

République Algérienne Démocratique Et Populaire

Ministère De L'enseignement Supérieure Et De La Recherche Scientifique

Université Abderrahmane Mira Bejaia

Faculté des sciences de la nature et de la vie

Département Des Sciences Alimentaires

Mémoire de Fin de Cycle

**En vue de l'Obtention du Diplôme de Master Science des Corps
Gras**

Thème

*Etude de la stabilité oxydative des huiles
d'olive*

Soutenue le : 13/09/2022

Présenté par :

- AZOUT Sabrina
- IKHLEF Nesrine

Membre du jury :

Présidente : Mme MOUHOUBI. Z. (MCA)

Promoteur : TAMENDJARI. A. (Pr)

Examinatrice : Mme LEHOUCHE. R. (MCB)

2021 /2022

Remerciements

Nous tenons tout d'abord à remercier le Dieu le tout puissant, qui nous a donné la force et la patience d'accomplir ce modeste travail.

Nous tenons de remercier notre encadrant le **Pr A.TAMENDJARI** pour avoir accepté de nous diriger patiemment, nous le remercions pour la confiance qu'il nous a accordé. On le remercie pour sa disponibilité, sa patience et sa gentillesse notamment lors de la rédaction du mémoire.

Nos plus vifs remerciements vont aux membres du jury **Mme MOUHOUBI** et **Mme LEHOUCHE** qui ont acceptées de lire et juger notre travail à la lumière de leur compétence notable dans ce domaine.

DEDICACES

Avec l'aide d'ALLAH le tout puissant ; ce travail est achevé ;

Je le dédie :

A mes chers parents qui m'ont toujours encouragé

*A mes frère « **Nafaa** » et « **Housseem** »*

*A ma sœur « **Fairouze** » et son mari « **Kossyla** », je les remercie pour leur aide leurs conseils et encouragements et à ma petite nièce « **Arinas** ».*

*A mes meilleures ami(e) « **Kahina** » et « **Bassam** » qui a partagée avec moi les bons et difficiles moments*

*A toute ma famille et surtout « **Sabrina** » et « **Yakout** » et mes amis(es)*

*A ma binôme « **Sabrina** »*

A tous qui m'ont encouragé de près ou de loin.

Nesrine

DEDICACES

Avec l'aide d'ALLAH le tout puissant ; ce travail est achevé ;

Je le dédie :

A mes chers parents qui ont été toujours présents à mes côtés par leurs amour, soutien et encouragement. Je leur serai éternellement reconnaissant.

*A mes frère « **Mohamed** » et « **Hocine** »*

*A mes sœurs (**Khadija, Samia et Zineb**) et ses maris, je les remercie pour leur aide leurs conseils et encouragements.*

A mes tantes.

A mes oncles

. À tous ceux qui nous ont aidés de près ou de loin,

*A mes meilleure amis(e) « **Zahra** » et « **Sabrina** »*

À tous mes amis

A toute ma famille, grande et petite.

A mon fiancé et sa famille.

*A ma binôme « **Nesrine** »*

A tous qui m'ont encouragé de près ou de loin.

sabrina

Table des matières

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction 1

Synthèse Bibliographique

Chapitre 1: Généralités sur l'olivier et l'huile d'olive

I. Généralités sur l'olivier 3

I.1 La culture de l'olivier en Algérie 3

I.2 Principales variétés de l'olivier en Algérie..... 3

II. Huile d'olive 4

II.1 Définition d'huile d'olive 4

II.2 Classification d'huile d'olive..... 4

II.3 Composition biochimique de l'huile d'olive 5

II.3.1 La fraction saponifiable..... 5

II.3.2 La fraction insaponifiable..... 6

Chapitre 2: Oxydation des lipides

I. Oxydation des lipides 8

II. Types d'oxydation des lipides 8

II.1 Auto-oxydation 9

II.2 La photo-oxydation 9

II.3 Oxydation enzymatique 10

III. Produits formés au cours de l'oxydation des lipides 10

IV. Inhibiteurs de l'oxydation des huiles..... 11

V. Les principaux antioxydants des huiles 11

V.1 Les caroténoïdes..... 11

V.2 Tocophérols..... 12

V.3 Les composés phénoliques..... 12

Chapitre 3 : la stabilité oxydative de l'huile d'olive

I. La stabilité oxydative de l'huile d'olive..... 13

II. Les facteurs influençant la stabilité oxydative d'une huile d'olive 14

| | | |
|-------|---|----|
| II.1 | La variété | 14 |
| II.2 | Le degré de maturité des fruits d'olivier..... | 14 |
| II.3 | Les facteurs climatiques..... | 15 |
| II.4 | Processus d'extraction | 15 |
| II.5 | Le stockage | 15 |
| II.6 | Effet de la disponibilité de l'oxygène sur la stabilité de l'huile..... | 16 |
| II.7 | Effets de la filtration et de la teneur en eau..... | 16 |
| III. | Méthodes de détermination de la stabilité oxydative | 16 |
| III.1 | Méthode de l'oxygène actif..... | 16 |
| III.2 | Méthode à l'étuve ou test Shaal | 17 |
| III.3 | Test de stabilité de Swift | 17 |
| III.4 | Test au Rancimat | 17 |

Partie expérimentale

Chapitre 1: Matériel et méthodes

| | | |
|------------|---|-----------|
| I. | Matériel végétal | 19 |
| I.1 | L'indice de maturité..... | 19 |
| II. | Analyses chimiques | 20 |
| II.1 | L'acidité..... | 20 |
| II.1.2 | Mode opératoire..... | 20 |
| II.2 | Indice de peroxyde..... | 20 |
| II.2.2 | Mode opératoire..... | 21 |
| II.3 | Extinction spécifique dans l'ultra-violet..... | 21 |
| II.4 | Extraction et dosage des composés phénoliques | 22 |
| II.4.1 | Extraction | 22 |
| II.4.2 | Dosage des polyphénols totaux | 22 |
| II.4.3 | Mode opératoire | 22 |
| II.5 | Dosage des Caroténoïdes | 22 |
| II.6 | Dosage des tocophérols | 22 |
| II.7 | Détermination de la composition en acides gras | 23 |
| II.8 | Détermination de la stabilité oxydative au Rancimat | 23 |
| III | Analyse statistique | 24 |

Chapitre 2: Résultats et discussion

| | | |
|-----------|-------------------------------------|-----------|
| I. | Les indices de qualité | 25 |
|-----------|-------------------------------------|-----------|

| | | |
|-------------|---|-----------|
| I.1 | Acidité libre | 25 |
| I.2 | Indice de peroxyde..... | 25 |
| I.3 | L'extinction spécifique | 26 |
| II. | Les antioxydants et la stabilité oxydative de l'huile d'olive | 27 |
| II.1 | Composés phénoliques | 27 |
| II.2 | Caroténoïdes | 28 |
| II.3 | Tocophérols totaux | 29 |
| II.4 | Les acides gras..... | 30 |
| II.5 | La stabilité | 33 |
| III. | Relation entre la stabilité oxydative et les différentes variables | 34 |
| | Conclusion..... | 37 |

Références bibliographiques

Annexes

Résumé

Liste des tableaux

| N° | Titre du tableau | Page |
|------|---|------|
| I | Les principales variétés d'olive en Algérie | 4 |
| II | Classification des huiles d'olive | 4 |
| III | Composition de l'huile d'olive en acides gras | 5 |
| II | Les principaux triglycérides retrouvés dans l'huile d'olive | 6 |
| III | Propriétés des variétés étudiées | 19 |
| VI | Composition en acides gras totaux (en %) de l'huile d'olive issue de différentes variétés. | 32 |
| VII | Catégories et rapports entre les acides gras de l'huile d'olive issue de différentes variétés | 32 |
| VIII | Corrélation entre la stabilité oxydative et les différents caractères physico-chimiques | 36 |

Liste des figures

| N° | Titre de la figure | Page |
|----|--|------|
| 1 | Répartition de la zone oléicole en Algérie | 3 |
| 2 | Réaction de formation de triglycéride | 6 |
| 3 | La structure chimique de α tocophérol (vitamine E) | 7 |
| 4 | Structure de squalène | 7 |
| 5 | Schéma général de l'oxydation des lipides | 8 |
| 6 | Oxydation d'un acide gras insaturé | 9 |
| 7 | Mécanismes traduisant l'activité antioxydant des caroténoïdes, cas des ROO• | 11 |
| 8 | Acidité libre de l'huile d'olive de différentes variétés. | 25 |
| 9 | Indice de peroxyde de l'huile d'olive des différentes variétés | 26 |
| 10 | Extinction spécifique K 270 et K232 de l'huile d'olive de différentes variétés | 27 |
| 11 | Teneur en composés phénoliques totaux de l'huile d'olive | 28 |
| 12 | Caroténoïdes de l'huile d'olive des différentes variétés | 29 |
| 13 | Teneur en tocophérols totaux de l'huile d'olive des différentes variétés | 30 |
| 14 | Stabilité oxydative de l'huile d'olive des différentes variétés | 33 |

Liste des abréviations

AG : Acide Gras

AGMI : Acides Gras Monoinsaturés

AGPI : Acides Gras Polyinsaturés

AGS : Acides Gras Saturés

CEE : Communauté Economique Européenne

COI : Conseil Oléicole International

Cox : oxydabilité

EAG : Equivalent acide gallique

HO : Huile d'olive

HOEV : Huile d'olive extra-vierge

HOR : Huile d'olive raffinée

HOV : Huile d'olive vierge

ISO : Organisation internationale de normalisation

ITAFV : Institut Technique d'Arboriculture et de la Vigne

R· radical libre

ROO· Radical peroxyde

ROOH : Hydroperoxyde

TIR : Temps d'Induction Rancimat

Introduction

Les huiles d'olive (HO) constituent la base du régime méditerranéen. Il existe différentes catégories commerciales d'HO selon leur qualité. Leurs propriétés nutritionnelles ne sont pas seulement apportées par leur profil en acides gras (AG) et leur rapport acide gras monoinsaturés/saturés (AGMI/AGS) élevé, mais aussi par leur teneur en antioxydants, notamment celle des phénols qui interviennent dans la prévention des maladies (**Obied *et al.*, 2012 ; Servili, 2014**). Les teneurs en AG et en phénols confèrent également aux HO une plus grande stabilité contre le rancissement et les processus oxydatifs (**Mateos, 2002**).

