'huile issue des olives noires (**Salvador et al., 2001**).

II.1.3.4 Evolution des Stérols

Au fil de la maturation des olives, le taux de stérols totaux diminue. Mais cette évolution ne s'applique pas sur les campestérols, car leurs teneurs est indépendante du stade de maturité des olives (**Giuffré et al., 2012**).

II.1.3.5 Evolution des composés phénoliques

Les composés phénoliques sont les substances les plus importantes qui définies la qualité de l'huile d'olive vierge, ils sont donc considérés comme marqueurs analytiques importants pour indiquer le meilleur stade de maturation des fruits (**Bellincontro et al., 2012**).

Au cours de la maturation des olives, la concentration des phénols augmente progressivement jusqu'à un niveau maximal au « demi pigmentation », diminuant brusquement au fur et à mesure que la maturation progresse (**Rotondiet et al., 2004**).

L'oléuropéine et le ligstroside sont les sécoïridoïdes majoritaires de l'olive, leurs aglycones lipophiles sont présents dans l'huile d'olive. En effet au cours de la maturation du fruit, les glucosides sont hydrolysés pour donner des aglycones qui confèrent à l'huile d'olive sa saveur si particulière (**Ollivieret et al., 2004**).

II.1.3.6 Evolution des tocophérols

Au cours de la maturation, la teneur des tocophérols diminue, l' α -tocophérol présente 98% du total des tocophérols suivi par γ -tocophérol puis β -tocophérol (**Nsiri et al., 2017**). En effet **Bengana et al. (2013)**, ont trouvés que la teneur la plus élevée se trouve dans les huiles issues des olives vertes (203 mg / kg) et la valeur la plus faible (168 mg / kg) est présente dans les huiles issues des olives noires.

II.1.3.7 Evolution de la qualité de l'huile d'olive

Le stade de maturation des olives est l'un des facteurs clés de la qualité de l'huile d'olive, cette dernière est évaluée par plusieurs paramètres tels que : l'acidité, indice de peroxyde, teneur des composés phénoliques, stabilité antioxydante... (**Conte, 2019**). En effet selon (**Brahim et Bouaziz, 2019**), les olives récoltées précocement donnent une huile de très bonne qualité avec un faible degré d'acidité et une stabilité oxydative élevée, contrairement aux huiles issues des olives récoltées tardivement qui présentent une acidité élevée et une faible stabilité oxydative de l'huile. Ces auteurs ont montré également que les huiles issues des olives récoltées à une date tardive présentent une couleur jaune paille due à la diminution de la teneur des pigments au cours de la maturation.

La teneur en composants volatils qui confèrent à l'huile ses caractéristiques sensorielles particulières, montrent une forte augmentation due à la détérioration progressive de la qualité de l'huile au cours de la maturation (**Jimenez et al., 2017**).

II.1.3.8 Evolution de la stabilité oxydative

La stabilité oxydative de l'huile diminue légèrement, Cette régression est généralement attribuée à la diminution de la teneur des sécoiridoïdes phénoliques qui jouent un rôle important dans la prolongation de la stabilité à l'oxydation (**Bilusic et al., 2018**). D'après **Bacouri et al. (2008)**, les huiles issues des olives vertes présentent la meilleure stabilité à l'oxydation.

II.1.4 Facteurs influençant le processus de maturation

II.1.4.1 Effet des pratiques culturales

Chartzoulakis. (2005), a rapporté qu'une eau chargée en sel entraîne des variations qualitative et quantitative dans la composition lipidique des olives. Des niveaux d'irrigations élevées peuvent entraîner une nouaison accrue des olives (**Ayton et Zeleke, 2018**).

I.1.4.2 Effet climatique

Les facteurs climatiques comme la température et la précipitation ont une influence sur le comportement physiologique de l'olive, et par conséquent, sur les caractéristiques chimiques de son huile (Temime *et al.*, 2006).

D'après Demanati. (2008), la composition en acides gras insaturés, principalement en acide linoléique augmente avec la diminution de la température. La basse altitude avec des hautes températures peuvent augmenter la polyinsaturation accrue de l'huile avec un bas pourcentage d'acide oléique (Motilva *et al.*, 2010).

I.1.4.3 Effet de la variété

La période de maturité des olives diffère d'une variété à une autre, pour cette raison, des variétés caractérisées par leur maturation précoce, moyenne et tardive sont à distinguer (Koseoglu *et al.*, 2016). En effet c'est le facteur génétique du cultivar qui influence sur les caractéristiques de l'huile d'olive (Djebali *et al.*, 2018).

I.1.4.4 Effet des ravageurs

La mouche de l'olive *Bactrocera oleae* est considérée comme l'un des ravageurs les plus importants en oléiculture des principales régions productrices d'olives dans le monde (Malheiro *et al.*, 2018).

D'après (Beltran *et al.*, 2005 ; Medjkouh *et al.*, 2018), la mouche de l'olive a une préférence pour : les gros fruits (largeur, longueur et poids élevé) et les olives avec un faible indice de maturité (olive verte), trois types de dégâts sont causés aux fruits par *Bactrocera oleae* à savoir la disparition d'une partie de la pulpe, la détérioration de la qualité de l'huile et la précipite la chute de l'olive.

Matériel
et
méthodes

Chapitre I Matériel et méthodes

I.1 Matériel végétal

Le présent travail porte sur des olives de deux variétés différentes (*Blanquette de Guelma* et *Chemlal*). La récolte est effectuée manuellement le 05/12/2018 pour *Blanquette de Guelma* origine de Sidi-Aich et le 17/12/2018 pour la variété *Chemlal* origine de Tazmalt, suivi par un triage des olives selon la couleur de leur peau, ce qui a permis d'obtenir trois stades de maturité différents (vert, tournant et noir). (Figure 5).

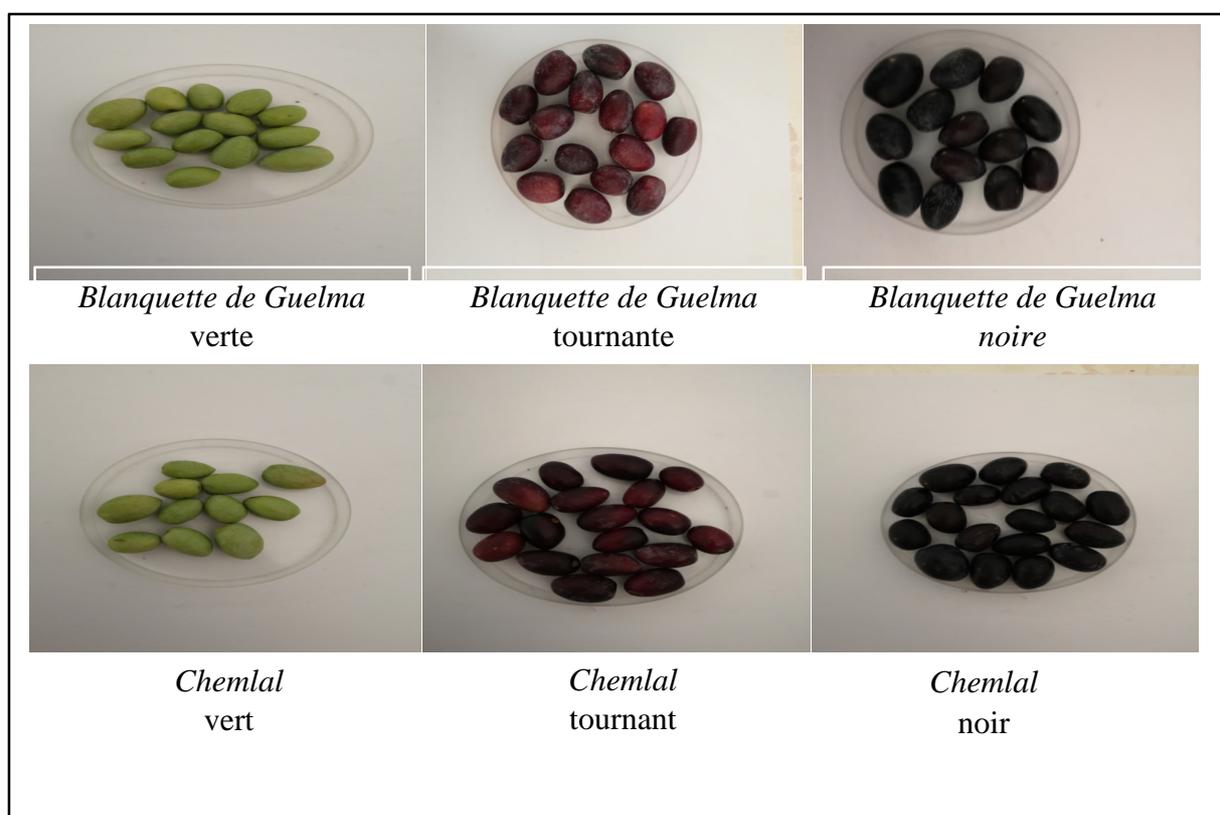


Figure 5 : Photographie des échantillons d'olives.

I.2 Extraction des huiles

Après effeuillage, triage, et lavage des différents échantillons d'olives. L'extraction de l'huile est réalisée le lendemain de la récolte, au niveau du laboratoire de la pépinière de l'I.T.A.F. V (Institut Technique de l'Arboriculture Fruitières et de la Vigne) situé à Takerietz, wilaya de Bejaia. Cette trituration est faite au moyen d'un oléodoseur (Levi-Dilon-Lerogsane), selon les étapes suivantes (broyage, malaxage et centrifugations) :

- Le broyage est réalisé par un broyeur à marteau ;
- Le malaxage est effectué en deux temps : 15 minutes sans eau et 15 minutes après ajout de 20 ml d'eau à 30°C pour 290 g de pâtes d'olives ;
- La centrifugation pendant trois minutes de la pâte malaxée est réalisée à l'aide d'une Centrifugation verticale à pâmer ayant une vitesse de 4845 tours /min, qui sépare la phase liquide de la phase solide.

Les échantillons d'huiles ainsi obtenus ont été placés dans des bouteilles en verre fermé, étiquetés, remplie et conservées à une température de 4°C.

I.3 Analyses effectuées sur l'huile d'olive

I.3.1 Détermination de la composition en acides gras

Les acides gras sont analysés après transformation en esters méthyliques obtenus par transestérification des triglycérides par de la potasse méthanolique. Les esters méthyliques d'acides gras des échantillons d'huiles d'olive sont obtenus selon la méthode standard préconisée par le **COI, 2001**.

a. Préparation des esters méthyliques

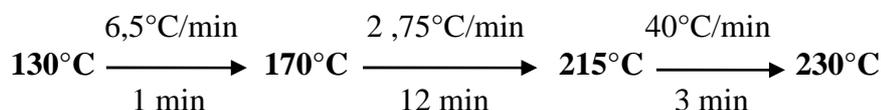
Les esters méthyliques sont préparés en suivant la méthode **E.C. (2002)**. Une aliquote de 0,5g d'huile est dissoute dans 5ml d'hexane pour chromatographie, à laquelle sont ajoutés 0,5 ml d'une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium (2 N). Le tout est agité pendant 30 secondes, puis centrifugé à 3000 tours/min. deux gouttes du surnageant sont prélevées et mélangées avec 1ml d'hexane.

b. Dosage qualitatif et quantitatif

Les esters méthyliques sont injectés dans un chromatographe en phase gazeuse de type Chrompack C 9002 dont les conditions d'analyse sont décrites ci-après :

- Injecteur : SPLIT 1/100 ;
- Colonne capillaire DB 23 : (longueur : 30m, diamètre intérieur : 0.32 mm et épaisseur : 0.25 μ m) ;
- Gaz vecteur : Azote ;
- Détecteur : FID ;

- Températures : (injecteur : 250 °C, détecteur : 250 °C et le four : 200 °C) ;
- Quantité injectée : 01µl ;
- Vitesse du papier : 0.5 cm/min ;
- Programme (gradient de température) :



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

I.3.2 Test de stabilité oxydative par Rancimat

Le test au Rancimat est reconnu comme une méthode officielle à l'échelle internationale (**ISO/6886/ 2009**). Pour évaluer la stabilité à l'oxydation des six échantillons d'huile d'olive, nous avons eu recours à ce test Rancimat qui donne la spécification TIR (temps d'induction Rancimat), exprimé en heure) correspondant au temps pendant lequel la matière grasse a résisté à un stress oxydatif. Nous avons mis 3 g d'huile d'olive à analyser dans un tube où elle va subir une décomposition thermique à 111 °C, sous un flux intensif d'air de débit 10 l/h. Les produits de dégradation qui apparaissent sont expulsés par le flux et transférés dans la cellule de mesure remplie d'eau ultra pure. L'évaluation est effectuée de façon entièrement automatique. Le temps d'induction est déterminé par un conductimètre.

I.4 Analyses effectuées sur les extraits méthanoliques

I.4.1 Extraction des polyphénols

L'extraction des composés phénoliques est réalisée suivant le protocole de **Franco et al. (2014)**, avec quelques modifications, utilisant une méthode d'extraction solide-liquide. D'abord une colonne SPE diol est conditionnée avec 10 ml de méthanol et 10 ml d'hexane. Ensuite 1g d'huile dissout dans 10ml d'hexane est introduit à travers cette colonne qui retient les composés phénoliques, suivie par un lavage avec 10ml d'hexane. Finalement l'analyte est élué avec 10ml de méthanol.

I.4.2 Dosage des polyphénols totaux

La concentration en composés phénoliques totaux est estimée par la méthode au Folin Ciocalteu. Le réactif est constitué d'un mélange d'acide phosphotungstique ($H_3PW_{12}O_{40}$) et d'acide phosphomolybdique ($H_3PMo_{12}O_{40}$), il est réduit lors de l'oxydation des phénols en un mélange bleu de tungstène et de molybdène. La coloration produite, est proportionnelle à la quantité de polyphénols présents dans les extraits végétaux (**Singleton et al. ,1999**).

L'estimation de la teneur en composés phénoliques est déterminée selon la méthode utilisée par **Favati et al. (1994)**. Avec quelques modifications.

Dans des fioles de 20 ml, sont mélangés 2 ml d'extrait méthanolique, 5 ml d'eau distillée et 0.5 ml de réactif de Folin-ciocalteu. Après 3 min, 4 ml de solution de carbonate de sodium (10%) sont ajoutés, ensuite ajuster à 20 ml avec de l'eau distillée. Après 90 min d'incubation à l'obscurité, le mélange est centrifugé et l'absorbance est mesurée au spectrophomètre à 760 nm.

La concentration en composés phénoliques des extraits d'huile est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage (**Figure 1, Annexe II**) obtenue en utilisant l'acide gallique comme standard.

I.4.3 Dosage des *ortho*-diphénols

Les *ortho*-diphénols réagissent avec le molybdate pour former un complexe jaune. La concentration en *ortho*-diphénols des extraits méthanoliques est déterminée selon la méthode décrite par **Bendini et al. (2003)** par dosage spectrophotométrique à 370 nm.

La concentration en *Ortho*-diphénols des extraits méthanoliques de nos échantillons d'huile est déterminée suivant la méthode de **Bendini et al. (2003)** avec quelques modifications.

Un volume de 4ml d'extrait méthanolique est additionné de 1 ml de la solution de molybdate de sodium dihydraté à 5% dans l'éthanol-eau (V/V), le mélange est agité vigoureusement au vortex pendant 1min, puis mis à l'obscurité pendant 15min et enfin filtré. L'absorbance est mesurée à 370 nm contre un blanc réactif contenant 4ml d'extrait et 1ml d'éthanol-eau.

Les teneurs en *Ortho*-diphénols des échantillons sont déterminées à partir d'une courbe d'étalonnage (**Figure 2, Annexe II**) réalisée avec l'acide caféique comme standard.

I.4.4 Indice d'amertume

L'indice d'amertume (K_{225}) est évalué par extraction des composés amers de l'huile d'olive, l'amertume est déterminée selon la méthode adoptée par **Inarejos-Garcia et al. (2009)**. Elle consiste à mesurer l'absorbance de la fraction polaire à 225 nm.

Un échantillon d'un gramme d'huile dissout dans 5 ml d'hexane est extrait avec 5 ml de méthanol / eau (60 :40, v / v). Le mélange est vortexé et centrifugé à 3500 tours par minute pendant 10 min. Après l'élimination de la couche hexanique, la fraction polaire est transférée dans une fiole jaugée de 10 ml et le volume est complété jusqu'à 10 ml avec méthanol / eau (60 :40, v/v) une aliquote de 1,25 ml est diluée jusqu'à 5 ml avec le même solvant (C1). L'absorbance de C1 est enregistrée à 225 nm au moyen d'un spectrophotomètre contre un blanc méthanol/eau (60 :40, v/v). L'indice d'amertume est calculé selon la formule suivante :

$$K_{225} = A_{225} / C$$

A_{225} : l'absorbance des échantillons mesurée à 225 nm

K_{225} : la concentration des échantillons (g d'huile/100 ml)

I.5 Evaluation de l'activité antioxydante des extraits méthanoliques

I.5.1 Pouvoir réducteur

Le pouvoir réducteur mesure la capacité d'un antioxydant à réduire le fer ferrique Fe^{3+} ($FeCl_3$) en fer ferreux Fe^{2+} ($FeCl_2$) en présence d'un agent chromogène : ferricyanure de potassium $K_3 [Fe (CN)_6]$ (**Dorman et al., 2003**).

La forme réduite donne une couleur verte qui est proportionnelle au pouvoir réducteur de l'extrait (**Blazovics et al., 2003**).

Le pouvoir réducteur des extraits méthanoliques est estimé par la méthode d'Amro *et al.* (2002). Un volume de 2,5 ml d'extrait méthanolique est mélangé avec 2,5 ml de tampon phosphate (0,2 M, pH=6,6) et 2,5 ml de ferricyanure de potassium $K_3 [Fe (CN)_6]$ à 1 %.

Le mélange est incubé à 50°C pendant 20 min, puis 2,5 ml d'acide trichloroacétique à 10% sont ajoutés au mélange avant d'être centrifugé à 5000 tours par min pendant 10 minutes. Dans un tube à essai, sont mélangés 2,5 ml de surnageant, 2,5 ml d'eau distillée et 0,5 ml de chlorure ferrique (Fe Cl₃) à 0,1%. L'absorbance est mesurée à 700 nm après 10 min.

La quantité d'antioxydants ayant un pouvoir réducteur est déterminée à partir de la courbe d'étalonnage (**Figure3, Annexe II**) réalisées avec l'acide gallique.

I.5.2 Activité antiradicalaire contre le radical DPPH

La méthode est basée sur la capacité de l'extrait à réduire le radical DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl) qui est de couleur violette en solution vers une couleur jaunâtre (après réduction), lorsque son électron célibataire est apparié avec un hydrogène provenant d'un antioxydant (**Boskou et al., 2006**). L'intensité de la couleur est inversement proportionnelle à la concentration d'antioxydants et au temps de la réaction (**Kroyer, 2003 ; ES Safi et al., 2007**).

Un volume de 1,5 ml d'extrait est mélangé avec un même volume de solution méthanolique de DPPH (10⁻⁴ M). La décoloration par rapport au témoin, contenant le DPPH et le solvant, est mesurée au spectrophotomètre à 515 nm après 60 min d'incubation à l'obscurité (**Lesage-Meessen et al., 2001**).

L'activité antioxydante est exprimée en pourcentage d'inhibition du radical DPPH selon la formule suivante :

$$\text{Le (\%)} \text{ d'inhibition du DPPH} = [(A_c - A_e) / A_c] * 100$$

A_c : Absorbance du contrôle ;

A_e : Absorbance de l'échantillon.

La teneur en antioxydants à activité anti-radicalaire est déterminée à partir de la courbe d'étalonnage (**Figure4, Annexe II**) réalisée avec l'acide gallique.

Le graphique de la variation des pourcentages d'inhibition en fonction de concentration a permis de déterminer l'IC₅₀ (concentration correspondant à 50% d'inhibition, exprimée en mg/kg), puis comparée à celles de l'acide gallique.

I.6 Analyse statistique

L'étude statistique des résultats est effectuée avec l'application d'une analyse de la variance < ANOVA > suivie du test de Newman-Keuls à l'aide d'un logiciel STATISTICA 5.5. Le degré de signification des résultats est pris à la probabilité $p < 0,05$.

Résultats
et
Discussion

Chapitre II : Résultats et discussion

II.1 Analyses effectuées sur l'huile d'olive

II.1.1 Profil en acides gras

Les acides gras de l'huile d'olive jouent un rôle important dans sa qualité nutritionnelle et organoleptique. Divers facteurs, tels que la variété, le degré de maturité des olives, le climat ...etc, ont un effet sur la composition en acides gras de l'huile d'olive (**Essiari et al., 2014**).

L'analyse par chromatographie en phase gazeuse des huiles des deux variétés *Chemlal* et *Blanquette de Guelma* a trois stades de maturité (vert, tournante et noir) montre des similitudes dans la composition qualitative en acides gras, mais quantitativement différente. Les chromatogrammes (**Figure 5, Annexe III**) ont permis de distinguer les acides gras suivants :

- Acides gras saturés : acide palmitique (C16:0), acide stéarique (C18:0), acide arachidique (C20:0), acide béhénique (C22:0) et acide lignocérique (C24:0).
- Acides gras mono-insaturés : acides palmitoléique (C16:1), acide oléique (C18:1) et acide gadoléique (C20:1).
- Acides gras poly-insaturés : acide linoléique (C18:2) et acide linoléique (C18:3).

L'acide oléique (C18:1) est l'acide gras dominant dans la composition de l'huile d'olive des deux variétés avec des teneurs supérieures à 65%. Cet acide gras montre une légère diminution au cours de la maturation des olives des deux variétés *Blanquette de Guelma* et *Chemlal*, qui sont respectivement, de 68,15 % à 66,29 % et de 66,4% à 65,71%, en allant du stade vert au stade noir. Ces résultats sont inférieurs aux résultats trouvés par **Alowiaiesh et al. (2018)** pour des huiles australiennes issues des variétés *Frantoio* et *Monzanilla* (73 à 69% et 77 à 75%, respectivement pour une récolte effectuée en 2014. A l'opposé de l'acide linoléique qui tend à augmenter, au cours de la maturation, de 14,91 à 19,66% pour *Blanquette de Guelma* et de 10,33 à 14,16% pour la variété *Chemlal*. La même évolution est présentée par **Nergiz et al. (2000)** qui ont montrés que la teneur en acide linoléique augmente en fonction du stade de maturité de la variété *Domat*. Quant à l'acide palmitique, ses concentrations diminuent au cours de la maturation des olives. Les

teneurs les plus élevées sont observées pour la variété *Chemlal* (17,57 à 14,94 %) comparé à *Blanquette de Guelma* (11,29 à 9,34 %).

Le tableau IV regroupe les teneurs en acides gras totaux des échantillons d'huile.

Tableau IV: composition en acides gras des huiles issues des olives a trois stades de maturité (en % des acides gras totaux)

Echantillons Acides gras	<i>Blanquette de Guelma</i>			<i>Chemlal</i>		
	B1	B2	B3	C1	C2	C3
C16:0	11.29	9.34	9.68	17.47	15.05	14.94
C16:1	0.28	0.19	0.20	1.63	1.35	1.35
C18:0	3.09	2.74	2.7	2.07	2.01	2.02
C18:1	68.15	68.70	66.29	66.4	66.64	65.71
C18:2	14.91	18.12	19.66	10.33	12.86	14.16
C18:3	0.76	0.75	0.7	0.79	0.74	0.75
C20:0	0.52	0.49	0.46	0.46	0.42	0.41
C20:1	0.44	0.44	0.46	0.34	0.33	0.32
C22:0	0,00	0,00	0,00	0,00	0.14	0,00
C24:0	0.54	0.43	0.46	0.47	0.32	0.30
AGS	15.44	13,00	13.37	20.47	17.94	17.67
AGI	84.54	88.20	87.31	79.49	81.92	82.29
C18:1/C18:2	4.57	3.79	3.37	6.43	5.18	4.64

Nos résultats concordent avec ceux de **Dag et al. (2011)**, qui ont montrés qu'au cours de la maturation des olives de la variété *Souri*, le principal acide gras saturé (acide palmitique) diminue de 15,6% (stade vert) à 12,7% (stade noir).

Le rapport acide oléique/acide linoléique présente une diminution au cours de la maturation pour les deux variétés, *Blanquette de Guelma* (4,57 % à 3.37 %) et *Chemlal* (6,43 à 4,64 %) en allant du stade vert au stade noir. **Perrin (1992)**, a signalé que parmi les huiles végétales les plus consommées, l'huile d'olive est celle qui présente le plus fort rapport acides C18:1/C18:2 (4 à 10 %) cette particularité confère à l'huile d'olive une plus grande stabilité vis à vis de l'oxydation.

L'évolution des acides oléique et linoléique au cours de la maturation présente une tendance opposée qui peut être expliqué par l'activité de l'enzyme oléate désaturase qui

transforme l'acide oléique en acide linoléique au cours de la maturation des fruits. (Baccouri *et al.*, 2008 ; Conde *et al.*, 2008).

Les acides palmitoléique, stéarique, linoléique, arachidique, gadoléique, béhénique et lignocérique sont faiblement représentés par les deux variétés et au cours des différents stades de maturité des olives avec des teneurs allant de 0,2 jusqu'à 3,09 %.

L'acide béhénique (C22 :0) est totalement absent chez *Blanquette de Guelma* également au premier et dernier stade de maturité de *Chemlal*. La présence de cet acide gras à une très faible teneur (0,14 %) au stade tournant de la variété *Chemlal* signifie que cet acide peut être utilisé comme un indicateur variétal.