L'oxydation comme principale réaction d'altération dans les huiles d'olive est un processus irréversible qui commence au moment de l'extraction de l'huile et s'accroît pendant le stockage. L'oxygène, la lumière, la température, les métaux, les pigments et la composition en acides gras polyinsaturés (AGPI) sont des facteurs qui peuvent influencer l'auto-oxydation de différentes manières, tout comme la présence d'antioxydants (à la fois qualitativement et quantitativement) (**Montaño *et al.*, 2016**). L'oxydation des lipides a un impact triple : nutritionnel, sanitaire et économique (**Rahmani, 2007**).

La stabilité oxydative est un paramètre important pour évaluer la qualité des corps gras car elle donne une bonne évaluation de leur susceptibilité à l'oxydation (test d'oxydabilité). Le rancimat est une méthode utile pour mesurer la résistance à l'oxydation et fournit des informations importantes sur la durée de conservation des huiles d'olive, qui pourrait être influencée par le profil des acides gras et la présence de composés antioxydants (**Dabbou *et al.*, 2010**). Cependant, il est important de souligner que la catégorie commerciale de l'huile (huile d'olive, huile d'olive vierge, huile d'olive extra-vierge), la variété et les systèmes d'extraction-conservation influencent de manière décisive la composition de l'huile d'olive vierge et la durée de conservation de l'huile (**Montano *et al.* 2016**).

La production de l'huile d'olive a un impact socio-économique très important en Algérie. Une diversité variétale caractérise l'Olivier ; 36 variétés sont protégées au niveau de la station expérimentale de Takerietz. Le but de cette étude était de déterminer l'influence de la variété à travers notamment la composition en acides gras, les teneurs en antioxydants (composés phénoliques, tocophérols et caroténoïdes des huiles d'olive extra-vierge sur leur stabilité oxydative. Cinq variétés cultivées en Algérie (Aellah, Bouchouk-Guergour, Boughenfous, Neb-Djmel et Takesrit) et récoltées au niveau de la ferme pilote de l'ITAFV de Takerietz ont été utilisées.

Le présent travail est consacré à l'étude stabilité oxydative des huiles d'olive. Cette étude est organisée en deux parties principales :

- Une partie bibliographique : dans laquelle une synthèse bibliographique décrit des généralités sur l'olivier, l'huile d'olive et leur stabilité oxydative.
- Une partie expérimentale : est consacrée à la détermination des indices de qualité, la composition en acides gras, le dosage des composés phénoliques, caroténoïdes, tocophérols totaux et l'estimation de la stabilité oxydative des différentes variétés d'huile d'olive prévues pour ce travail. Cette partie est complétée par l'interprétation des résultats obtenus.

Chapitre 1 : Généralités sur l'olivier et l'huile d'olive

I. Généralités sur l'olivier

I.1 La culture de l'olivier en Algérie

L'oléiculture est concentrée au niveau de sept principales wilayas (Bejaïa, Tizi-Ouzou, Bouira, Bordj-Bou-Arreidj, Jijel, Sétif et Mascara) dont la région centre représente un taux de plus de 75% de la superficie oléicole globale de ces sept wilayas (figure1). La production d'huile d'olive en Algérie est estimée de 80 000 tonnes durant la campagne 2017-2018, soit une hausse de 27% par rapport à la période précédente, tandis que la surface réservée à l'oléiculture à l'échelle nationale se compose de 56,3 millions d'oliviers dont 32,3 millions oliviers productifs, soit un taux de 57%.

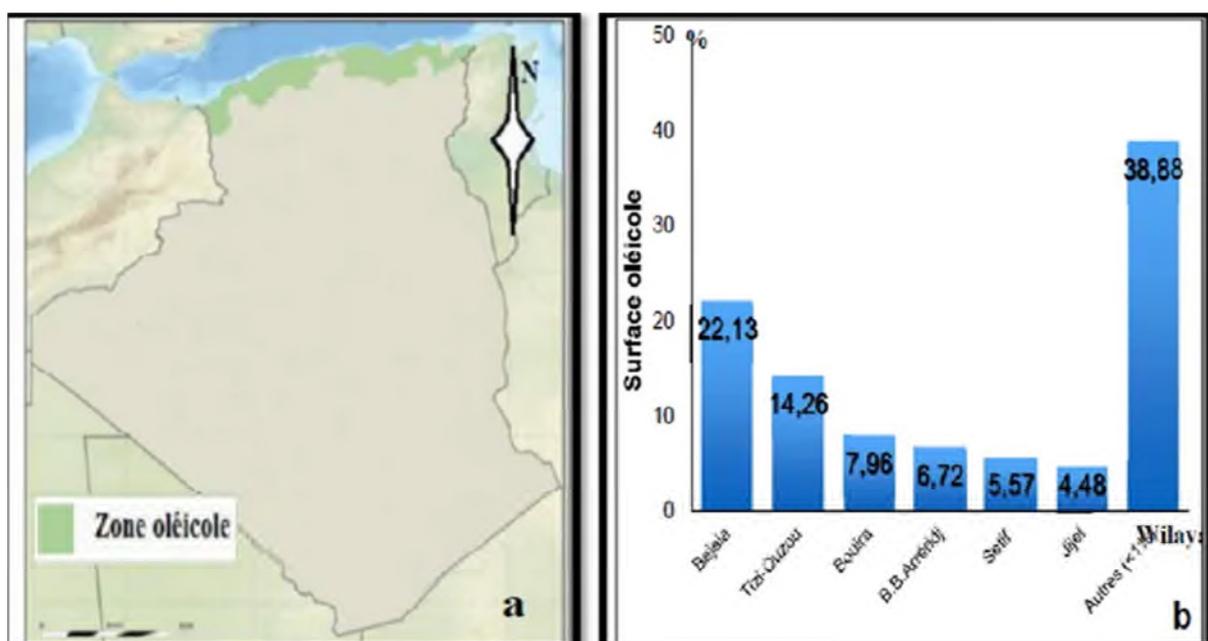


Figure 1: Répartition de la zone oléicole en Algérie (a: sur la carte géographique, b: en pourcentage (Oreggia et Marinelli, 2017))

I.2 Principales variétés de l'olivier en Algérie

L'oléiculture algérienne est caractérisée par une large gamme de variétés, les cultivars d'olive les plus connus sont présente dans le tableau ci-dessous

Généralités sur l'olivier et l'huile d'olive

Tableau I: Les principales variétés d'olive en Algérie (Bendi, 2017)

| Variétés | Aire de culture | Importance | Destination |
|----------|--------------------------------|------------|-----------------------|
| Chemlal | Centre algérien(Kabylie) | 10% | Huile |
| Sigoïse | Ouest algérien (Oran, Tlemcen) | 25% | Olives de Table+Huile |
| Rougette | Est algérien | 12% | Huile |
| Azeradj | Centre algérien | 15% | Olives de Table+Huile |

II. Huile d'olive

II.1 Définition d'huile d'olive vierge

Les huiles d'olive vierges sont les huiles obtenues du fruit de l'olivier (*Olea europaea* L.) uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions, thermiques notamment, qui n'entraînent pas d'altération de l'huile, et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration (COI,2019).

II.2 Classification d'huile d'olive

Les huiles d'olive peuvent être classées en diverses catégories, selon les caractéristiques des huiles. Les différentes catégories de l'huile d'olive sont rassemblées dans le tableau II.

Les critères de qualité des différentes catégories d'huile d'olive établies selon le conseil oléicole international

Tableau II: Classification des huiles d'olive (COI, 2019)

| | Acidité libre % | Indice de peroxyde Meq O ₂ / kg | K 270 | K232 |
|--------------------------------------|-----------------|--|-------|------|
| Huile d'olive vierge extra | ≤0.8 | ≤20 | ≤0.22 | ≤2.5 |
| Huile d'olive vierge | ≤2.0 | ≤20 | ≤0.25 | ≤2.6 |
| Huile d'olive vierge courante | ≤3.3 | ≤20 | ≤0.30 | / |
| Huile d'olive vierge lampante | ≥3.3 | Non limité | / | / |
| Huile d'olive raffinée | ≤0.3 | ≤5.0 | ≤1.25 | / |
| Huile olive (HOR+HOV) | ≤1.0 | ≤15.0 | ≤1.15 | / |

II.3 Composition biochimique de l'huile d'olive

La composition de l'huile d'olive change selon la variété, les conditions climatiques et l'origine géographique. Les composés peuvent être classés en deux grands groupes :

- Les substances saponifiables (triglycérides, acides gras,).
- Les substances insaponifiables.

II.3.1 La fraction saponifiable

- **Les acides gras** : Les principaux acides gras présents sous forme de glycérides dans l'huile d'olive sont les acides gras suivants : oléique, linoléique, palmitoléique, palmitique, et stéarique. L'acide oléique est présent à des teneurs beaucoup plus élevées que les autres acides, celui-ci constitue jusqu'à 80% des acides gras et présente un intérêt primordial dans la médecine préventive (**Jacotot, 1996**).