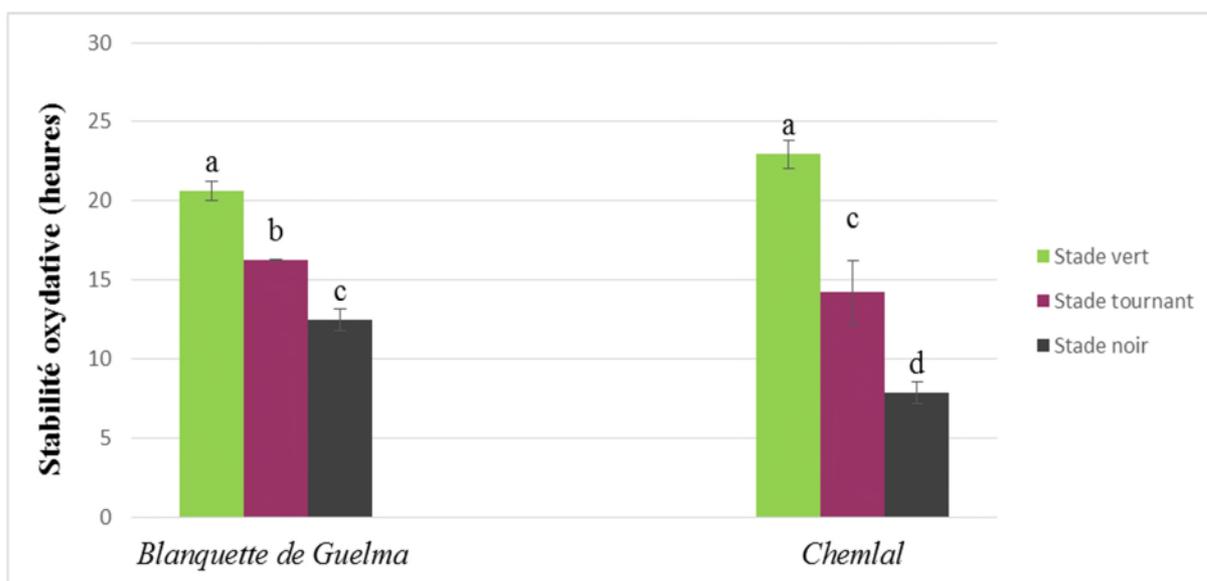
Les pourcentages des acides gras insaturés varient en fonction de la variété et du stade de maturation des olives, leurs teneurs augmentent de 79,44 à 82,29 % pour la variété *Chemlal* et de 84,54 à 87,31 % pour la variété *Blanquette de Guelma*, à l'opposé des acides gras saturés qui diminuent durant la maturation et présentent des taux moins importants que ceux des acides gras insaturés. Les valeurs diminuent de 15,44 à 13,37 pour la variété *Blanquette de Guelma* et 20,47 à 17,67 % pour la variété *Chemlal*.

Les résultats obtenus se situent dans l'intervalle des limites établies par COI (2003), concernant la composition moyenne en acides gras de l'huile d'olive.

La variation de la composition en acides gras de l'huile d'olive en fonction de la variété est également observée par Ollivier *et al.* (2003) ; Douzane *et al.* (2010), qui ont trouvés que la teneur des acides palmitique, oléique, linoléique des variétés françaises et algériennes, respectivement, change d'une variété à une autre. Selon Lombardo *et al.* (2008) ; García-Inza *et al.* (2014) ; Rondanini *et al.* (2014), la température est probablement le principal facteur environnemental contribuant à la variabilité de la composition en acides gras de l'huile d'olive vierge.

II.1.2 Test de rancimat

Les résultats du test d'oxydation accélérée des échantillons d'huile, sont exprimés en temps d'induction (heures) déterminés à partir d'une courbe de conductivité (**Figure 6, Annexe III**). Ces résultats sont représentés dans la figure 6 ci-dessous :



*les barres verticales représentent les écarts-types.

*les valeurs portant les différentes lettres présentent des différences significatives ($p < 0.05$). $a > b > c > d$

Figure 6 : Stabilité oxydative des huiles issues des olives à différents stades de maturité des deux variétés *Blanquette de Guelma* et *Chemlal*

L'analyse statistique des huiles analysées montre des différences significatives ($p < 0.05$) entre les stades des deux variétés étudiées. Aucune différence significative n'est observée entre les huiles issues des olives vertes des deux variétés, ainsi que les huiles issues des olives noires et tournantes de *Blanquette de Guelma* et *Chemlal*, respectivement.

D'après les résultats obtenus, l'huile issue des olives vertes de la variété *Chemlal* enregistrent un temps d'induction (22,94h) légèrement plus élevé que l'huile issue des olives vertes de la variété *Blanquette de Guelma* (20,65h).

Bien que l'huile issue des olives vertes de la variété *Blanquette de Guelma* est plus riche en composés phénoliques (figure 7) que l'huile des olives vertes de la variété *Chemlal*, mais cette dernière présente une meilleure stabilité oxydative. Ceci peut être expliqué par la présence des teneurs faibles en acides gras insaturés (tableau IV) ainsi que la présence de substances antioxydantes puissantes autre que les polyphénols (tocophérols, caroténoïdes...etc.).

Au cours de la maturation des olives, la stabilité oxydative des échantillons d'huile diminue pour atteindre un temps d'induction le plus faible au stade noir pour les deux variétés étudiées : 12,46h (*Blanquette de Guelma*) et 7,83h (*Chemlal*). Cette tendance peut s'expliquer par la diminution de la teneur en antioxydants au cours du processus de maturation des olives.

En effet des corrélations significatives sont établies entre les résultats de la teneur en composés phénoliques totaux des extraits méthanoliques et la stabilité oxydatives des huiles des variétés étudiées : 0.96 pour (*Chemlal*), 0.98 pour (*Blanquette de Guelma*).

(Tableau III et IV, Annexe IV)

D'après **Nieto *et al.* (2010)**, la résistance à l'oxydation est généralement attribuée à deux facteurs principaux :

- a) la composition en acides gras de l'huile d'olive (le rapport C18 :1/C18 :2 est un indicateur de la stabilité de l'huile) ;
- b) les composés mineurs a puissante activité antioxydante, tels que les tocophérols et les polyphénols, ainsi que caroténoïdes.

Les résultats obtenus par **Bengana *et al.* (2013)**, pour une huile de variété *Chemlal* (cultivé a Bouira) sont supérieurs aux résultats trouvés dans notre étude pour la même variété, (36h pour une récolte précoce et 27h pour une récolte tardive), ceci peut être expliqué par l'effet de la région.

Les résultats obtenus sont proches aux résultats trouvés par **Bilusic *et al.* (2018)**, pour les variétés d'Island *Drobnica* et *Lastovka* qui présentent un temps d'induction respectivement équivalent à 20,95h et 18,65h pour une récolte précoce et 16,79h et 12,80h pour une récolte tardive.

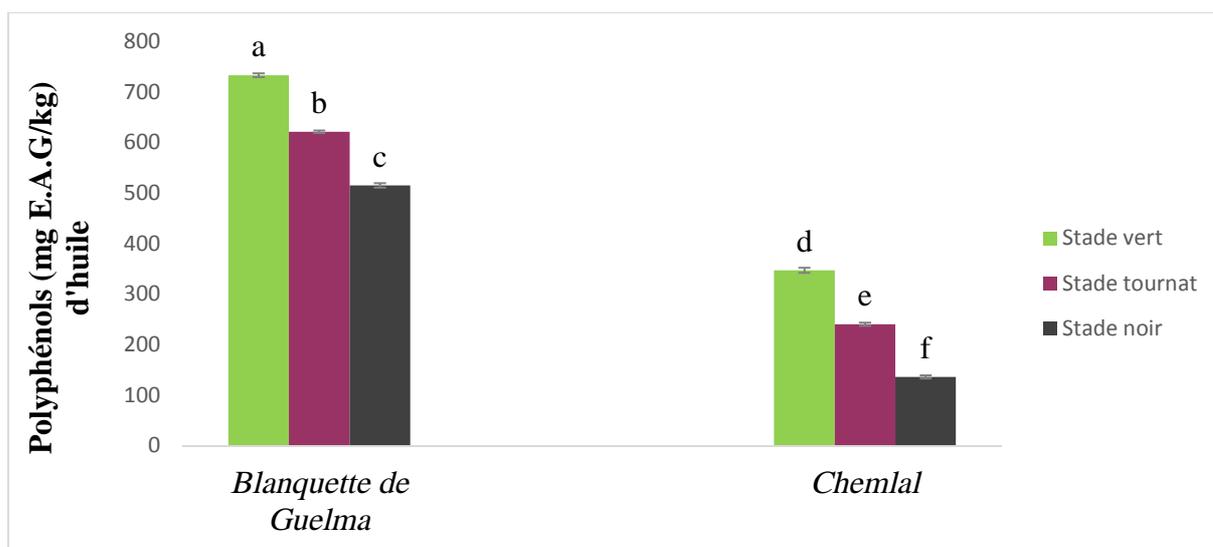
Nos résultats sont largement inférieurs aux résultats de **Mena *et al.* (2018)**, pour une variété espagnole (*Castellana*) qui montre un temps d'induction de 94,5h pour une récolte précoce, qui diminue légèrement au fur et à mesure que les fruits mûrissent. Selon **Brahim et Bouaziz. (2019)**, le facteur variétal peut également influencer la stabilité oxydative de l'huile.

Une étude réalisée par **Piscopo *et al.* (2018)**, sur des huiles de la variété italienne Sinopolese, révèle des valeurs inférieures à nos résultats, 12h pour une collecte en mi-October et 5,73h pour une récolte effectuée en Novembre, Cette différence est probablement liée à l'effet variétale, à l'origine géographique et à la méthode d'extraction utilisée par Piscopo et ces collaborateurs.

II.2 Analyses effectuées sur les extraits méthanoliques

II.2.1 Composés phénoliques totaux

Les teneurs en composés phénoliques totaux des échantillons d'huile analysés sont exprimés en milligramme équivalent acide gallique par kilogramme d'huile (figure 7). L'analyse statistique révèle des différences significatives ($p < 0,05$) selon la variété et le degré de maturation des olives.



*les barres verticales représentent les écarts-types.

*les valeurs portant les différentes lettres présentent des différences significatives ($p < 0,05$). a>b>c>d>e>f

Figure 7 : Teneurs en polyphénols totaux des huiles issues des olives de deux variétés à trois stades de maturité.

Les teneurs en composés phénoliques des huiles diminuent au cours de la maturation des olives pour les deux variétés étudiées. Les valeurs les plus élevées en polyphénols sont enregistrées pour la variété *Blanquette de Guelma* avec des valeurs variant de 733,63 mg E.A.G/kg pour le stade vert à 515,6 mg E.A.G/kg pour stade noir. La variété *Chemlal* note les teneurs les plus faibles (347,66 à 136,3 mg E.A.G/kg).

Les résultats obtenus pour les huiles issues des olives noires de la variété *Blanquette de Guelma* sont inférieurs à ceux de **Figueiredo et al. (2019)**, qui ont travaillé sur la variété espagnole *Barava* (749 mg/kg). Les teneurs obtenues pour la variété *Chemlal* sont proches aux valeurs trouvées par **Tamandjari et al. (2004)** en allant du stade vert au stade noir (396,3-290,3 mg E.A.G/kg).

Selon **El Riachy et al. (2012)** et **Nenadis et al. (2018)**, la teneur en composés phénoliques dans l'huile d'olive est affectée par plusieurs facteurs tels que : maturation du fruit, cultivars, processus d'extraction, temps de malaxage ...etc.

En outre, la diminution de la teneur en composés phénoliques au cours de la maturation des deux variétés étudiées est fortement liée à l'augmentation de l'activité de l'enzyme β -glucosidase estérase qui dégrade les sécoiridoïdes d'huile d'olive vierge lors du broyage et du malaxage (**Bendini et al., 2007**). Aussi par la diminution de l'activité enzymatique de la L-phénylalanine ammonia lyase (PAL), qui joue un rôle important dans la désamination de la phénylalanine et sa conversion en acide trans-cinnamique impliqué dans la synthèse des composés phénoliques. L'activité de la PAL est en fonction du degré de maturité des fruits (**Tovar et al., 2002**). Donc les différences dans les teneurs en composés phénoliques dans l'huile d'olive sont expliquées par la variation des systèmes enzymatiques présents dans chaque variété.

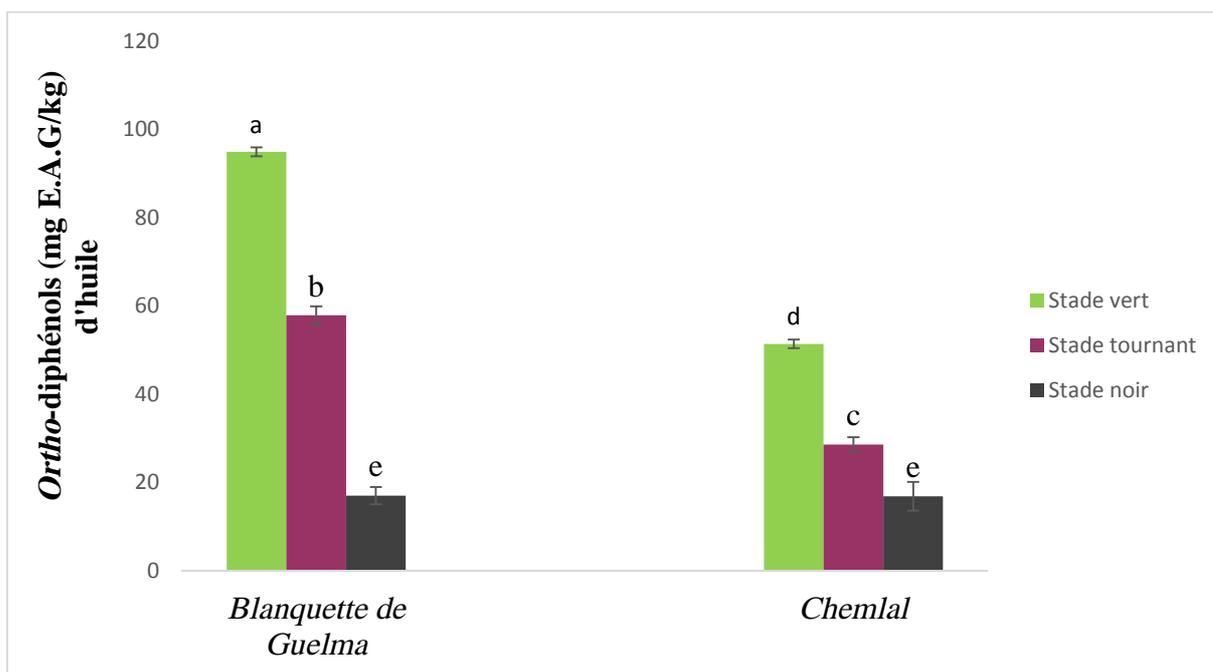
II.2.2 Dosage des *Ortho*-diphénols

Les teneurs en *Ortho*-diphénols des échantillons analysés sont exprimées en milligramme d'acide caféique par kilogramme d'huile (figure 8).

Les résultats obtenus des échantillons analysés montrent des différences significatives ($p < 0,05$) entre les stades de maturité des olives au sein des deux variétés, mais aucune différence significative ($p < 0,05$) n'est constatée pour les deux variétés au stade noir.

D'après les résultats illustrés sur la figure 7, la variété *Blanquette* est la plus riche en *Ortho*-diphénols surtout au niveau du stade vert dont sa teneur est de 94,93 mg E.A.C /kg, puis diminue avec l'avancement de la maturation du fruit pour atteindre 17,03 mg E.A.C/kg au stade noir. Le même profil d'évolution est observé pour la variété *Chemlal* avec des teneurs comprises entre 51,4 et 16,84 mg E.A.C/kg en allant du stade vert au stade noir.

Nos résultats sont inférieurs à ceux de **Gouvinhas et al. (2015)**, pour la variété portugaise *Galega* avec des teneurs de 245 à 187 mg E.A.C/kg en allant du stade vert au stade noir, **Aguilera et al. (2005)** ; **Baccouri et al. (2007)** ont montré également qu'au cours de la maturation des olives une diminution de la teneur en *Ortho*-diphénols est observée.



*les barres verticales représentent les écarts-types.

*les valeurs portant les différentes lettres présentent des différences significatives ($p < 0.05$). $a > b > c > d > e$

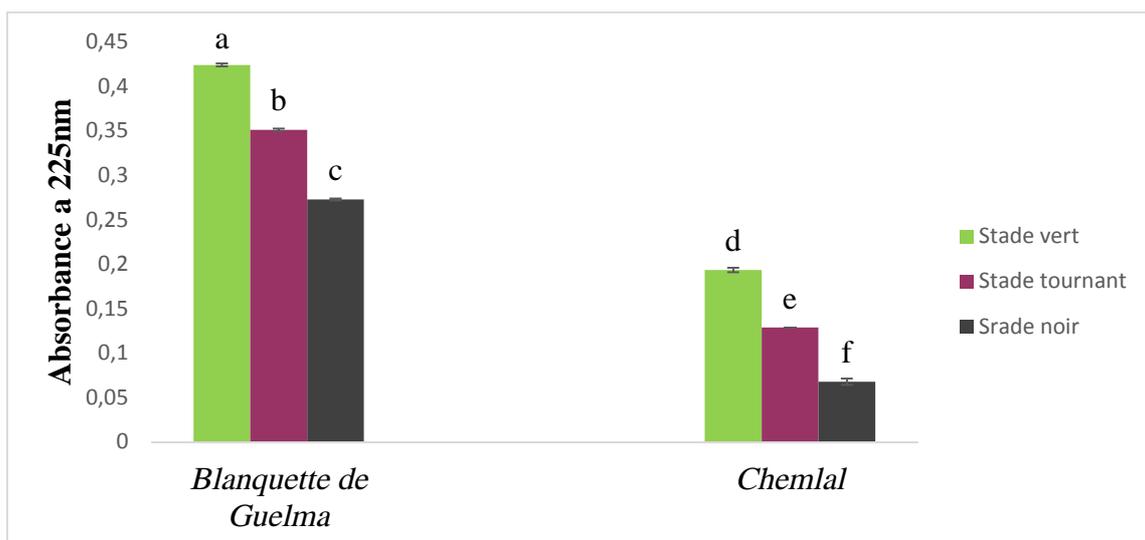
Figure 8 : Teneurs en *Ortho*-diphénols des huiles issues des olives à différents stades de maturité.

Des corrélations significatives positives sont établies entre les composés phénoliques et les *Ortho*-phénols : 0,99 (*Blanquette de Gualma*) et 0,97 (*Chemlal*). (Tableau III et IV, Annexe IV)

II.2.3 Indice d'amertume

L'amertume est considérée comme un attribut positif à des intensités tolérables dans l'huile d'olive vierge (Tanouti *et al.*, 2011).

Les indices d'amertume (figure9) présentent une évolution similaire aux composés phénoliques totaux en fonction des deux facteurs étudiés, la variété et le stade de maturité des olives. Des différences significatives ($p < 0,05$) sont enregistrées entre les échantillons des deux variétés d'huiles.



*les barres verticales représentent les écarts-types.

*les valeurs portant les différentes lettres présentent des différences significatives ($p < 0.05$). $a > b > c > d > e > f$

Figure 9 : Indices d'amertume des huiles issues des olives à différents stades de maturité.

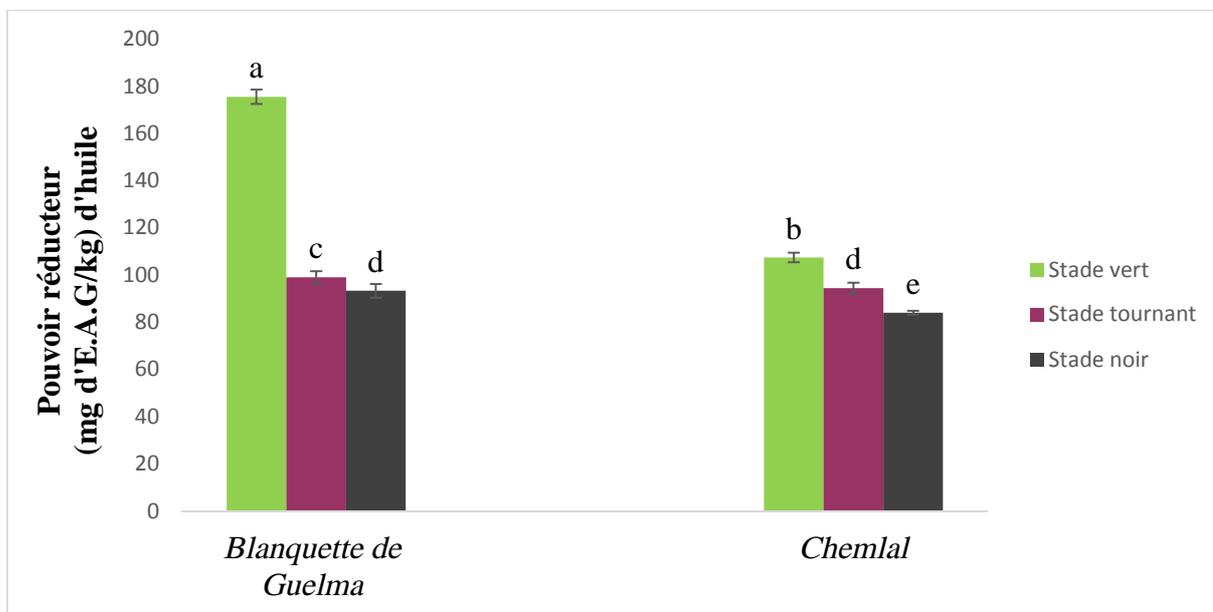
Les résultats obtenus montrent une diminution de l'indice d'amertume pour les deux variétés étudiées au cours de la de maturité. La variété *Blanquette de Guelma* montre une intensité d'amertume plus forte, sa varie de 0,424 au stade vert à 0,273 au stade noir, par rapport à la variété *Chemlal* qui est de 0.194 à 0,068 allant du premier au dernier stade.

Les résultats obtenus dans la présente étude sont inférieurs aux résultats trouvés par **Mena et al. (2018)**, pour des huiles espagnoles de la variété *Castellana* (4,12 à 2,62) en allant du stade vert au stade noir.

Des coefficients de corrélations significatifs positifs existent entre l'indice d'amertume et les teneurs en composés phénoliques totaux (0,99 pour *Blanquette de Gualma* et 0,99 pour *Chemlal*), notamment en *Ortho*-diphénols (0,99 pour *Blanquette de Gualma* et 0,98 pour *Chemlal*). Ces composés contribuent énormément à l'amertume de l'huile d'olive **Alowaiech et al., 2018**). Plus précisément, le gout amer de l'huile d'olive est attribué à l'oleuropeine glucoside et ces aglycones et aussi aux acides phénolique (**Timidou, 1998 ; Pedan et al., 2019**). **Beltran et al. (2005)** ont obtenu un facteur de corrélation de 0,89 pour la variété *Hojiblanca*. (**Tableau III et IV, Annexe IV**)

II.2.4 Pouvoir réducteur

Les résultats du pouvoir réducteur exprimés en milligramme équivalent acide gallique par kilogramme d'huile sont illustrés dans la figure 10 ci-dessous :



*les barres verticales représentent les écarts-types.

*les valeurs portant les différentes lettres présentent des différences significatives ($p < 0.05$). a>b>c>d>e

Figure 10 : Pouvoir réducteur des extraits méthanoliques des huiles issues des olives à différents stades de maturité.

L'étude statistique révèle que la variété et le degré de maturité ont un effet significatif ($p < 0,05$) sur le pouvoir réducteur excepté pour les échantillons d'huile B3 et C2. L'analyse du pouvoir réducteur des échantillons d'huile d'olive, montre que les huiles de la variété *Blanquette de Guelma* exercent une activité réductrice supérieure à celle de *Chemlal*.

Le pouvoir réducteur diminue au cours de la maturation des olives pour les deux variétés étudiées. Les meilleures activités réductrices sont enregistrées par les olives vertes (175,53 et 107,45 mg E. A. G/kg) pour les variétés *Blanquette de Guelma* et *Chemlal*, respectivement. Ceci est peut-être lié aux teneurs en composés phénoliques de ce stade, tel que rapporté par (**Rubio-Senent, 2013**), qui a montré que les échantillons qui donnent un pouvoir réducteur élevé, sont ceux qui sont riches en polyphénols. Suivi par les olives tournantes qui présentent un pouvoir réducteur moyen par rapport au stade précédent : 94,5 mg E. A.G/kg (*Chemlal*) et 99,05mg E. A. G/kg (*Blanquette de Guelma*). Par contre, les

huiles issues des olives noires enregistrent une activité légèrement inférieure au stade tournant pour *Blanquette de Guelma* (93,4 mg E. A. G/kg) ainsi que pour la variété *Chemlal* (84,1 mg E. A. G/kg).

Les résultats obtenus par **Nadour *et al.* (2012)**, confirment nos résultats en montrant que le pouvoir réducteur des huiles de la variété *Chemlal* (Tizi-ouzou) diminue avec la diminution des concentrations des composés phénoliques, d'après cette auteur l'activité antioxydante diffère d'une variété à une autre.

Plusieurs auteurs (**Gulçin *et al.*, 2004 ; Benkeblia, 2005 ; Sousa *et al.*, 2006**) ont montré que le pouvoir réducteur d'un extrait est essentiellement due aux composés phénoliques. Ceci est confirmé dans la présente étude, par l'existence de corrélations significative entre le potentiel réducteur des extraits d'huile d'olive et les teneurs en polyphénols et *Ortho*-diphénols. Les coefficients de corrélation sont de 0,87 et 0,89 pour la variété *Blanquette de Guelma* ainsi que 0,98 et 0,97 pour la variété *Chemlal*, respectivement. (**Tableau III et IV, Annexe IV**)

II.2.5 Pouvoir antiradicalaire

Le pouvoir antiradicalaire des extraits d'huile d'olives montre des différences significatives ($p < 0,05$) pour la majorité des échantillons selon le stade de maturité et la variété considérée, mais aucune différence significative ($p < 0,05$) n'est observée entre le stade vert et tournant de la variété *Blanquette de Guelma* et aussi entre le stade vert et noir des variétés *Chemlal* et *Blanquette de Guelma*, respectivement.