La composition en acides gras constitue l'un des critères de pureté des huiles d'olives dont les teneurs sont données par le COI (2003) dans le tableau ci-dessus :

Tableau III: Composition de l'huile d'olive en acides gras (**COI, 2003**).

| Acide gras | Symboles | Limites de variabilité (%) |
|-----------------------|----------|----------------------------|
| Acide myristique | C14 :0 | ≤0,05 |
| Acide palmitique | C16 :0 | 7,5-20,0 |
| Acide palmitoléique | C16 :1 | 0,3-3,5 |
| Acide heptadécanoïque | C17 :0 | ≤0,3 |
| Acide heptadécénoïque | C17 :1 | ≤0,3 |
| Acide stéarique | C18 :0 | 0,5-5,0 |
| Acide oléique | C18 :1 | 55,0-83,0 |
| Acide linoléique | C18 :2 | 3,5-21,0 |
| Acide linoléniq | C18 :3 | ≤1,0 |
| Acide arachidique | C20 :0 | ≤0,6 |
| Acide gadoléique | C20 :1 | ≤0,4 |
| Acide béhénique | C22 :0 | ≤0,2 |
| Acide lignocérique | C24 :0 | ≤0,2 |

- **Les triglycérides** : La plupart des acides gras de l'huile d'olive sont présents sous forme de triglycérides (figure 2), le triglycéride majoritaire se présente sous forme de trioléine ;

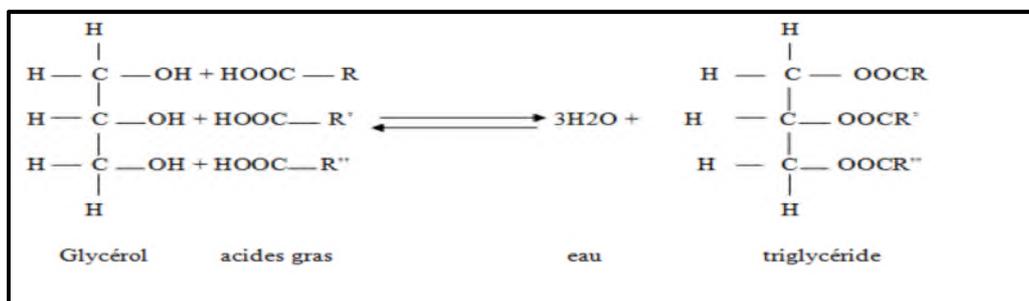


Figure 2: Réaction de formation de triglycéride

Les triglycérides les plus prédominants sont donnés dans (**le tableau IV**) :

Tableau IV: Les principaux triglycérides retrouvés dans l'huile d'olive (**Boskou, 2006**).

| Triglycéride | Tenure en % |
|--------------|-------------|
| OOO | 40 à 59 |
| POO | 15 à 20 |
| OOL | 5.5 à 5.7 |
| SOO | 3 à 7 |

OOO: trioléine; POO: Dioléopalmitine; OOL: dioléolinoleine; SOO: dioléostéarine

II.3.2 La fraction insaponifiable

- **Les pigments** : La couleur de l'huile est une caractéristique de base de la qualité des huiles vierges. La couleur vert-jaune est attribuée à la présence de nombreux pigments : les chlorophylles, les caroténoïdes et les anthocyanes (**Giuffrida et al., 2007**).

Les chlorophylles a et b sont les principaux pigments chlorophylliens identifiés dans l'huile d'olive ; qui montrent une absorbance optimale à 670 nm (**Kiritsakis et Markakis, 1988**).

- **Les Stérols** : sont des constituants essentiels des membranes cellulaires ; ils se retrouvent aussi bien chez les animaux que chez les végétaux. La détermination de la composition et la teneur en stérols servent à déterminer le type et l'authenticité de l'huile d'olive (**Angerosa et al., (2004) ; Garcia et al., 2008**).

- **Les tocophérols** : Les tocophérols sont des composés importants de l'huile d'olive en raison de leurs contributions à la stabilité oxydative et nutritionnelle de l'huile. Dans l'huile d'olive les tocophérols se trouvent sous forme libres non estérifiés. Leur concentration oscille

entre 5 et 300 ppm dont l' α -tocophérols (**figure 3**) représente environ 95% du total. Les autres tocophérols (β , γ , δ) ne sont présent qu'à l'état de trace (**Ryan *et al.*, 1998 ; Douzane et Bellal, 2005**).

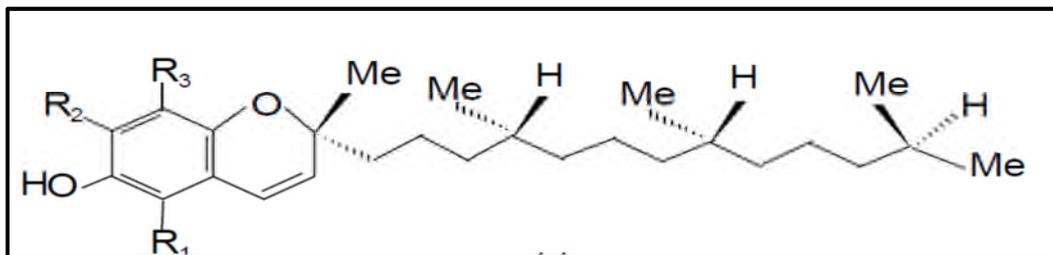


Figure 3: Structure chimique de α tocophérol (vitamine E) (**Bouguerne, 2012**).

- **Hydrocarbures :** Le principal hydrocarbure de l'huile d'olive est le squalène (**figure 4**), un terpène insaturé qui apparait la voie de la biosynthèse de cholestérol. Il représente 30 à 50 % des constituant mineurs de l'huile d'olive avec un teneur de 3 à 7 mg /g (**Assman, 2008**).

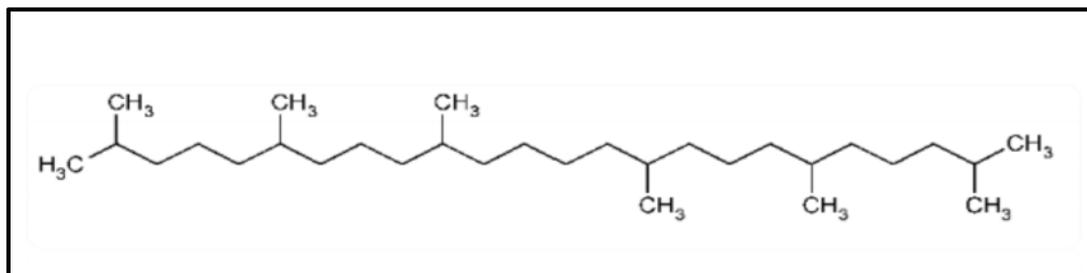


Figure 4: Structure de squalène (**Camin *et al.*, 2010**).

Chapitre 2 : Oxydation des lipides

I. Oxydation des lipides

L'oxydation des lipides (**figure 5**) est reconnue comme un problème important lors de la conservation ou lors des procédés de transformation des produits (**Sabine *et al.*, 2012**). Les dégradations oxydatives affectent les qualités nutritionnelles et sensorielles des aliments et peuvent avoir des répercussions sur la santé du consommateur (**Berset, 2006**).

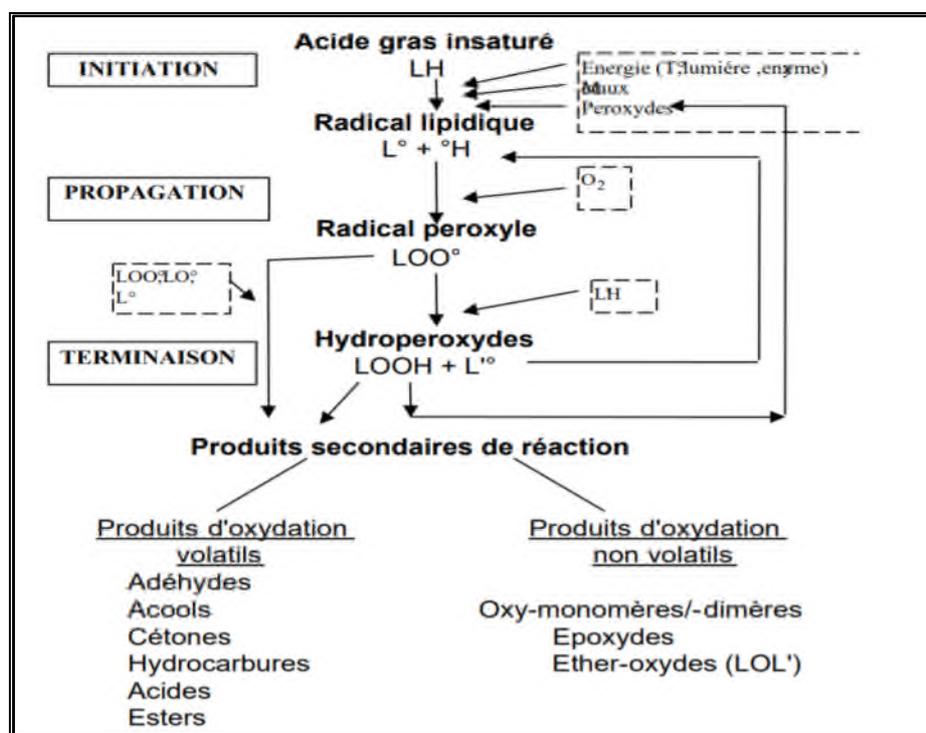


Figure 5: Schémas général de l'oxydation des lipides (**Eymard, 2003**).

II. Types d'oxydation des lipides

D'après **Eymard (2003)**, l'oxydation des lipides peut résulter de plusieurs voies réactionnelles en fonction du milieu et des agents initiateurs :

- L'auto-oxydation catalysée par la température, les ions métalliques, les radicaux libres ;
- La photo-oxydation, initiée par la lumière en présence de photosensibilisateurs ;
- L'oxydation enzymatique initiée par la lipoxygénase.

II.1 Auto-oxydation

L'oxydation des lipides est une réaction auto-catalytique. Il s'agit d'un enchaînement de réactions radicalaires se déroulant en trois étapes (figure 6). Une première réaction produit un radical libre par élimination d'un hydrogène de l'acide gras (*initiation*). Puis les réactions s'enchaînent pour produire plusieurs radicaux libres (*propagation*) qui se combinent pour former des composés non radicalaires (*terminaison*).