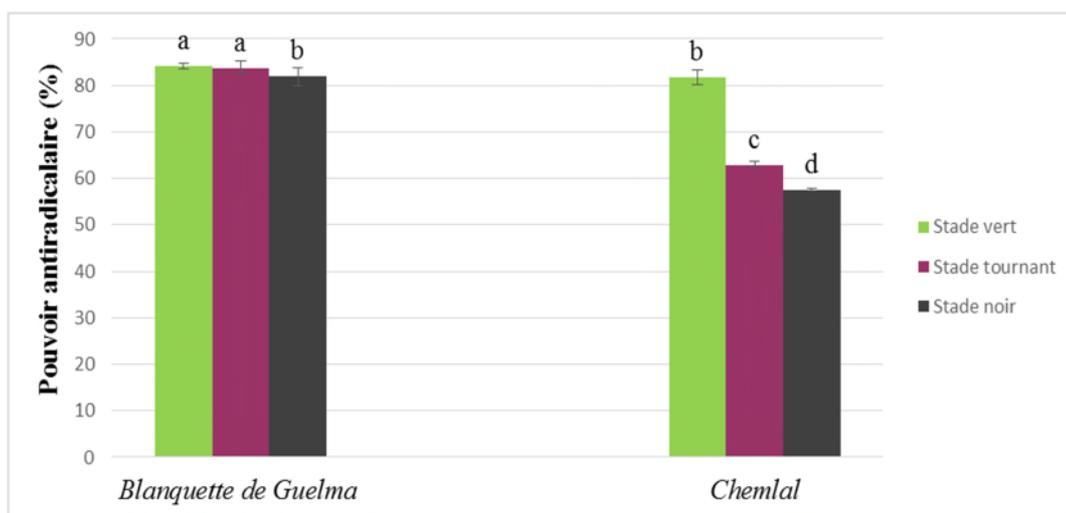
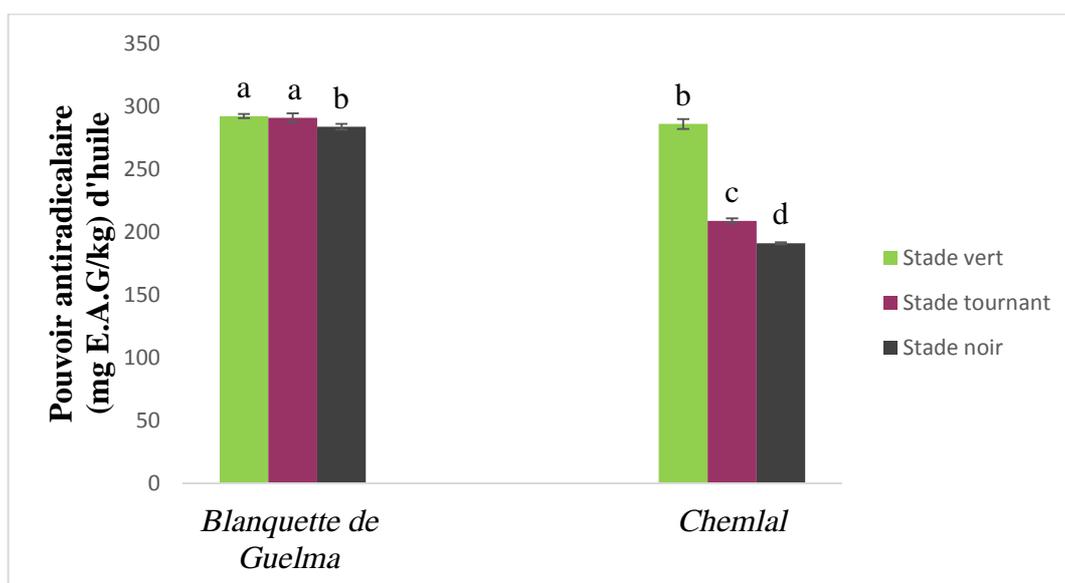


Figure 11 : Pouvoir antiradicalaire des extraits méthanoliques des huiles issues des olives à différents stades de maturité (en % d'inhibition).



*les barres verticales représentent les écarts-types.

*les valeurs portant les différentes lettres présentent des différences significatives ($p < 0.05$). $a > b > c > d$

Figure 12 : Activité antiradicalaire des extraits méthanoliques des huiles issues des olives à différents stades de maturité.

Les figures 11 et 12 montrent que les extraits des huiles issues de la variété *Blanquette de Guelma* présentent des activités anti radicalaires plus élevées que la variété *Chemlal*.

Les résultats obtenus révèlent qu'au cours de la maturation des olives, l'activité antiradicalaire diminue. Les activités maximales sont enregistrées par les extraits d'huile issue des olives vertes : 292,13 mg E.A.G / kg d'huile, soit un pourcentage d'inhibition de

84,22 % pour *Blanquette de Guelma* et 285,97 mg E.A.G / kg d'huile correspondant à un pourcentage d'inhibition de 81,78 % pour *Chemlal*. Les activités minimales sont enregistrées par les extraits d'huile issue des olives noires. 81,89 % correspondant à 283,65 mg E.A.G / kg d'huile pour *Blanquette de Guelma* et 57,56 % correspondant à 121,17 mg E.A.G / kg d'huile pour *Chemlal*, Ceci peut être liée aux faibles teneurs en composés phénoliques et *ortho*-diphénols au niveau de ce stade.

Les capacités anti radicalaires des deux variétés étudiées suivent la même évolution que les polyphénols et les *ortho*-diphénols. Des corrélations significatives positives ont été obtenues entre le pouvoir antiradicalaire et les teneurs en composés phénoliques et en *ortho*-diphénols. Les coefficients de corrélation sont de 0,79 et 0,82 pour (*Blanquette de Guelma*), 0,94 et 0,97 pour (*Chemlal*).

D'après **Lee et al. (2008)** ; **Nakbi et al. (2010)**, les effets antioxydants et anti radicalaires puissants de l'huile d'olive peuvent être attribués à des taux élevés en composés phénoliques présents dans les extraits, mais aussi à la nature et à la structure des polyphénols qui conditionnent cette activité (**Morello et al., 2005**). En particulier, la présence des structures *o*-dihydroxy (catéchol) ainsi que la présence de composés à groupement 5-hydroxyle, comme dans la rutine et la lutéoline, maximisent la capacité de réduction des radicaux libres (**Benavente et al., 2000**).

Monti et al. (2001) ; **Nissiotis et Tasioula-Margari. (2002)** ; **Huang et Sumpio. (2008)**, ont rapportés que les composés *ortho*-diphénoliques, tels que l'hydroxytyrosol, l'oleuropéine aglycone et l'acide caféique, sont les plus impliqués dans l'activité antioxydante. En effet au début de maturité (stade vert), le composé majeur est l'oleuropéine par contre aux stades plus avancés (tournant et noir) se sont plutôt l'hydroxytyrosol et l'acide caféique qui sont majoritaires (**Brenes et al., 1999**).

Nos résultats dans cette étude sont en parfait accord avec l'activité antioxydante observée lors de la maturation de plusieurs autres cultivars d'olive. **Damak et al. (2008)** ; **Jemai et al. (2009)** ; **soussa et al. (2014)**, ont montré également que les olives vertes possèdent un potentiel antioxydant plus élevé que les olives noires.

Les IC₅₀ des extraits d'huiles analysés (tableau V) montrent des différences significatives ($p < 0,05$) selon le stade de maturité et la variété considérée.

Tableau V : Valeurs moyennes des IC₅₀ des extraits d'huile d'olive des deux variétés *Blanquette de Guelma* et *Chemlal* à trois stades de maturité.

Variétés	Stades	IC ₅₀ (mg/ml)
<i>Blanquette de Guelma</i>	B1 (Vert)	36,28± 0,56 (f)
	B2 (Tournant)	49,49± 1,10 (e)
	B3 (Noir)	68,02± 0,23 (d)
<i>Chemlal</i>	C1 (Vert)	88,83± 0,31 (c)
	C2 (Tournant)	100,13 ± 0,21 (b)
	C3 (Noir)	130,89± 0,25 (a)

Les résultats obtenus indiquent que la variété *Blanquette de Guelma* exerce une activité antiradicalaire maximale comparée à la variété *Chemlal*. La variété *Blanquette* enregistre les plus faibles teneurs pour piéger 50% du radical DPPH, correspondant ainsi à une meilleure efficacité de cette variété dans la neutralisation de ce dernier.

Au cours de la maturation, une augmentation des IC₅₀ est marquée. Les extraits d'huiles issues des olives vertes des deux variétés présentent les valeurs IC₅₀ les plus faibles où une quantité de 36,28 mg/ml d'huile (*Blanquette de Guelma*) et 88,83 mg/ml d'huile (*Chemlal*) sont nécessaires pour inhiber la moitié du radical DPPH. Cependant, les extraits d'huile issue des olives noires (faible activité antiradicalaire) enregistrent les valeurs IC₅₀ les plus élevées soit 68,02 et 130,89 mg/ml pour *Blanquette de Guelma* et *Chemlal*, respectivement.

Les résultats obtenus pour la variété *Chemlal* sont largement supérieurs de ceux de **Merouane et al. (2014)** qui ont trouvés une valeur IC₅₀ de 25,38 mg/ml au stade vert pour la même variété étudiée cultivée à Chlef.

Visioli et al. (1998), ont montrés que l'hydroxytyrosol et l'oléoropéine sont des composés puissants qui réduisent le DPPH avec des IC₅₀ très basse. Par contre **Gordon et al. (2001)**, ont rapporté que l'efficacité d'IC₅₀ dépend de la vitesse de réaction des antioxydants avec les radicaux libres.

Des coefficients de corrélation significatifs négatifs sont obtenus entre les IC₅₀ et les teneurs en *ortho*-diphénols et polyphénols. Ils sont de 0,89 et 0,99 pour *Chemlal* et 0,99 pour (*Blanquette de Guelma*). (**Tableau III et IV, Annexe IV**)

Conclusion

Conclusion

La présente étude a pour objectif de déterminer l'activité antioxydante, la stabilité oxydative ainsi que la composition en acides gras des huiles issues des olives à trois stades de maturités (vert, tournant et noir) de deux variétés algériennes (*Blanquette de Guelma* et *Chemlal*).

Les résultats obtenus des analyses effectuées sur les huiles des deux variétés à différents stades de maturité permettent de conclure que le profil en acide gras et la stabilité des huiles varient considérablement en fonction de la variété ainsi que le degré de maturité.

Les huiles issues des deux variétés présentent une prédominance de l'acide oléique (supérieur à 65 %) suivi par l'acide palmitique et linoléique, les valeurs les plus élevées sont enregistrées chez la variété *Blanquette de Guelma*. Les teneurs en cet acide gras diminuent considérablement au cours de la maturation des olives pour les deux variétés à l'opposé de l'acide linoléique, qui tend à augmenter. Le rapport acide oléique / acide linoléique diminue au cours de la maturation pour les deux variétés étudiées.

La stabilité oxydative des échantillons d'huile diminue au cours de la maturation des olives. Les huiles issues des olives vertes présentent les meilleures résistances à l'oxydation par rapport aux huiles d'autres stades. La variété *Chemlal* se montre plus performante que *Blanquette de Guelma* avec des temps d'induction de 22,94 et 20,65 h, respectivement (au niveau du stade vert).

Les résultats des analyses effectuées sur les extraits méthanoliques montrent que les teneurs en polyphénols totaux et *ortho*-diphénols ainsi que les activités antioxydantes (anti radicalaire et réductrice) sont en fonction de la variété considérée et diminuent au cours de la maturité des olives.

L'évaluation de l'activité antioxydante montre que les composés phénoliques présents dans nos extraits d'huile sont dotés de propriétés réductrices ainsi qu'une capacité à piéger le radical DPPH. La variété *Blanquette* présente les teneurs en ces composés et les activités les plus élevées. Le stade vert se montre également le plus performant avec les plus faibles concentrations en extraits phénoliques pour neutraliser 50% du radical DPPH.

Au terme de cette étude, nous constatons que les huiles issues des olives vertes présentent des teneurs importantes en acides oléiques et en composés phénoliques et par conséquent elles montrent les meilleures stabilités oxydatives ainsi que les activités antioxydantes. Mais, pour des raisons organoleptiques (huiles amères de couleur verte moins appréciées par le consommateur), le stade de récolte précoce tournant permettrait d'obtenir des huiles de qualité et qui présentent des teneurs appréciables en acide oléique et en composés phénoliques.

Dans le but de compléter ce travail, il serait intéressant :

- ❖ D'identifier et de quantifier les composés phénoliques, les stérols, composés aromatiques, les triglycérides...etc ;
- ❖ De réaliser des études sur d'autres variétés et à d'autres stades de maturité (vert jaunâtre, jaune verdâtre...);
- ❖ De procéder à l'analyse sensorielle pour l'évaluation de la qualité de l'huile d'olive ;
- ❖ De réaliser des tests *in vivo* qui permettraient une meilleure évaluation de l'activité biologiques de l'huile d'olive.

*Références
bibliographiques*

A

- **Abdallah, M., Vergara-Barberán, M., Lerma-García, M. J., Herrero-Martínez, J. M., Zarrouk, M., Guerfel, M., & Simó-Alfonso, E. F. (2016).** Use of triacylglycerol profiles established by HPLC–UV and ELSD to predict cultivar and maturity of Tunisian olive oils. *European Food Research and Technology*, 242(10), 1607-1619.
- **Aguilera M.P., Beltran G., Ortega D., Fernandez A., Jimenez A. et Uceda M. (2005).** Caractérisation of virgin olive oil of Italian olive cultivars :Frantoio and Leccino, grown in Andalousia. *Food Chemistry*, 89: 387-391.
- **Alowaiesh, B., Singh, Z., Fang, Z., & Kailis, S. G. (2018).** Harvest time impacts the fatty acid compositions, phenolic compounds and sensory attributes of Frantoio and Manzanilla olive oil. *Scientia Horticulturae*, 234, 74-80.
- **Amanpour, A., Kelebek, H., & Selli, S. (2019).** LC-DAD-ESI-MS/MS–based phenolic profiling and antioxidant activity in Turkish cv. Nizip Yaglik olive oils from different maturity olives. *Journal of Mass Spectrometry*, 54(3), 227-238.
- **Amro B., Aburjai T. et Al-khalil S. 2002.** Antioxidative and radical scavenging of olive cake extract. *Fitoterapia*, 73: 456-461.
- **Aparicio, R., & Harwood, J. (2013).** *Handbook of olive oil* (pp. 163-395). New York, NY, USA:: Springer.
- **Aprile, A., Negro, C., Sabella, E., Luvisi, A., Nicolì, F., Nutricati, E., ... & De Bellis, L. (2019).** Antioxidant Activity and Anthocyanin Contents in Olives (cv Cellina di Nardò) during Ripening and after Fermentation. *Antioxidants*, 8(5), 138.

B

- **Baccouri, B., Temime, S. B., Campeol, E., Cioni, P. L., Daoud, D., & Zarrouk, M. (2007).** Application of solid-phase microextraction to the analysis of volatile compounds in virgin olive oils from five new cultivars. *Food chemistry*, 102(3), 850-856.
- **Baccouri, O., Guerfel, M., Baccouri, B., Cerretani, L., Bendini, A., Lercker, G., ... & Miled, D. D. B. (2008).** Chemical composition and oxidative stability of Tunisian monovarietal virgin olive oils with regard to fruit ripening. *Food chemistry*, 109(4), 743-754.
- **Bajoub, A., Medina-Rodríguez, S., Gómez-Romero, M., Bagur-González, M. G., Fernández-Gutiérrez, A., & Carrasco-Pancorbo, A. (2017).** Assessing the varietal origin of extra-virgin olive oil using liquid chromatography fingerprints of phenolic compound, data fusion and chemometrics. *Food Chem*, 215, 245-255.

- **Bakshi, M., Guleria, S., Jamwal, S., & Gupta, M. (2018).** Effect of harvesting time on yield, quality and fatty acid profile of olive oil produced in foothills of Himalayas. *Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry*, 7(3), 3464-3469.
- **Bellincontro, A., Taticchi, A., Servili, M., Esposito, S., Farinelli, D., & Mencarelli, F. (2012).** Feasible application of a portable NIR-AOTF tool for on-field prediction of phenolic compounds during the ripening of olives for oil production. *Journal of agricultural and food chemistry*, 60(10), 2665-2673.
- **Beltran G., Paz Aguilera M., Del Rio C., Sanchez S. and Martinez L. (2005).** Influence of fruit ripening process on the natural antioxidant content of *Hojiblanca* virgin olive oils. *Food Chemistry*, 89: 207–215.
- **Benavente-Garcia, O., Castillo, J., Lorente, J., Ortuno, A., & Del Rio, J. A. (2000).** Antioxidant activity of phenolics extracted from *Olea europaea* L. leaves. *Food chemistry*, 68(4), 457-462.
- **Bendini A., Bonoli M., Cerroni L., Bigguzi B., Lercker G. et Toschi T.G. 2003.** Liquid-liquid and solid-phase extractions of phenols from virgin olive oil and their separation by chromatographic and electrophoretic methods. *Journal of Chromatography A*, 985:425-433.
- **Bengana, M., Bakhouch, A., Lozano-Sánchez, J., Amir, Y., Youyou, A., Segura-Carretero, A., & Fernández-Gutiérrez, A. (2013).** Influence of olive ripeness on chemical properties and phenolic composition of Chemlal extra-virgin olive oil. *Food research international*, 54(2), 1868-1875.
- **Benkeblia N. (2005).** Free-Radical scavenging capacity and antioxidant properties of some selected onions (*Allium cepa* L.) and garlic (*Allium sativum* L.) extracts. *Brazilian Archives of Biology and Technology*, 48 (5) : 753-759.
- **Benlemlih, M., & Ghanem, J. (2012).** Polyphénol d'huile d'olive trésor santé. *Macropietteur éd., Embourg (Belgique)*.
- **Benloch-González, M., Sánchez-Lucas, R., Bejaoui, M. A., Benloch, M., & Fernández-Escobar, R. (2019).** Global warming effects on yield and fruit maturation of olive trees growing under field conditions. *Scientia Horticulturae*, 249, 162-167.
- **Bilušić, T., Žanetić, M., Ljubenković, I., Mekinić, I. G., Štambuk, S., Bojović, V., & Magiatis, P. (2018).** Molecular characterization of Dalmatian cultivars and the influence of the olive fruit harvest period on chemical profile, sensory characteristics and oil oxidative stability. *European Food Research and Technology*, 244(2), 281-289.

- **Blázovics, A. (2003).** Reducing power of the natural polyphenols of *Sempervivumtectorum* in vitro and in vivo. *Acta BiologicaSzegediensis*, 47(1-4), 99-102.
- **Boskou D. 2006.** Olive Oil Chemistry and Technology. II. American Oil Chemists' Society.
- **Brahim, S. B., &Bouaziz, M. (2019).** Characterization of rare virgin olive oils cultivated in southern Tunisia during fruits development process: major compounds and oxidative state in tandem with chemometrics. *European Food Research and Technology*, 1-11.
- **Brenes, M., García, A., García, P., Rios, J. J., &Garrido, A. (1999).** Phenolic compounds in Spanish olive oils. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47(9),

C

- **C.O.I. (2003).** Classification des huilesd'olive. Normesinternationalesapplicables à l'huile d'olive et à l'huile de grignond'olive. Conseil Oléicole International.
- **C.O.I. (2011).** NormeCommerciale Applicable aux huilesd'olive et aux huiles de grignons d'olive. Conseil Oléique International.
- **Chartzoulakis, K. S. (2005).** Salinity and olive: growth, salt tolerance, photosynthesis and yield. *Agricultural Water Management*, 78(1-2), 108-121.
- **Chimi H. (2006).** Transfert de technologie en agriculture : Technologie d'extraction de l'huile d'olive et gestion de sa qualité. 141 : 2-4.
- **Cichelli A. etpertesana G.P. (2004).** High-performance liquid chromatographic analust of chlorophylls, pheophytins and carotenoids in virgin olive oil: chemometric approach to variety classification. *Journal of chromatography A*, 1046:141-146
- **COI. 2015.** L'huile d'olive, consommation importations et exportations.
- **COI/T.20/Doc. N° 24. 2001** Préparation des esters méthyliques d'acides gras de l'huile d'olive et de l'huile de grignons d'olive.
- **Conde, C., Delrot, S., &Gerós, H. (2008).** Physiological, biochemical and molecular changes occurring during olive development and ripening. *Journal of plant physiology*, 165(15), 1545-1562.
- **Conte, P. (2019).** Change in quality during ripening of olive fruits and related oils extracted from three minor autochthonous Sardinian cultivars. *Emirates Journal of Food and Agriculture*.

- **Criado, M. N., Motilva, M. J., Goñi, M., & Romero, M. P. (2007).** Comparative study of the effect of the maturation process of the olive fruit on the chlorophyll and carotenoid fractions of drupes and virgin oils from Arbequina and Farga cultivars. *Food chemistry*, 100(2), 748-755.

D

- **Dabbou, S., Brahmi, F., Taamali, A., Issaoui, M., Ouni, Y., Braham, M., & Hammami, M. (2010).** Extra virgin olive oil components and oxidative stability from olives grown in Tunisia. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 87(10), 1199-1209.
- **Dag, A., Kerem, Z., Yogev, N., Zipori, I., Lavee, S., & Ben-David, E. (2011).** Influence of time of harvest and maturity index on olive oil yield and quality. *Scientia Horticulturae*, 127(3), 358-366.
- **Damak, N., Bouaziz, M., Ayadi, M., Sayadi, S., & Damak, M. (2008).** Effect of the maturation process on the phenolic fractions, fatty acids, and antioxidant activity of the Chétoui olive fruit cultivar. *Journal of agricultural and food chemistry*, 56(5), 1560-1566.
- **Demanati D. (2008).** Facteurs affectant la qualité d'une huile d'olive vierge
- **Djebali, H., Oueslati, I., Martínez-Cañas, M. A., Zarrouk, M., & Sánchez-Casas, J. (2018).** Improvement of the Sterol and Triacylglycerol Compositions of Chemlali Virgin Olive Oils through Controlled Crossing with Mediterranean Cultivars. *Journal of oleo science*, 67(4), 379-388.
- **Douzane M et al., (2010)** .Influence de la variété, de la campagne oléicole et de la région sur la Composition en Acide Gras de Quelques Huiles D'olives Vierges Algérienne. *European Journal of Scientific Research* ISSN 1450-216X Vol.46 No.3 (2010), pp.339-351.

E

- **El Antari A., Hilal A., Boulouha., El Moudni A. (2000).** Etude de l'influence de la variété, de l'environnement et des techniques culturales sur les caractéristiques des fruits et la composition chimique de l'huile d'olive vierge extra au Maroc. *Olivae*, 80 :29-36.
- **El Riachy, M., Priego-Capote, F., Rallo, L., Luque-de Castro, M. D., & León, L. (2012).** Phenolic profile of virgin olive oil from advanced breeding selections. *Spanish Journal of Agricultural Research*, 10(2), 443-453.

- **ES-Safi N., Kollmann A., Khlifi S. et Ducrot P.H. 2007.** Antioxydative effect of compounds isolated from *Globularia alypum* L. Structure activity relationship. *Food Science and Technology*, 7(40): 1246-1252.
- **Essiari, M., Bachir, S., Zouhair, R., Chimi, H., Misbahi, H., & Boudkhili, M. (2014).** Influence de la variété et du milieu de culture sur la composition en acides gras, en stérols et en polyphénols totaux pour les huiles vierges de quatre variétés d'olive de la région de Saïs (Maroc). *Eur. J. Sci. Res*, 125, 95-114.
- **Evrard, J., Pagès-Xatart-Pares, X., Argenson, C., & Morin, O. (2007).** Procédés d'obtention et compositions nutritionnelles des huiles de tournesol, olive et colza. *Cahiers de Nutrition et de diététique*, 42, 13-23.

F

- **Favati F., Caporale G. et Bertuccioli M. 1994.** Rapid determination of phenol content in extra virgin olive oil. *Grasas Y Aceites*, 45:68-70.
- **Figueiredo-González, M., Reboredo-Rodríguez, P., González-Barreiro, C., Carrasco-Pancorbo, A., Cancho-Grande, B., & Simal-Gándara, J. (2019).** The involvement of phenolic-rich extracts from Galician autochthonous extra-virgin olive oils against the α -glucosidase and α -amylase inhibition. *Food Research International*, 116, 447-454.
- **Fouin, J., Sarfati, C., & Guillard, J. (2002).** *Le guide des huiles d'olive*. Ed. du Rouergue.
- **Franco, M. N., Galeano-Díaz, T., López, Ó., Fernández-Bolaños, J. G., Sánchez, J., De Miguel, C., ... & Martín-Vertedor, D. (2014).** Phenolic compounds and antioxidant capacity of virgin olive oil. *Food Chemistry*, 163, 289-298.

G

- **Gallardo-Guerrero, L., Roca, M., & Isabel Mínguez-Mosquera, M. (2002).** Distribution of chlorophylls and carotenoids in ripening olives and between oil and alperujo when processed using a two-phase extraction system. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 79(1), 105-109.
- **García-Inza, G. P., Castro, D. N., Hall, A. J., & Rousseaux, M. C. (2014).** Responses to temperature of fruit dry weight, oil concentration, and oil fatty acid composition in olive (*Olea europaea* L. var. 'Arauco'). *European Journal of Agronomy*, 54, 107-115.

- **Ghedira, K. (2008).** L'olivier. *Phytothérapie*, 6(2), 83-89.
- **Gigon, F., & Le Jeune, R. (2010).** Huile d'olive, *Olea europaea L. Phytothérapie*, 8(2), 129-135.
- **Giovanna V., Carlo S., Simone N. (1999).** Triacylglycerols of the olive fruit (*OleaEuropeae*): Characterization of mesocarp and seed triacylglycerol in different cultivars by liquid chromatography and $c^{13}NMR$ spectroscopy. *Fett/Liquid*101. 5(4): 146-150.
- **Giuffrè, A. M., Louadj, L., Poiana, M., &Macario, A. (2012).** Composition en sterols des huiles extraites d'olives de cultivars de la province de ReggioCalabria (Sud d'Italie). *Riv. Ital. Sostanze Grasse*, 89, 177-183.
- **Gordon, M. H., Paiva-Martins, F., & Almeida, M. (2001).** Antioxidant activity of hydroxytyrosol acetate compared with that of other olive oil polyphenols. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 49(5), 2480-2485
- **Gülçin, I., Küfrevioğlu, Ö. İ., Oktay, M., &Büyükokuroğlu, M. E. (2004).** Antioxidant, antimicrobial, antiulcer and analgesic activities of nettle (*Urticadioica L.*).

H

- **Haddam, M., Chimi, H., & Amine, A. (2014).** Formulation d'une huile d'olive de bonne qualité. *OCL*, 21(5), D507.
- **Huang, C. L., &Sumpio, B. E. (2008).** Olive oil, the mediterranean diet, and cardiovascular health. *Journal of the American College of Surgeons*, 207(3), 407-416.

I

- **Inarejos-Garcia, A. M., Androulaki, A., Salvador, M. D., Fregapane, G., &Tsimidou, M. Z. (2009).** Discussion on the objective evaluation of virgin olive oil bitterness. *Food Research International*, 42(2), 279-284.

J

- **Jaen. (2005).** International conference on the healthy effect of virgin olive oil. *European journal of clinical investigation*, 35(7), 421-424.
- **Jemai, H., Bouaziz, M., &Sayadi, S. (2009).** Phenolic composition, sugar contents and antioxidant activity of Tunisian sweet olive cultivar with regard to fruit ripening. *Journal of agricultural and food chemistry*, 57(7), 2961-2968.

- **Jiménez, B., Rivas, A., Lorenzo, M. L., & Sánchez-Ortiz, A. (2017).** Chemosensory characterization of virgin olive oils obtained from organic and conventional practices during fruit ripening. *Flavour and fragrance journal*, 32(4), 294-304.

K

- **Kong, W., Han, R., Liu, N., Bai, W., Ma, J., Bai, X., & Zhang, J. (2019).** Dynamic assessment of the fruit quality of olives cultivated in Longnan (China) during ripening. *Scientia Horticulturae*, 253, 8-16.
- **Köseoğlu, O., Sevim, D., & Kadiroğlu, P. (2016).** Quality characteristics and antioxidant properties of Turkish monovarietal olive oils regarding stages of olive ripening. *Food chemistry*, 212, 628-634.
- **Kroyer G.T. 2003.** Red clover extract as antioxidant active and functional food ingredient innovative. *Food Sciences and Emerging Technologies*, 5:101-105.