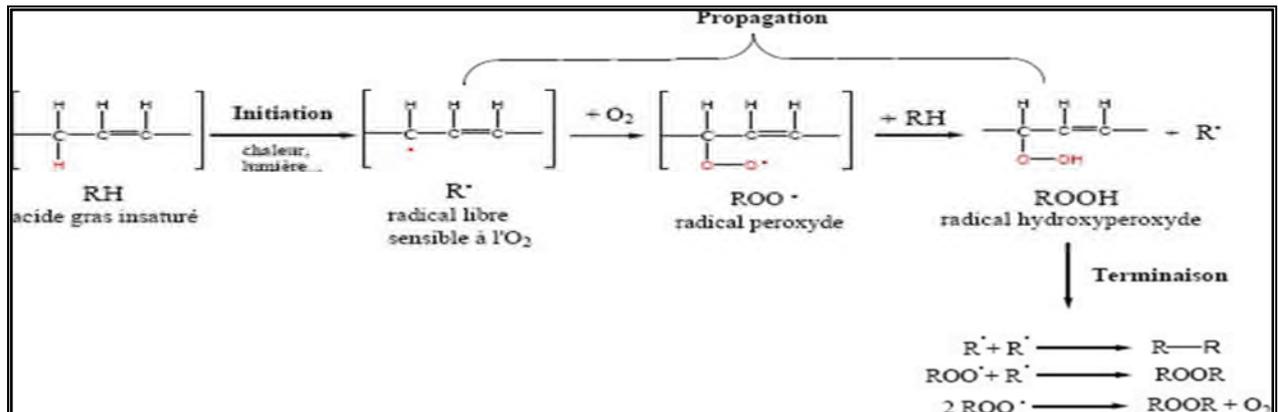


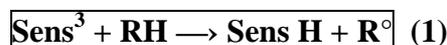
Figure 6: Oxydation d'un acide gras insaturé (Moll et Moll, 1998)

- **Initiation:** Cette étape est initiée par la chaleur, la lumière ou les ions métalliques et aboutit à la formation des espèces très réactives : ROO^\bullet et R^\bullet .
- **Propagation :** Les espèces réactives formées s'attaquent aux molécules lipidiques d'où la formation des hydroperoxydes et la destruction de ces derniers donnent naissance à des composés responsables des goûts et odeur de rance par rupture des liaisons O-O.
- **Terminaison :** Apparition de nouvelles espèces moléculaires non radicalaires (formation des polymères entre espèces réactives) (Rolland, 2004).

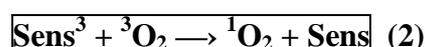
II.2 La photo-oxydation

Comme évoqué pour l'auto-oxydation, la photo-oxydation qui est une oxydation induite en grande partie par la présence de la lumière et de photosensibilisateurs tels que les hémoprotéines, la chlorophylle ou la riboflavine, est aussi une voie importante de production d'hydroperoxydes en présence d'oxygène. Pour ce qui est du mécanisme, les photosensibilisateurs (Sens) absorberaient l'énergie lumineuse afin d'atteindre un état de triplet excité (Sens^3). Ces photosensibilisateurs interviennent dans l'oxydation des lipides selon deux types de mécanismes (Noguchi *et al.*, 2002).

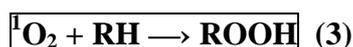
Le premier type de mécanisme est induit par des photosensibilisateurs (type I), tels que la riboflavine, qui agissent comme des radicaux libres initiateurs. Dans leur état triplet, elles arrachent un atome d'hydrogène ou un électron aux molécules lipidiques pour former un radical capable de réagir avec l'oxygène :



Selon le second mécanisme, les molécules photosensibles de type II, telles que la chlorophylle et l'érythrosine, réagissent dans leur état excité (Sens^3) avec l'oxygène triplet auquel elles transfèrent leur énergie pour donner de l'oxygène singulet ($^1\text{O}_2$) :



L'oxygène singulet ainsi formé est très électrophile et peut réagir directement sur un acide gras insaturé (RH) formant ainsi un hydroperoxyde (ROOH) :



Les réactions radicalaires interviennent en chaîne par la suite de cette auto-oxydation. Selon les travaux effectués par **Laine *et al.* (2006)**, les hydroperoxydes ainsi formés sont différents de ceux formés par auto-oxydation.

II.3 Oxydation enzymatique

Le phénomène d'oxydation des acides gras insaturés peut être d'origine enzymatique. Les deux enzymes principalement impliquées sont la lipoxigénase et la cyclooxygénase. La lipoxigénase catalyse l'insertion d'une molécule d'oxygène sur un acide gras insaturé selon une réaction stéréospécifique et aboutit à la formation d'hydroperoxydes (**Pereira *et al.*, 2003**). Elle agit spécifiquement sur les acides gras non estérifiés. Son activité est donc souvent couplée avec celle des lipases et des phospholipases (**Fauconnier *et al.*, 1997**). La cyclooxygénase est une lipoxigénase qui incorpore deux molécules d'oxygène au niveau d'un acide gras insaturé pour former des hydroperoxydes spécifiques (**Ibourahema *et al.*, 2010**).

III. Produits formés au cours de l'oxydation des lipides

Les produits primaires de l'oxydation des huiles se composent essentiellement d'hydroperoxydes variés : radicaux libres, diènes conjugués (**Joaquin *et al.*, 2002 ; Viller *et al.*, 2006**).

Les hydro-péroxydes, produits primaires de la réaction, sont des molécules instables. Ils se décomposent sous l'effet de la chaleur ou des métaux en donnant naissance à des produits secondaires : aldéhydes, alcools, cétones, les composés volatils. Ces derniers volatils sont à l'origine de la modification de l'odeur des produits oxydés (Joaquin *et al.*, 2002 ; Viller *et al.*, 2006).

IV. Inhibiteurs de l'oxydation des huiles

Certaines molécules naturellement présentes dans le règne végétal (plantes) exercent une action, antioxydants sur les huiles soit en limitant la propagation des radicaux libres soit par un contrôle de l'activité des catalyseurs d'oxydation. Ainsi elles retardent en ralentissant la décoloration ou l'apparition de flaveur indésirables due à l'oxydation des huiles.

V. Les principaux antioxydants des huiles

Un antioxydant est une molécule qui diminue ou empêche l'oxydation d'autres substances chimiques. Il est défini par Halliwell (1999) : « toute substance qui, présente à faible quantité comparée à celle du substrat oxydable, retarde ou prévient d'une manière significative l'oxydation de ce substrat ». Ce sont des substances capables de neutraliser les formes actives de l'oxygène, de supprimer, retarder ou empêcher les processus d'oxydation (Fki *et al.*, 2005).

L'huile d'olive est une source d'antioxydants naturels comme les tocophérols, caroténoïdes, stérols et les composés phénoliques (Ryan et Robards, 1998 ; Matos *et al.*, 2007 ; Minioti et Georgiou, 2008).

V.1 Les caroténoïdes

Les caroténoïdes sont des pigments issus des plantes et microorganismes, et sont regroupés en deux grandes familles : les carotènes et les xanthophylles. L'activité antioxydante de ceux-ci est liée à leur longue chaîne polyénique qui leur permet de réagir avec les radicaux ROO^\bullet , H^\bullet , O_2^\bullet , R^\bullet par simple addition électrophile et transfert d'électron (Figure 7). Ils permettent, en particulier, de neutraliser l'oxygène singulet (Valko *et al.*, 2006).

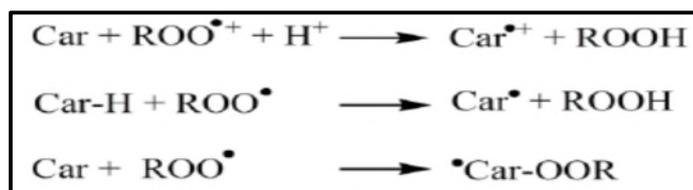


Figure 7: Mécanismes traduisant l'activité antioxydant des caroténoïdes, cas des ROO^\bullet

V.2 Tocophérols

La grande stabilité des huiles végétales, dans les conditions d'oxydation, est due à la présence d'un taux élevé d'antioxydants naturels dont les plus importants sont les tocophérols qui se présentent sous quatre formes isométriques : α , β , δ et γ . Les tocophérols protègent contre l'oxydation naturelle des acides gras, en particulier les acides gras polyinsaturés (AGPI). Il a été signalé qu'une molécule de tocophérol peut protéger 103 à 106 molécules d'AGPI (Lopez *et al.*, 2005).

V.3 Les composés phénoliques

Les polyphénols constituent le groupe de métabolites le plus large et le plus répandu du règne végétal et font partie intégrante de l'alimentation humaine et animale (Martin et Andriantsitohaina, 2002). L'élément structural fondamental qui les caractérise est la présence d'au moins un noyau benzoïque au quel est directement lié au moins un groupement hydroxyle libre ou engagé dans une autre fonction : éther, ester, hétéroside (Bruneto, 1999).

Chapitre 3 : La stabilité oxydative de l'huile d'olive

I. La stabilité oxydative de l'huile d'olive

L'oxydation des lipides a été reconnue comme un problème majeur affectant les huiles comestibles, ceci en influençant négativement leurs propriétés chimique, nutritionnelle et sensorielle. Initialement, l'auto-oxydation se fait de manière lente, ensuite, elle augmente soudainement, et la durée de la première étape est appelée « période d'induction » ou « temps d'induction » puis la phase de propagation et de terminaison. Au cours de la phase d'induction, les radicaux alkyles sont formés et sont soumis à une réaction avec des molécules d'oxygène pour former des hydroperoxydes (ROOH) et des radicaux peroxy pendant la phase de propagation. L'étape de terminaison correspond aux derniers stades de l'oxydation pendant lesquels les espèces radicalaires se recombinent pour former des produits non radicalaires, ce qui met fin aux cycles réactionnels. Bien qu'inévitable, le processus oxydatif peut être retardé par les antioxydants endogènes de l'huile, qui augmentent la stabilité oxydative par différents mécanismes, fournissant ainsi un système de défense efficace contre les attaques des radicaux libres (**Aparicio et al., 1999 ; Ninfali et al., 2002**), c'est-à-dire prévention de l'initiation de réactions en chaîne (**Shahidi et al., 1992**), chélateurs de métaux (**Leonardis et Macciola, 2002**), réduction de la concentration en oxygène et décomposition des peroxydes (**Aruoma, 1996**).

La résistance à la détérioration oxydative est généralement attribuée à deux raisons principales : le profil en acides gras et la teneur en oligo-composés à puissante activité antioxydante. En effet, L'huile d'olive est caractérisée par un profil en acides gras dominé par l'acide oléique (55 à 83 %) qui participe à sa stabilité oxydative vu qu'il est beaucoup moins susceptible à l'oxydation comparé à des huiles contenant des taux élevés en acides gras polyinsaturés (**Beltran et al., 2004**), confirmant ainsi que le rapport élevé les AGMI/API, qui est typique de l'huile d'olive, est l'une des principales raisons de la meilleure stabilité de l'huile d'olive par rapport aux autres huiles végétales comestibles. Aussi, L'huile d'olive est une source importante d'antioxydants naturels, à savoir les tocophérols, les composés phénoliques, les caroténoïdes et autres. Ces antioxydants qui agissent par différents mécanismes contribuent différemment à la stabilité de l'huile (**Bendini et al., 2007**). Celle des composés phénoliques étant d'environ 30 %, les acides gras de 27 %, l' α -tocophérol de 11 % et les carotènes de 6 % (**Aparicio et al., 1999 ; Pellegrini et al., 2001**). Les carotènes, et en particulier le β -carotène, sont des antioxydants efficaces en raison de leur capacité à éteindre

les espèces radicalaires d'oxygène, et ils peuvent également agir comme des filtres légers (**Van den berg *et al.*, 2000**). Les tocophérols sont considérés comme les antioxydants naturels les plus importants de la phase lipidique, qui empêchent la peroxydation des lipides en piégeant les radicaux dans les membranes et les particules de lipoprotéines (**Esterbauer *et al.*, 1991**). Ils agissent comme antioxydants par deux mécanismes principaux, un mécanisme donneur d'électrons de rupture de chaîne, dans lequel ils cèdent leur atome d'hydrogène phénolique aux radicaux libres lipidiques et un mécanisme accepteur de rupture de chaîne, qui comprend le piégeage ou l'extinction de l'oxygène singulet (**Kamal-eldin *et al.*, 1996**). Il a par ailleurs, été montré que l' α -tocophérol protège le β -carotène contre l'oxydation et la synergie de l' α -tocophérol et du β -carotène semble être moins efficace que l' α -tocophérol seul pour inhiber les réactions d'oxydation (**Perrin, 1992**).

Baldioli *et al.*, (1996), ont rapporté une corrélation positive entre la stabilité de l'huile et la teneur totale en polyphénols. En effet, les composés phénoliques exercent une activité antioxydante à travers plusieurs mécanismes : piégeage des radicaux libres, transfert d'atomes d'hydrogène et chélation des métaux, et ces composés se dégradent avec le temps en raison de leur activité antioxydante (**Bondet *et al.*, 1997**).

II. Les facteurs influençant la stabilité oxydative d'une huile d'olive

II.1 La variété

La qualité de l'huile dépend d'un facteur important c'est la variété. Lors du choix des variétés à utiliser, l'agriculteur détermine la qualité de sa future production. En fait, les caractéristiques génétiques qui influencent la résistance ou la sensibilité d'une variété aux maladies, aux ravageurs et aux aléas climatiques déterminent en grande partie la qualité et la stabilité de l'huile (**Çavusoglu et Ohtar, 1994**). La teneur en tocophérols et polyphénols dépend de la variété et, en raison de leur capacité antioxydante, ils ont un effet sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive (**Tsimidou *et al.*, 1992 ; Gutierrez *et al.*, 1999 ; Pardo et Cuista., 2007**). Selon **Ouestlati *et al.* (2009)**, la stabilité et la composition des huiles varient selon le cultivar et le lieu de plantation.

II.2 Le degré de maturité des fruits d'olivier

La maturation des olives est un processus lent et long qui dure plusieurs mois, dont la durée dépend de l'altitude de culture, des pratiques agronomiques auxquelles sont soumises les olives, du type et du climat des olives (**Cavusoglu et Ohtar, 1994**).

La maturité, exerce une influence sur la composition de l'huile d'olive (**Matos et al., 2007**). Ces changements se reflètent dans la qualité, les propriétés organoleptiques, la stabilité oxydative et/ou la valeur nutritionnelle des produits obtenus. Les polyphénols, les tocophérols, les colorants, les caroténoïdes et la chlorophylle sont des exemples de composés impliqués dans ce phénomène, ainsi que les composants acides gras et stérols (**Mastos et al., 2007**).

Selon **Boskou (2000)**, les olives saines récoltées lorsque la couleur de l'épiderme change du vert pâle au marron foncé, qui sont rapidement transportées au moulin, broyées et pressées immédiatement avec un matériel propre à une température inférieure à 30°C conduisent à une huile d'olive de haute qualité et riche en composés phénoliques.

II.3 Les facteurs climatiques

La culture de l'olivier est très sensible aux températures hivernales inférieures à 0°C qui dommage les fruits d'olive et donnent une qualité inférieure de l'huile.

Ces conditions climatiques aussi exercent une grande influence sur la qualité du fruit, donc sur la composition et la qualité de l'huile. Les composants les plus affectés sont les composés phénoliques et par conséquent sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive (**Ryan et al., 1998**).

II.4 Processus d'extraction

Le système d'extraction constitue un paramètre déterminant pour juger d'une bonne qualité et stabilité de l'huile d'olive (**Ben Hassine et al., 2007**). La durée et la température du malaxage influent sur la qualité et la quantité des composés phénoliques et volatils et affectent négativement les caractéristiques sensorielles (**Angerosa et al., 2000**). D'après **Ben Hassine et al (2007)**, un système d'extraction à deux phases est plus fiable et performant de point de vue stabilité oxydative et organoleptique. Les huiles obtenues par ce système sont plus riches en polyphénols totaux et orthodiphénols que les huiles obtenues avec un système continu à trois (3) phases et le système d'extraction par des presses (**Chimi, 2006**). Une huile extraite par un système continu a une acidité inférieure à 1% tandis qu'en mode discontinu elle devient supérieure à 1% (**Mouawad, 2005**).

II.5 Le stockage

Les conditions de stockage de l'huile d'olive ont une influence sur sa composition phénolique, tocophérols, pigments par conséquent sur sa stabilité oxydative (**Morello et al., 2004**). Les Récipients utilisés pour la conservation de l'huile d'olive doivent être en bon état,

étanche, inerte et doit être conservée dans de bonnes conditions : à l'abri de l'air et de la lumière pour éviter le rancissement causé par l'oxydation. Selon **Ben Takaya et Hassouna (2005)**, les huiles stockées dans des bouteilles en verre montrent une stabilité oxydative plus élevée que celles en plastiques et en métal du fait de leur teneur importante en tocophérols et en composés phénoliques.

Cependant, l'huile se conserve parfaitement entre 15 et 18°C, dans un endroit frais et sombre, ceci grâce aux antioxydants dont l'huile est dotée. Les basses températures de stockage (5 °C) retardaient la disparition des composés phénoliques par rapport à des températures ambiantes de 12°C (**Maestro et al., 1993**). De même l'obscurité réduit considérablement le taux de perte des composés phénoliques de l'huile d'olive (**Okogeri et Tasioula-Margari, 2002**).

II.6 Effet de la disponibilité de l'oxygène sur la stabilité de l'huile

La réduction de la pression partielle de l'oxygène réduit la vitesse d'oxydation. En effet, les réservoirs de l'huile d'olive dans les huileries et les produits commerciaux sont stockés dans des conteneurs fermés, avec l'ajout dans certains cas d'un gaz inerte (azote ou argon), car il est établi que dans ces conditions de disponibilité limitée de l'oxygène, l'oxydation de l'huile est réduite (**Di Giovacchino et al., 2002 ; Pristouri et al., 2010 ; Mancebo-Campos et al., 2014**).

II.7 Effets de la filtration et de la teneur en eau

Les résultats de certaines études ont montré une perte progressive de la stabilité pendant le stockage des huiles filtrées, principalement en raison d'une diminution significative des composants phénoliques (**Tsimidou et al., 2005 ; G'omez-Caravaca et al., 2007 ; Lozano et al., 2010**). Parallèlement, il a également été rapporté que la filtration et la déshydratation diminuent le taux d'hydrolyse de la matrice triglycéridique (TAG), notamment lors du stockage à la température la plus élevée (40 °C) et dans les huiles ayant une acidité libre initiale plus élevée. De plus, le taux de formation des phénols simples dû à l'hydrolyse de leurs dérivés sécoiridoïdes était également plus important dans les huiles d'olive non filtrées. Ainsi, de ce point de vue, la filtration et surtout la déshydratation pourraient contribuer à prolonger la durée de conservation de certaines huiles d'olive vierge de haute qualité mais moins stables (par exemple, les cultivars 'Arbequina' et 'Colombaia').

III. Méthodes de détermination de la stabilité oxydative

III.1 Méthode de l'oxygène actif

Cette méthode mesure le temps (heures) nécessaire pour qu'un échantillon de 20 g de l'huile ou de graisse atteigne un indice de peroxyde prédéterminé (100 meq/kg) dans des conditions de test spécifiques. Les échantillons d'huile sont placés dans des tubes en verre standard et aérés en continu à 98°C. Des échantillons d'un gramme ont été prélevés périodiquement pour déterminer l'indice de peroxyde. Le temps nécessaire pour atteindre un indice de peroxyde de 100 meq/kg est considéré comme un indicateur de la résistance au rancissement d'une huile, bien que la relation exacte entre l'indice de peroxyde, le rancissement et la stabilité n'ait pas encore été établie (**Rahmani, 2007**).

III.2 Méthode à l'étuve ou test Shaal

Ce test consiste à oxyder la matière grasse dans une étuve portée à 60°C. La mise en évidence de l'oxydation est montrée par la mesure de l'indice de peroxyde sur des prélèvements faits toutes les 4, 8, ou 24h. Cette méthode présente l'avantage de se rapprocher des conditions réelles de stockage (cas des flacons transparents d'huiles conservés à la lumière du jour et à température ambiante)(**Rahmani, 2007**)

III.3 Test de stabilité de Swift

Il est surtout appliqué pour les graisses animales. Dans sa version initiale, ce test consiste à oxyder par l'air, la matière grasse maintenue à 98°C. La mise en évidence de l'oxydation est montrée par la mesure de l'indice de peroxyde en fonction du temps. Cette façon de faire est assez complexe et peu reproductible. La modification faite à ce test consiste à décolorer un indicateur de pH (rouge de crésol) par les produits volatils acides formés lors de l'oxydation. Le temps (en heures) nécessaire à la décoloration de l'indicateur coloré, encore appelé « temps de Swift », mesure la résistance de la matière grasse à l'oxydation (**Rahmani, 2007**).

III.4 Test au Rancimat

Ce test est très utilisé pour évaluer la stabilité oxydative des matières grasses. La spécification de TIR (Temps d'Induction Rancimat, exprimé en heures) correspond au temps pendant lequel la matière grasse résiste à l'oxydation. Le principe du test consiste à accélérer le vieillissement de la matière grasse par décomposition thermique à 110°C sous un flux intensif d'air. Les produits de dégradation qui se forment sont expulsés par le flux et transférés dans la cellule de mesure remplie d'eau distillée. Le temps d'induction est déterminé par conductimétrie et correspond au TIR.