L

- **Lee, O. H., Lee, B. Y., Kim, Y. C., Shetty, K., & Kim, Y. C. (2008).** Radical scavenging-linked antioxidant activity of ethanolic extracts of diverse types of extra virgin olive oils. *Journal of food science*, 73(7), C519-C525.
- **Lesage-Meessen L. Navarro D. Maunier S. Sigoillot J.-C. Lorquin J. Delattre M. Simon J.-L. Asther M. et Labat M. 2001.** Simple phenolic content in olive oil residues as a function of extraction systems, *Food Chemistry*, 75 501–507.
- **Lombardo, N., Marone, E., Alessandrino, M., Godino, G., Madeo, A., & Fiorino, P. (2008).** Influence of growing season temperatures in the fatty acids (FAs) of triacylglycerols (TAGs) composition in Italian cultivars of *Olea europaea*. *Advances in Horticultural Science*, 22(1), 49-53

M

- **Mahhou, A., Jermmouni, A., Hadiddou, A., Oukabli, A., & Mamouni, A. (2014).** Période de récolte et caractéristiques de l'huile d'olive de quatre variétés en irrigué dans la région de Meknès au Maroc. *Revue Marocaine des Sciences Agronomiques et Vétérinaires*, 2(2)
- **Manai, H., Mahjoub Haddada, F., Imen, O., Trigui, A., Daoud, D., & Zarrouk, M. (2006).** Variabilité de la composition de l'huile d'olive de quelques hybrides obtenus par croisements dirigés. *Olivae*, 106, 17-23.

- **Mena, C., González, A. Z., Olivero-David, R., & Pérez-Jiménez, M. Á. (2018).** Characterization of ‘Castellana’ virgin olive oils with regard to olive ripening. *HortTechnology*, 28(1), 48-57.
- **Merouane, A., Noui, A., Ali, K. N. B., & Saadi, A. (2014).** Activité antioxydante des composés phénoliques d’huile d’olive extraite par méthode traditionnelle. *International Journal of Biological and Chemical Sciences*, 8(4), 1865-1870.
- **Monti, S. M., Ritieni, A., Sacchi, R., Skog, K., Borgen, E., & Fogliano, V. (2001).** Characterization of phenolic compounds in virgin olive oil and their effect on the formation of carcinogenic/mutagenic heterocyclic amines in a model system. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 49(8), 3969-3975.
- **Morelló, J. R., Motilva, M. J., Tovar, M. J., & Romero, M. P. (2004).** Changes in commercial virgin olive oil (cv Arbequina) during storage, with special emphasis on the phenolic fraction. *Food Chemistry*, 85(3), 357-364.
- **Morelló, J. R., Vuorela, S., Romero, M. P., Motilva, M. J., & Heinonen, M. (2005).** Antioxidant activity of olive pulp and olive oil phenolic compounds of the Arbequina cultivar. *Journal of agricultural and food chemistry*, 53(6), 2002-2008.
- **Motilva, M. J., & Romero, M. P. (2010).** The Effect of the Ripening Process of the Olive Fruit on the Chlorophyll and Carotenoid Fractions of Drupes and Virgin Oils. In *Olives and Olive Oil in Health and Disease Prevention* (pp. 59-68). Academic Press.

N

- **Nadour, M., Michaud, P., & Moulhi-Mati, F. (2012).** Antioxidant activities of polyphenols extracted from olive (*Olea europaea*) of chamlal variety. *Applied Biochemistry and Biotechnology*, 167(6), 1802-1810.
- **Nakbi, A., Issaoui, M., Dabbou, S., Koubaa, N., Echbili, A., Hammami, M., & Attia, N. (2010).** Evaluation of antioxidant activities of phenolic compounds from two extra virgin olive oils. *Journal of Food Composition and Analysis*, 23(7), 711.
- **Nefzaoui, A. (1999).** Olive tree by-products. *International Center for Agricultural Research in the Dry Areas (Rabat)*, 124.
- **Nenadis, N., Mastralexi, A., & Tsimidou, M. Z. (2019).** Physicochemical Characteristics and Antioxidant Potential of the Greek PDO and PGI Virgin Olive Oils (VOOs). *European Journal of Lipid Science and Technology*, 121(3), 1800172

- **Nergiz, C., & Engez, Y. (2000).** Compositional variation of olive fruit during ripening. *Food Chemistry*, 69(1), 55-59.
- **Nieto, L. M., Hodaifa, G., & Lozano Peña, J. L. (2010).** Changes in phenolic compounds and Rancimat stability of olive oils from varieties of olives at different stages of ripeness. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 90(14), 2393-2398.
- **Nissiotis, M., & Tasioula-Margari, M. (2002).** Changes in antioxidant concentration of virgin olive oil during thermal oxidation. *Food chemistry*, 77(3), 371-376.
- **Nsir, H., Taamalli, A., Valli, E., Bendini, A., Gallina Toschi, T., & Zarrouk, M. (2017).** Chemical composition and sensory quality of Tunisian 'Sayali' virgin olive oils as affected by fruit ripening: Toward an appropriate harvesting time. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 94(7), 913-922

O

- **Ollivier, D., Artaud, J., Pinatel, C., Durbec, J. P., & Guère, M. (2003).** Triacylglycerol and fatty acid compositions of French virgin olive oils. Characterization by chemometrics. *Journal of agricultural and food chemistry*, 51(19), 5723-5731.
- **Ollivier, D., Boubault, E., Pinatel, C., Souillol, S., Guère, M., & Artaud, J. (2004).** Analyse de la fraction phénolique des huiles d'olive vierges. In *Annales des falsifications, de l'expertise chimique et toxicologique*, vol. 965 (pp. 169-196).
- **Ouedrhiri, M., BENISMAIL, C., EL MOHTADI, F., & ACHKARI-BEGDOURI, A. (2016).** Evaluation de la qualité de l'huile de pulpe d'olive vierge de la variété Picholine marocaine. *Revue Marocaine des Sciences Agronomiques et Vétérinaires*, 5(2).
- **Oueslati, I., Anniva, C., Daoud, D., Tsimidou, M. Z., & Zarrouk, M. (2009).** Virgin olive oil (VOO) production in Tunisia: the commercial potential of the major olive varieties from the arid Tataouine zone. *Food Chem*, 112(3), 733-741.
- **Owen, R. W., Giacosa, A., Hull, W. E., Haubner, R., Würtele, G., Spiegelhalder, B., & Bartsch, H. (2000).** Olive-oil consumption and health: the possible role of antioxidants. *The lancet oncology*, 1(2), 107-112.

P

- **Perrin, J. L. (1992).** Les composés mineurs et les antioxygénés naturels de l'olive et de son huile. *Revue française des corps gras*, 39(1-2), 25-32.
- **Piscopo, A., Zappia, A., De Bruno, A., & Poiana, M. (2018).** Effect of the harvesting time on the quality of olive oils produced in Calabria. *European journal of lipid science and technology*, 120(7), 1700304.

R

- **Rondanini, D. P., Castro, D. N., Searles, P. S., & Rousseaux, M. C. (2014).** Contrasting patterns of fatty acid composition and oil accumulation during fruit growth in several olive varieties and locations in a non-Mediterranean region. *European journal of agronomy*, 52, 237-246.
- **Rotondi, A., Bendini, A., Cerretani, L., Mari, M., Lercker, G., & Toschi, T. G. (2004).** Effect of olive ripening degree on the oxidative stability and organoleptic properties of cv. Nostrana di Brisighella extra virgin olive oil. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52(11), 3649-3654.
- **Rubio-Senent, F., Rodríguez-Gutiérrez, G., Lama-Muñoz, A., & Fernández-Bolaños, J. (2013).** Phenolic extract obtained from steam-treated olive oil waste: Characterization and antioxidant activity. *LWT-Food Science and Technology*, 54(1), 114-124.

S

- **Salvador, M. D., Aranda, F., & Fregapane, G. (2001).** Influence of fruit ripening on 'Cornicabra' virgin olive oil quality a study of four successive crop seasons. *Food Chemistry*, 73(1), 45-53.
- **Salvador, M., Aranda, F., & Fregapane, G. (1998).** Chemical composition of commercial Cornicabra virgin olive oil from 1995/96 and 1996/97 crops. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 75(10), 1305-1311.
- **Sánchez-Fidalgo, S., Villegas, I., Cárdeno, A., Talero, E., Sanchez-Hidalgo, M., Motilva, V., & de la Lastra, C. A. (2010).** Extra-virgin olive oil-enriched diet modulates DSS colitis-associated colon carcinogenesis in mice. *Clin Nutr*, 29(5), 663-673.

- **Seçmeler, Ö., & Galanakis, C. M. (2019).** Olive Fruit and Olive Oil. In *Innovations in Traditional Foods* (pp. 193-220). Woodhead Publishing.
- **Singleton V.I., Othofer R. et Lamuela-Raventos R.M. 1999.** Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of Folin-Ciocalteu reagent. *Methods in enzymology*, 299:152-178.
- **Sousa A., Ferreira I. C. F. R., Calhella R., Andrade P. B., Valentao P., Seabra R., Estevinho L., Bento A. and Pereira J.A. (2006).** Phenolics and antimicrobial activity of traditional stoned table olives 'alcaparra'. *Bioorganic and Medicinal Chemistry*, 14: 8533–8538.
- **Sousa, A., Malheiro, R., Casal, S., Bento, A., & Pereira, J. A. (2014).** Antioxidant activity and phenolic composition of Cv. Cobrançosa olives affected through the maturation process. *Journal of Functional Foods*, 11, 20-29.

T

- **Talhaoui, N., Gómez-Caravaca, A. M., León, L., De la Rosa, R., Fernández-Gutiérrez, A., & Segura-Carretero, A. (2016).** From olive fruits to olive oil: phenolic compound transfer in six different olive cultivars grown under the same agronomical conditions. *Int J Mol Sci*, 17(3), 337.
- **Tanouti K., Serghini-Caid H., Chaieb E., Benali A., Harkous M. et Elamrani A. (2011).** Amélioration qualitative d'huiles d'olive produites dans le Maroc Oriental. *Les technologies de laboratoire*, 6 (22) : 1-12.
- **Temime, S. B., Wael, T., Bechir, B., Leila, A., Douja, D., & Mokhtar, Z. (2006).** Changes in olive oil quality of Chétoui variety according to origin of plantation. *Journal of Food Lipids*, 13(1), 88-99.
- **Tovar M J., Paz Romero M., Girona J. and Motilva M J. (2002).** L-Phenylalanine ammonia-lyase activity and concentration of phenolics in developing olive (*Olea europaea* Lcv *Arbequina*) fruit grown under different irrigation regimes. *Journal of Science of Food and Agriculture*, 82:892-898.
- **Tsimidou M. (1998).** Polyphenols and quality of virgin olive oil in retrospect. *Journal of Food Science*, 10 (2): 99-112.

V

- **Veillet, S., Tomao, V., &Chemat, F. (2010).** Ultrasound assisted maceration: An original procedure for direct aromatisation of olive oil with basil. *Food Chem*, 123(3), 905-911.
- **Velasco, J., &Dobarganes, C. (2002).** Oxidative stability of virgin olive oil. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 104(9-10), 661-676.
- **Visioli, F., Bellomo, G., &Galli, C. (1998).** Free radical-scavenging properties of olive oil polyphenols. *Biochemical and biophysical research communications*, 247(1), 60-64.

W

- **Wiesman,Z. (2009).** Desert Olive Oil Cultivation: Advanced Bio Technologies, Elsevier Science. P: 1-395.
- www.internationaloliveoil.org. consulté le 28 juin 2019

Y

- **Youssef, N. B., Zarrouk, W., Carrasco-Pancorbo, A., Ouni, Y., Segura-Carretero, A., Fernández-Gutiérrez, A., &Zarrouk, M. (2010).** Effect of olive ripeness on chemical properties and phenolic composition of chétoui virgin olive oil. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 90(2), 199-204

Z

- **Zelege, K., & Ayton, J. (2018).** The effect of harvest time and watering regimes on olive oil extraction and quality. *Australian and New Zealand Olive Grower and Processor*, (107), 38-40.

Annexes

Tableau I : Caractéristiques des deux variétés (*Blanquette de Guelma* et *Chemlal*)

	<i>Blanquette de Guelma</i>	<i>Chemlal</i>
Nom commun Famille Genre Espèce	Olea europaea L. subs. europaea van. europaea Oleaceae Olea Olea europaea	
Synonyme	Pas de synonyme	<i>Achemlal</i> <i>Achemli</i> <i>Achemal</i>
Origine	Guelma	Kabylie
Poids	Moyen	Faible
Forme	Ovoïde	Allongé
Rapport pulpe/noyau moyen	05,58	Faible
Productivité	Moyenne et alternante	Elevé et peu alternante
Variété	Tardive	Rustique et tardive
Utilisation	Huile	Huile
Diffusion	Assez répandue dans le Nord –Est Constantinois	Occupe 40% du verger oléicole algérien
Rendement en huile	18 à 22%	18 à 22%

Tableau II : la composition en triglycérides de l'huile d'olive des trois variétés étudiées par **Giovanna et al. (1999)**

Triglycérides	<i>Cipressino</i>	<i>Grossa di Cassano</i>	<i>Gentile di Chieti</i>
LLL	0,1	0,3	0,5
OLL	1,1	1,1	4,8
PLL	1,4	2,1	1,8
OLO	11,2	12,7	15,1
POL	3,9	4,5	9,9
OOO	54,4	49,9	33,5
OOP	18,9	20,9	24,9
PPO	1,8	2,4	4,4
PPP	0,8	0,5	0,4
SOO	4,9	4,4	3,1
PSO	0,6	0,7	0,9
SSO	0,6	0,4	0,3

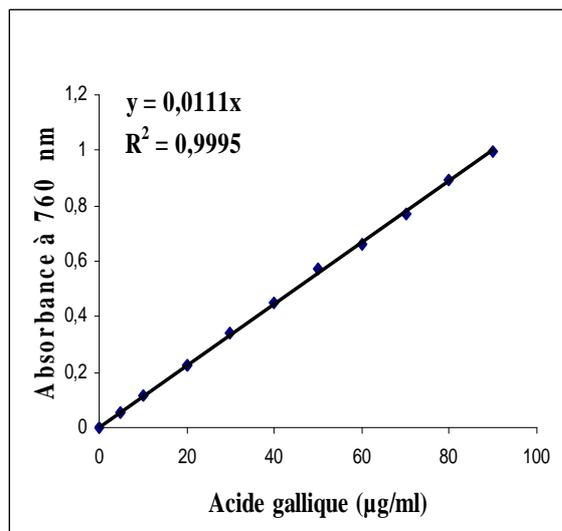


Figure 1: Courbe d'étalonnage pour le dosage des composés phénoliques.