La stabilité oxydative de l'huile d'olive

Le test au Rancimat offre l'avantage de suivre plusieurs échantillons en parallèle, avec des durées d'analyse réduites. Cependant, de par les conditions drastiques d'oxydation (98°C, bullage intensif d'air), ce test est peu représentatif des conditions normales de stockage (5). Aussi, faut-il interpréter les résultats de ce test avec précaution ; ils doivent surtout être utilisés en vue de comparer les stabilités oxydatives des matières grasses entre elles (**Rahmani, 2007**). Ce test est le plus utilisable dans la mesure de la stabilité oxydative de l'huile.

Chapitre 1 : Matériel et Méthodes

I. Matériel végétal

Le matériel végétal utilisé dans ce travail est constitué de cinq variétés d'oliviers, Bouchouk-Soummam, Boughenfous, Neb-Djmel, Takesrit et Aaleh, implantées à la ferme pilote de l'Institut Technique de l'Arboriculture Fruitière et de la Vigne (I.T.A.F.V) de Takerietz, commune de Souk-Oufella, Wilaya de Bejaia. Le tableau ci-dessous représente les propriétés des variétés étudiées.

Tableau V: Propriétés des variétés étudiées

| Variété | Aire de culture | Utilisation |
|------------------|----------------------------|-----------------------------|
| Aaleh | Plusieurs régions | Huile |
| Bouchouk Soummam | Vallée Oued Soummam | Huilerie et Olives de table |
| Boughenfous | Région de Khenchela | Huile |
| Neb-Djmel | Sud Est Algérien | Huile |
| Takesri | Basse Vallée de la Soummam | Huile |

Les échantillons d'huile d'olive extraits sont mis dans des flacons en verre foncé propres et secs d'une taille minimale de 250ml muni de bouchon, et placé à l'abri de la lumière.

I.1 L'indice de maturité

L'indice de maturité a été réalisé conformément à la méthode proposée par le conseil oléicole international en 1984. Il est déterminé par l'appréciation de la couleur du fruit (épiderme et pulpe) d'un échantillon de 100 olives prélevées au hasard, on suivant une classification de 0 à 7 qui correspond aux différentes colorations allant du vert intense jusqu'au noir, ce qui fait distinguer 8 groupes selon les caractéristiques suivantes :

- Groupe 0 : olives à épiderme vert intense ou vert foncé.
- Groupe 1 : olives à épiderme jaune ou vert jaunâtre.
- Groupe 2 : olives à épiderme jaunâtre présentant des taches ou zones rougeâtre.
- Groupe 3 : olives à épiderme rougeâtre ou violet claire.
- Groupe 4 : olives à épiderme noir et pulpe entièrement verte.
- Groupe 5 : olives à épiderme noir et pulpe violette jusqu'à la moitié de son épaisseur.

- Groupe 6 : olives à épiderme noir et pulpe violette jusqu'au noyau.
- Groupe 7 : olives à épiderme noir et pulpe entièrement foncée.

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

$$I.M. = \frac{A0 + B1 + C2 + D3 + E4 + F5 + G6 + H7}{100}$$

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

II. Analyses chimiques

II.1 L'acidité

II 1.1.Principe

Celle-ci est réalisée par titrage de l'échantillon solubilisé dans un mélange éther éthylique / éthanol par une solution éthanolique d'hydroxyde en présence de phénolphtaléine

II.1.2 Mode opératoire

Selon la méthode décrite dans le **règlement CEE/2568/91**, 3g de l'huile d'olive sont solubilisés dans 25 ml d'un mélange d'éthanol 95 % -éther -di- éthylique (v/v). Après ajout de quelques gouttes de phénolphtaléine, on titre avec la solution de KOH (0,1 N) jusqu'au virage de couleur vers le rose palme persistance.

Un essai témoin a été effectué en l'absence de matière grasse et afin d'éliminer la possible acidité du solvant.

L'acidité est exprimée en pourcentage de poids d'acide oléique, elle est donnée par la formule suivante :

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

V : nombre de ml de la solution KOH nécessaire pour neutraliser l'échantillon (huile).

V₀ : nombre de ml de la solution KOH nécessaire pour neutraliser le blanc.

M : prise d'essai en gramme.

N : normalité de la solution KOH.

P : masse molaire en g/ml de l'acide oléique qu'est égale à 252 g/mol.

II.2 Indice de peroxyde

II.2.1 Principe

Cet indice est déterminé après traitement du corps en solution dans de l'acide acétique et du chloroforme par une solution d'iodure de potassium. Le titrage de l'iode libéré par une solution titrée en thiosulfate de sodium.

II.2.2 Mode opératoire

La détermination est réalisée selon le protocole décrit dans le règlement CEE/2568/91. Une quantité de 2 g d'huile est dissoute dans 15 ml d'acide acétique glacial et 10 ml de chloroforme. Après l'ajout de 1 ml d'une solution d'iodure de potassium saturée, le mélange est laissé à l'obscurité pendant 5 min à température ambiante après une agitation pendant une minute. Ensuite 75 ml d'eau distillée et quelques gouttes d'empois d'amidon sont ajoutées (une couleur violette apparaît). Le mélange obtenu a été titré par une solution de thiosulfate de sodium à 0,01N. Un essai à blanc est effectué simultanément.

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

$$\text{IP (meq d'o}_2\text{/ Kg)} = \text{N (V- V}_0\text{) x 1000 / m}$$

IP : indice de peroxyde en milliéquivalent par kilogramme

N : normalité de Na₂S₂O₃ (0,01).

V₀ : Volume (ml) de Na₂S₂O₃ (0,01N) nécessaire pour titrer l'essai à blanc.

V : Volume (ml) de Na₂S₂O₃ (0,01N) nécessaire pour titrer l'échantillon.

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

II.3 Extinction spécifique dans l'ultra-violet

La méthode consiste à mesurer les absorbances à 232 nm et à 270 nm qui correspondent au maximum d'absorbance des hydroperoxydes et des produits secondaires d'oxydation. La méthode utilisée est celle préconisée par le conseil oléicole international (1996). Un échantillon de 0,25gd'huile filtrée est dissoute dans 25ml de cyclohexane. L'absorbance est mesurée aux deux longueurs d'ondes 232 nm et 270 nm. Les extinctions spécifiques à 232 nm et 270 nm ont été exprimées comme suit :

$$\text{E} = \text{A}_\lambda / \text{C} * \text{S}$$

E : Densité optique à la longueur d'onde λ nm;

A_λ : densité optique à la longueur d'onde λ nm ;

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

S : Epaisseur de la cuve en cm.

II.4 Extraction et dosage des composés phénoliques

II.4.1 Extraction

L'extraction des composés phénoliques selon le protocole de (Favati *et al.*, 1994) consiste de faire passer 10 ml d'hexane à travers la colonne C₁₈ puis 7 ml du méthanol pour l'activer. 1

g d'huile d'olive est dissout dans 10 ml d'hexane, le mélange est élué à travers la colonne d'octadecyle (C₁₈), les composés phénoliques retenus dans la colonne sont élués avec 7 ml de méthanol.

II.4.2 Dosage des polyphénols totaux

La concentration en composés phénoliques est déterminée en utilisant le réactif de Folin-Ciocalteu.

II.4.3 Mode opératoire

La teneur en polyphénols totaux a été déterminée selon la méthode décrite par **Favati et al., 1994**). A 1 ml de l'extrait méthanolique, on ajoute 5 ml d'eau distillée et 0,5 ml de réactif de Folin-Ciocalteu. Après 3 min, un volume de 4 ml de carbonate de sodium à (10%) est ajouté, puis l'ajoute de 9,5 ml d'eau distillée. Après 1 heure à l'obscurité, on mesure l'absorbance à 765 nm contre un témoin. La concentration en phénols est calculée grâce à une courbe d'étalonnage réalisée avec de l'acide gallique comme standard (Annexe 1). Les résultats sont exprimés en mg d'équivalents d'acide gallique par Kg d'huile d'olive.

II.5 Dosage des Caroténoïdes

Une prise d'essai de 7, 5 g d'huile filtrée est dissoute dans 25 ml de cyclohexane. Les absorbances sont lues à 470 nm qui correspondent respectivement aux caroténoïdes (**Minguez-Mosquera et al., 1991**).

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

$$\text{Carot (ppm)} = A_{470} * 106 / 2000 * 100 * I$$

Carot : Teneur en caroténoïdes en ppm ;

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

I : Epaisseur de la cuve (1cm);

2000 : Coefficient spécifique de la lutéine comme standard.

II.6 Dosage des tocophérols

Le dosage des tocophérols est réalisé selon la méthode **d'Abenzoza et al. (2014)**. Une solution d'huile dans de l'hexane est analysée par HPLC (HP série 1100) ayant comme phase reverse une colonne Zorbax SB-C18 (Agilent). Le volume injecté est de 20µl. L'éluion est réalisée avec le mélange acétonitrile/ eau (99:1 v/v) à un débit de 1 ml/min. Un détecteur photodiode matrix (G1315B, série 1100) a été utilisée. Les chromatogrammes sont enregistrés

à 295nm et les résultats sont exprimés en mg de tocophérols/ kg d'huile en se référant à une courbe d'étalonnage d' α tocophérol

II.7 Détermination de la composition en acides gras

Le profil en acide gras a été obtenu à l'aide d'un chromatographe en phase gazeuse couplé à un détecteur à ionisation de flamme (GC-FID) après dérivatisation en esters méthyliques selon la norme ISO 12966-2:2011 (3). En bref, environ 15 mg d'huile ont été vigoureusement mélangés avec 3 ml de n-hexane. Ensuite, 200 μ L de KOH 2 M dans du méthanol ont été ajoutés. Après addition de sulfate de sodium anhydre, le mélange a été centrifugé (5000 tr/min, 5 min) (Heraeus Labofuge A, Hanau, Allemagne) et le surnageant a été transféré dans un flacon d'injection. Une colonne capillaire en silice CP-Sil 88, 50,0 m x 0,25 mm de diamètre intérieur et un film de 0,20 μ m d'épaisseur de Varian (Middelburg, Pays-Bas) et un détecteur à ionisation de flamme (Shimadzu, Tokyo, Japon) à 270 °C ont été utilisés. Les analyses ont été réalisées en utilisant de l'hélium (3,0 mL/min) comme gaz vecteur et en appliquant le programme de température suivant : 120 °C maintenu pendant 5 min, 2 °C/min à 160 °C maintenu pendant 2 min et 2 °C/min à 220 °C maintenu pendant 10 min. Le volume d'injection était de 1,0 μ L. Les esters méthyliques ont été identifiés par comparaison avec un mélange standard (FAME 37, Supelco, Bellefonte, PA, USA). Les données ont été analysées sur la base des zones de pic relatives. Les résultats de FA ont été exprimés en pourcentage relatif.

La valeur d'oxydabilité (Cox) a été calculée sur la base de la quantité d'acides gras insaturés à 18 carbones selon la formule de **Fatemi et Hammond (1980)** :

$$\text{Cox} = [1(18 : 1\%) \ 10.3 (18 : 2\%) \ 21.6(18 : 3\%)] / 100$$

II.8 Détermination de la stabilité oxydative au Rancimat

La stabilité des huiles est déterminée selon EN ISO14112 (CEN, 2003), à l'aide d'un appareil Rancimat Metrohm 743 (Metrohm suisse). Un flux d'air fixé à 10 l/h traverse un échantillon d'huile de 3g chauffé à 110°C. La période d'induction exprimée en heures correspond au temps écoulé entre le début de la mesure et le moment où la formation de produits d'oxydation commence à augmenter rapidement (Point d'inflexion de la courbe de conductivité), entre autre le temps pendant lequel la matière grasse a résisté à un stress oxydatif.

III Analyse statistique

Une analyse de variance (ANOVA) et le test de Newman -Keuls ont été réalisés en utilisant le logiciel STATISTICA 5.0. Le degré de signification des résultats a été pris à la probabilité $p < 0.05$. Les corrélations sont réalisées avec le même logiciel.

Chapitre 2 : Résultats et discussion

I. Les indices de qualité

Les huiles d'olive sont classées selon certains indicateurs de base spécifiés par la COI du Conseil oléicole international, 2019, tels que l'acidité libre, les valeurs de peroxyde PV et les coefficients d'extinction UV spécifiques. K_{232} , K_{270} . Ces indices sont considérés comme des indicateurs de qualité essentiels et impératifs pour la classification de la qualité de l'huile d'olive.

I.1 Acidité libre

L'acidité libre de l'huile d'olive des différentes variétés est donnée dans la figure 8.

D'après les résultats obtenus, nous avons constaté que tous les variétés avaient une acidité $\leq 0,39\%$, nos huiles d'olive ont été classées comme "huile d'olive extra-vierge". Nos résultats sont inférieurs à la normale établie par COI ($A\% \leq 0,8\%$) (COI, 2019).

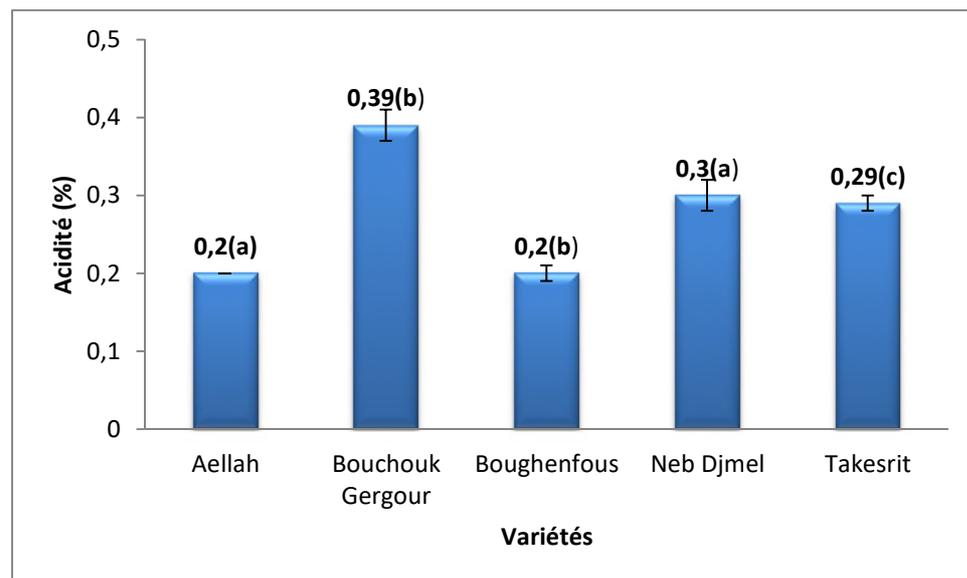


Figure 8 : Acidité libre de l'huile d'olive de différentes variétés.

Les résultats sont donnés sous forme de moyenne d'analyses en triple. Des lettres différentes indiquent des différences significatives à $p < 0,05$.

Selon **El Antari et al., (2000)**, dans les conditions où les olives sont récoltées à la main et transformées directement sans procéder au stockage, l'acidité de l'huile ne devrait guère dépasser 0,5 %, ce qui est le cas de nos huiles extraites des quatre variétés étudiées.

I.2 Indice de peroxyde

D'après les résultats obtenus (figure 9), nos huiles répondent aux normes du COI (2019) qui recommande un indice de peroxyde inférieur ou égale à 20 meq d'O₂/kg.

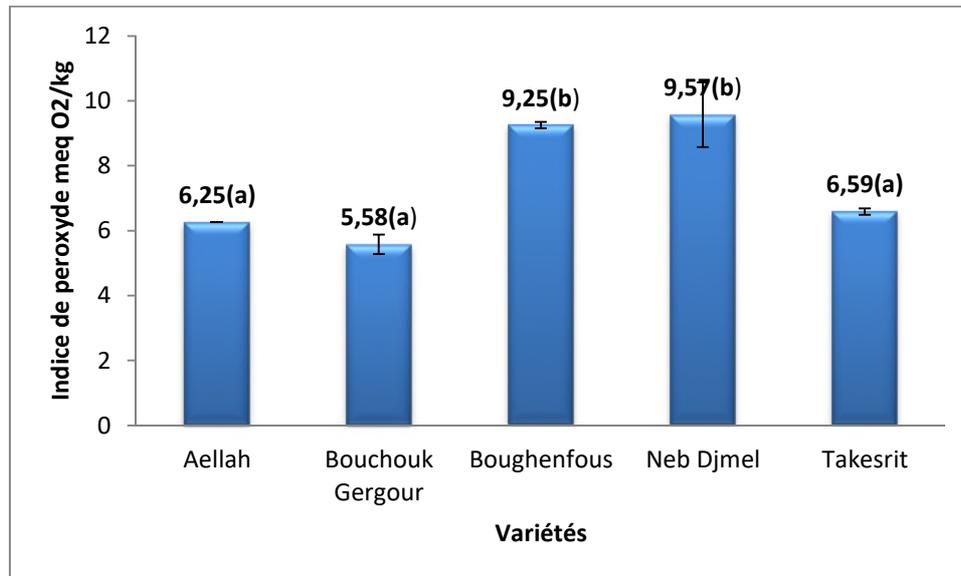


Figure 9: Indice de peroxyde de l'huile d'olive des différentes variétés

Les résultats sont donnés sous forme de moyenne d'analyses en triple. Des lettres différentes indiquent des différences significatives à $p < 0,05$.

L'indice de peroxyde est affecté significativement par la variété ($p < 0,05$). Deux groupes homogènes sont relevés, le premier est représenté par Aellah, Bouchouk Gergour et Takesrit, le second regroupe Boughenfous et Neb Djmel. Cet indice varie de 5,58 meq O₂/Kg pour l'échantillon de Bouchouk- Gergour à 9,57 O₂/Kg pour Neb-djmel.

Ces valeurs de l'indice peroxyde montrent que les huiles de toutes les variétés ont été extraites rapidement après la récolte de l'olive. Ces résultats sont inférieurs aux valeurs trouvées par **Boulfane et al. (2015)** qui variaient entre 10,96 et 18,7 meq O₂/kg d'huile olive pour huit variétés de l'huile d'olive de la région Chaouia-Maroc.

L'indice de peroxyde est influencé par des phénomènes naturelles (par exemple des températures en dessous de zéro, la sécheresse, etc.), des olives mal récoltées, un mauvais traitement pendant le broyage, et enfin des conditions de stockage prolongées, exposition de l'huile à la lumière ou à des sources de chaleur (**Amelio, 2003**).

I.3 L'extinction spécifique

D'après les résultats (figure 10), le coefficient d'extinction spécifique K_{232} de toutes les variétés analysées présentent des valeurs conformes aux normes établies par le C.O.I (2019) ($K_{232} \leq 2.5\text{nm}$) pour une huile d'olive extra vierge. Même cas pour le coefficient d'extinction spécifique K_{270} toutes les variétés présentes des valeurs conformes aux normes établies par le (COI, 2019) pour les huile d'olive extra vierge $K_{270} \leq 0.22\text{nm}$

En effet, l'extinction spécifique à K_{232} et à K_{270} d'une huile peut être considérée comme une image de son état d'oxydation. Plus son extinction à K_{232} est forte, plus elle est peroxydée. De même plus l'extinction à K_{270} est forte, plus elle est riche en produits d'oxydation secondaires et traduit une faible aptitude à la conservation (Boulfane *et al.*, 2015).