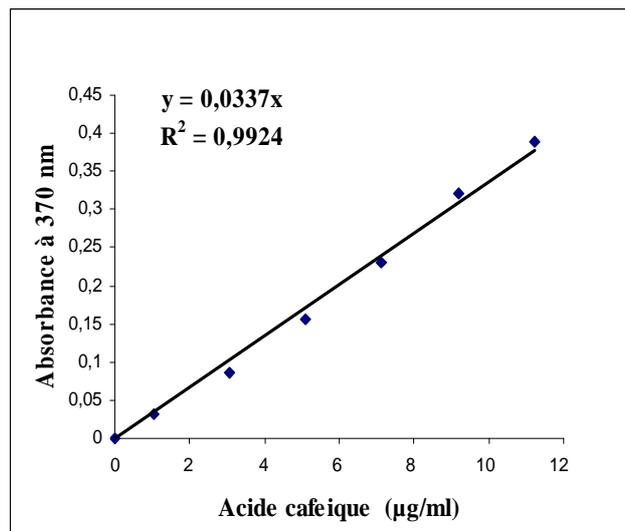


Figure 2 : Courbe d'étalonnage pour le dosage des *ortho*-diphénols

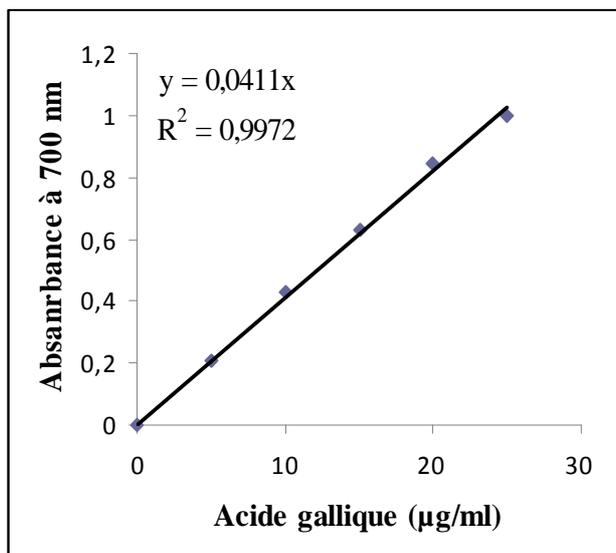


Figure 3 : Courbe d'équivalences pour le pouvoir réducteur.

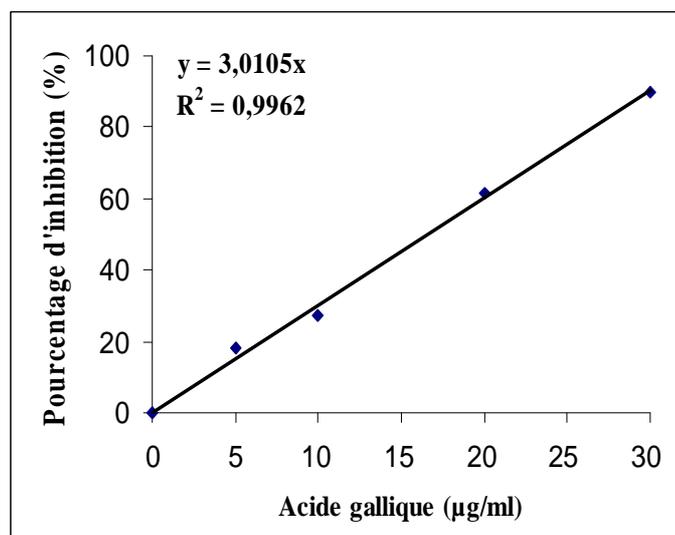
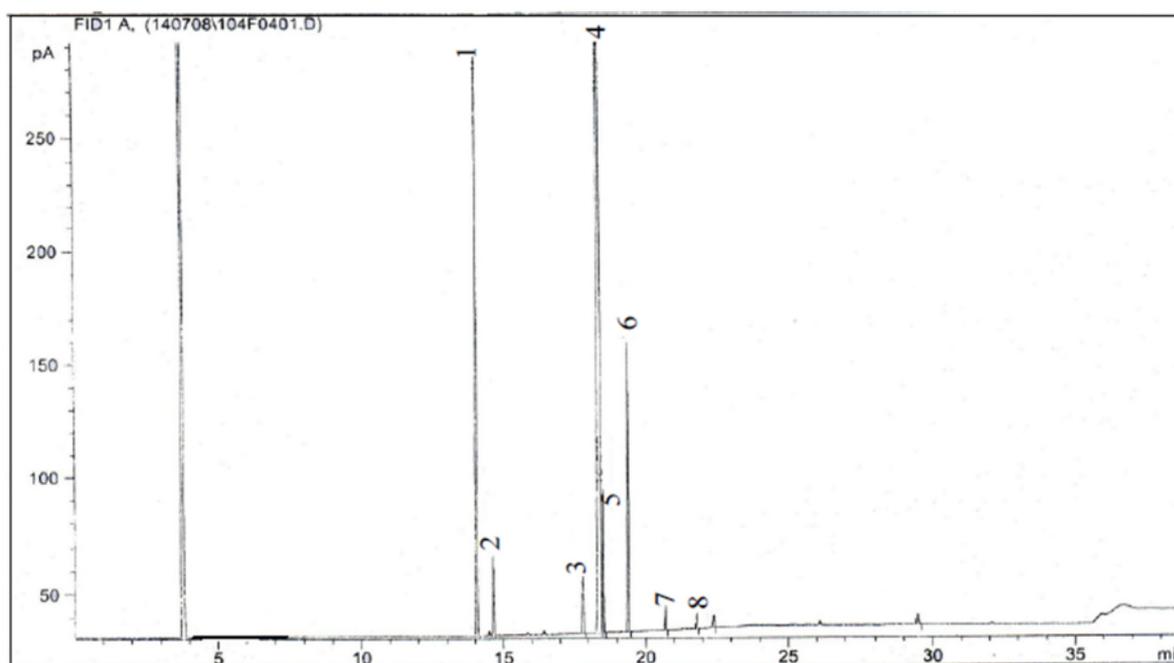


Figure 4 : Courbe d'équivalence pour le pouvoir antiradicalaire des extraits méthanolique



- | | |
|--------------------------|--------------------------|
| 1 : Acide palmitique; | 5 : Acide oleique trans; |
| 2 : Acide palmitoleique; | 6 : Acide linoléique; |
| 3 : Acide stéarique; | 7 : Acide linoléinique; |
| 4 : Acide oléique cis; | 8 : Acide arachidique. |

Figure 5 : Chromatogramme des acides gras d'un échantillon d'huile d'olive.

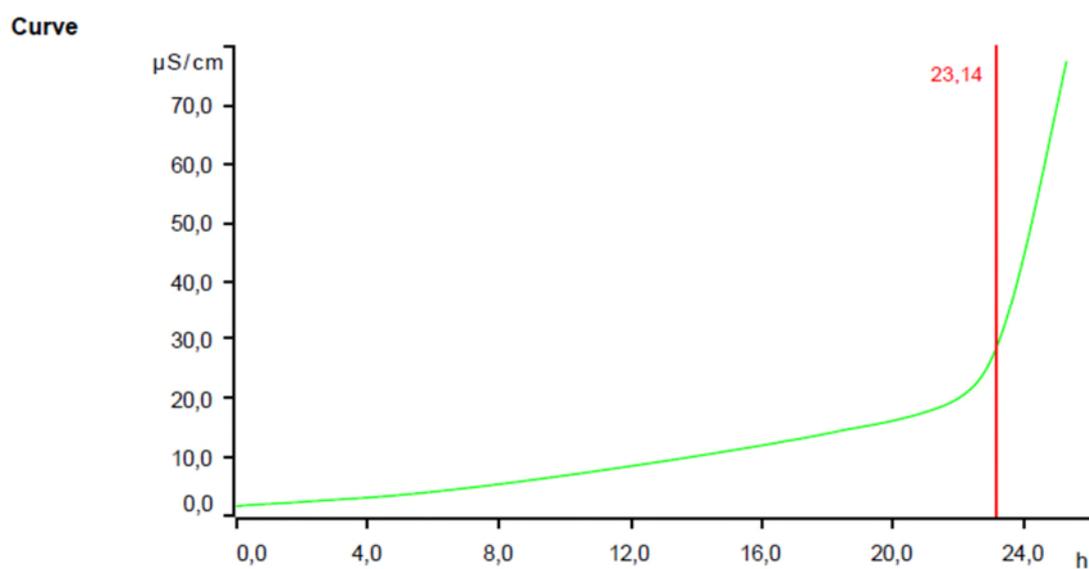


Figure 6 : Graphe Stabilité oxydative de l'huile issue des olives vertes de la variété *Chemlal*

Tableau III : Des coefficients de corrélation de la variété *Blanquette de Gualma*

	Composés phénoliques	Ortho-diphénols	Pouvoir réducteur	Activité antiradicalaire	Indice d'amertume	Rancimat	IC ₅₀
Composés phénoliques	1						
Ortho-diphénols	0,99	1					
Pouvoir réducteur	0,87	0,84	1				
Activité antiradicalaire	0,79	0,82	0,51	1			
Indice d'amertume	0,99	0,99	0,85	0,81	1		
Rancimat	0,98	0,98	0,87	0,77	0,98	1	
IC ₅₀	-0,99	-0,99	-0,80	-0,84	-0,99	-0,98	1

Les valeurs rouges indiquent des corrélations significative (p<0,05)

Tableau IV : Des coefficients de corrélation de la variété *Chemlal*

	Composés phénoliques	Ortho-diphénols	Pouvoir réducteur	Activité antiradicalaire	Indice d'amertume	Rancimat	IC ₅₀
Composés phénoliques	1						
Ortho-diphénols	0,97	1					
Pouvoir réducteur	0,98	0,97	1				
Activité antiradicalaire	0,94	0,97	0,95	1			
Indice d'amertume	0,99	0,98	0,98	0,94	1		
Rancimat	0,97	0,96	0,97	0,95	0,98	1	
IC ₅₀	- 0,96	-0,89	-0,93	-0,81	-0,96	-0,92	1

Les valeurs rouges indiquent des corrélations significative (p<0,05)

Résumé

L'objectif de ce travail est de déterminer l'activité antioxydante, la stabilité oxydative ainsi que la composition en acides gras des huiles d'olives de deux variétés algériennes (*Blanquette de Guelma* et *Chemlal*) issues des olives à trois stades de maturités (vert, tournant et noir). Les résultats des analyses effectués sur l'huile tels que le profil en acides gras montre que la composition est influencée par le cultivar et le stade de maturité. En outre, les deux variétés ont enregistré des taux très élevés en acide oléique dont les pourcentages sont supérieurs à 65% des acides gras totaux. La plupart des acides gras ont tendance à diminuer au cours de la maturation des olives sauf l'acide linoléique qui augmente tout au long de ce processus pour les deux variétés étudiées. La stabilité oxydative des huiles étudiées diminue au cours de la maturation des olives. Les huiles issues des olives vertes présentent les meilleures résistances à l'oxydation dont *Chemlal* se montre plus performante que *Blanquette de Guelma* (22,94 et 20,65 h, respectivement). Les extraits méthanoliques des huiles issues des olives vertes des deux variétés étudiées produisent des huiles ayant les meilleures activités réductrice et antiradicalaire avec des taux les plus élevés en polyphénols et en *Ortho*-diphénols, mais qui diminue progressivement au cours de la maturation des olives. Les valeurs les plus élevées sont enregistrées par la variété *Blanquette de Guelma*.

Mots clés : Huile d'olive, maturation, variétés, acides gras, stabilité oxydative, polyphénols, activité antioxydante.

Abstract

The objective of this study is to determine the antioxidant activity, oxidative stability and fatty acid composition of olive oils of two Algerian varieties (*Blanquette de Guelma* and *Chemlal*) derived from olives at three stages of maturity (green, rotating and black). The results of analyses carried out on the oil such as the fatty acid profile show that the composition is influenced by the cultivar and the stage of maturity. In addition, both varieties have very high levels of oleic acid, with percentages exceeding 65% of total fatty acids. Most fatty acids tend to decrease during the maturation of olives except linoleic acid which increases throughout this process for the two varieties studied. The oxidative stability of the oils studied decreases during the maturation of the olives. Oils from green olives have the best oxidation resistance and *Chemlal* is more efficient than *Blanquette de Guelma* (22.94 and 20.65 h, respectively). methanolic extracts from oils from green olives of the two varieties studied produce oils with the best reducing and anti-free radical activities with the highest levels of polyphenols and *Ortho*-diphenols, but which gradually decrease as the olives mature. The highest values are recorded by the *Blanquette de Guelma* variety.

Keywords: Olive oil, maturation, varieties, fatty acids, oxidative stability, polyphenols, antioxidant activity.