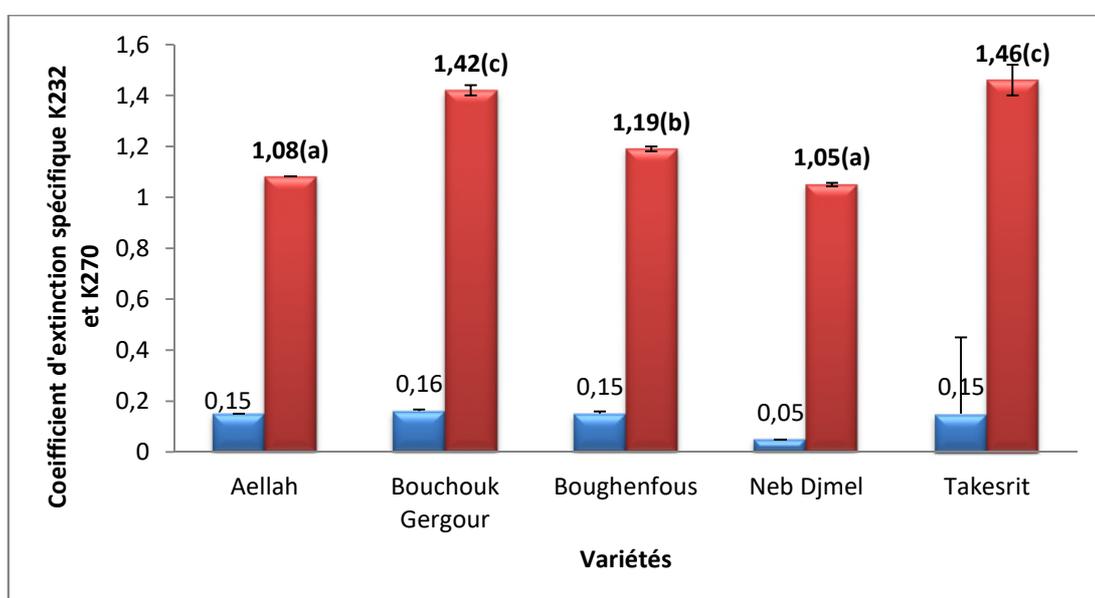


Figure 10 : Extinction spécifique K_{270} et K_{232} de l'huile d'olive de différentes variétés

Les résultats sont donnés sous forme de moyenne d'analyses en triple. Des lettres différentes indiquent des différences significatives à $p < 0,05$.

II. Les antioxydants et la stabilité oxydative de l'huile d'olive

II.1 Composés phénoliques

Les résultats obtenus (figure 11) montrent que les composés phénoliques dépendent de la variété ($p < 0,05$). Les variétés étudiées renferment une quantité appréciable de composés phénoliques. L'huile d'olive vierge de la variété Bouchouk-Guergour est celle qui renferme moins de phénols totaux (366,72 mg/Kg). Cependant, les HOV des variétés Aellah, Boughenfous et Takesrit ont les valeurs moyennes en phénols totaux élevées qui sont

Résultats et Discussion

respectivement de 973,26, 857,17 et 856,38 mg/Kg. Neb-djmel renferme une teneur intermédiaire (575,74 mg/Kg).

Les teneurs de nos huiles en composés phénoliques sont appréciables comparativement aux variétés espagnoles dont les teneurs dépendent de la variété. **Gomez-Rico et al. (2007)** ont étudié le profil phénolique des olives et des HOV de plusieurs variétés : Arbequina, Cornicabra, Morisca, Picual et Pico Limón. Les valeurs moyennes de phénols totaux les plus basses étaient dans les huiles de Pico Limón (198,8 mg/kg), suivies par Arbequina (311,7 mg/kg), les valeurs les plus élevées étaient dans les huiles de Cornicabra (1598,3 mg/kg) et Picual (905,7 mg/kg). L'huile de Morisca renfermait une teneur de 426,0 mg/kg.

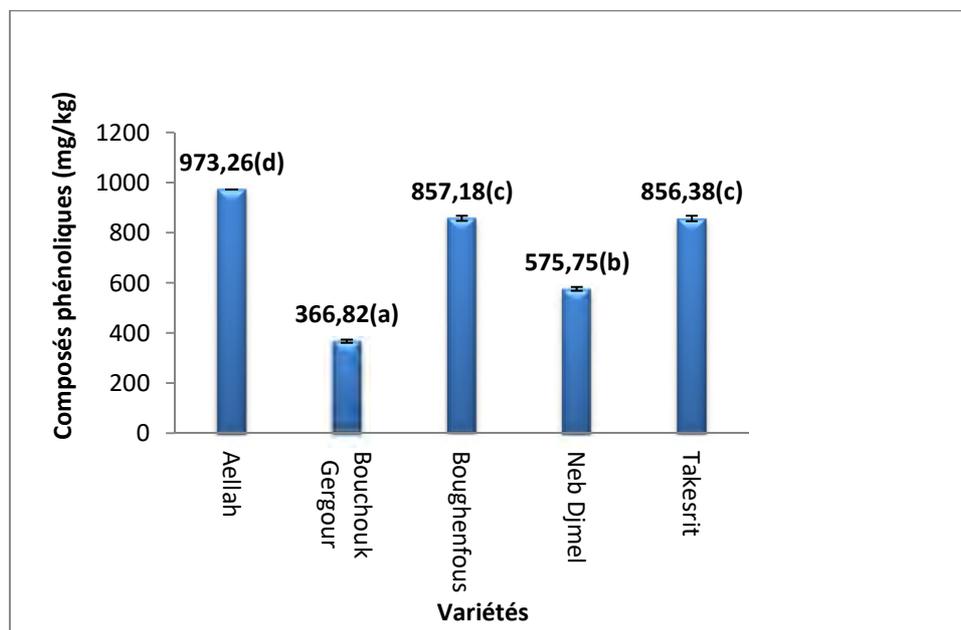


Figure 11: Teneur en composés phénoliques totaux de l'huile d'olive des différentes variétés

Les résultats sont donnés sous forme de moyenne d'analyses en triple. Des lettres différentes indiquent des différences significatives à $p < 0,05$.

Selon **Tous et al., (2014)**, la variété a une influence majeure, jusqu'à 78%, sur la concentration en phénols dans l'huile d'olive extra-vierge. Cependant, il ne faut pas oublier la composition en phénols dépend de paramètres autres que la variété et les conditions agroclimatiques, comme la maturité du fruit, les procédés d'extraction, etc. (**Talhaoui, 2016**).

D'après **Boskou et al., (2006)**, les olives saines récoltées, lorsque la couleur de l'épiderme change du vert pâle au marron foncé, rapidement transportées au moulin, broyées et pressées

immédiatement avec un matériel propre à une température inférieure à 30°C conduisent à une huile d'olive de haute qualité, riche en composés phénoliques.

II.2 Caroténoïdes

Les résultats obtenus (figure 12), montrent que la variété **Aellah** présente une concentration plus importante en caroténoïdes, de l'ordre de 13.5 mg/kg par rapport aux autres variétés Takesrit, Boughenfous et Neb-Djmel, Bouchouk–guergour qui présentent des concentrations en caroténoïdes de 10,37 mg/kg, 10,09 mg/kg et 5,15 mg/kg respectivement. Nos résultats sont proches des variétés Algériennes analysées par (Oudana *et al.*, 2017).

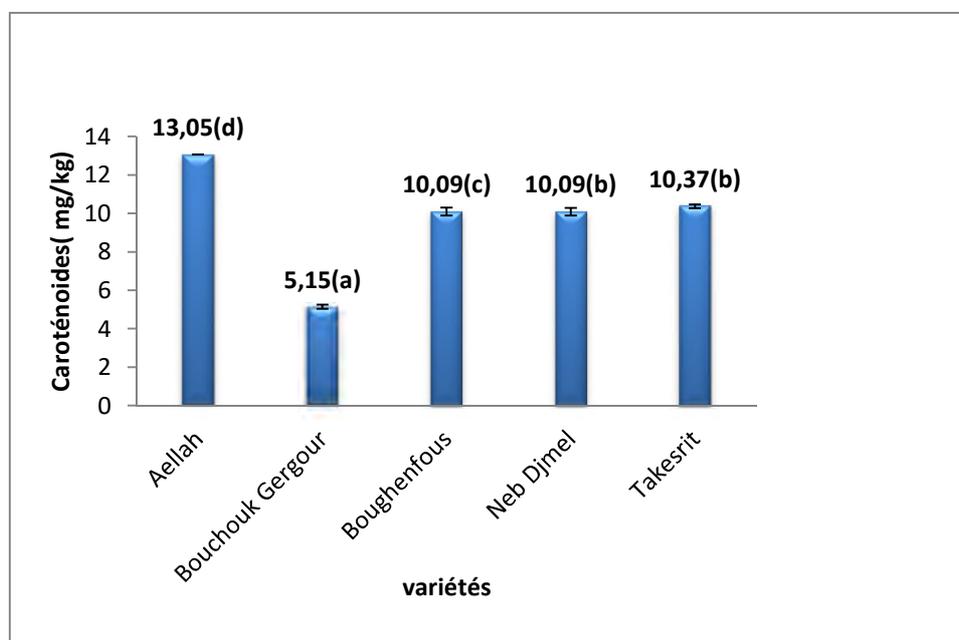


Figure 12: Caroténoïdes de l'huile d'olive des différentes variétés

Les résultats sont donnés sous forme de moyenne d'analyses en triple. Des lettres différentes indiquent des différences significatives à $p < 0,05$.

Selon **Lazzer *et al.*, (2006)**, les carotènes sont des substances chimiques naturelles impliquées dans les mécanismes d'oxydation de l'huile, leur présence en quantité suffisante dans l'huile permet de retarder le phénomène de la photo oxydation et de préserver les paramètres de qualité de l'huile au cours du stockage. Par ailleurs, des recherches ont démontré que les pigments caroténoïdes sont facilement dégradés en présence de la lumière et de températures élevées et au cours de la maturation des olives ou il existe une régression très rapide de la teneur en carotènes (**Lazzer *et al.*, 2006**).

II.3 Tocophérols totaux

Les résultats obtenus (figure 13, Annexe 2) montrent que la variété affecte significativement la teneur en tocophérols ($p < 0,05$). Néanmoins des différences non significatives sont notées entre Neb-djmel et Takesrit. Les teneurs en tocophérols dans nos huiles variaient de 332,29 mg/kg (Bouchouk guergour) à 603,47 mg/kg (Aellah). Elles sont importantes par rapport à ceux qui sont rapporté dans la bibliographie. Cette richesse pourrait constituer un élément de la qualité des huiles d'olive algériennes. La teneur des huiles d'olive vierges varie de 97 à 785 mg/kg (Beltran *et al.*, 2012 ; Arslan *et al.*, 2013 ; Jukić Pika *et al.*, 2015), de 163 à 510 mg/kg dans les huiles espagnoles (Beltran *et al.*, 2012), 98–370 mg/kg dans les huiles grecques (Boskou, 2006), 97–403 mg/kg dans les huiles de Turquie (Arslan *et al.*, 2013), 120–478 mg/kg dans les huiles de Tunisie (Baccouri *et al.*, 2008) et 138–298 mg/kg dans les huiles portugaises (Matos *et al.*, 2007).

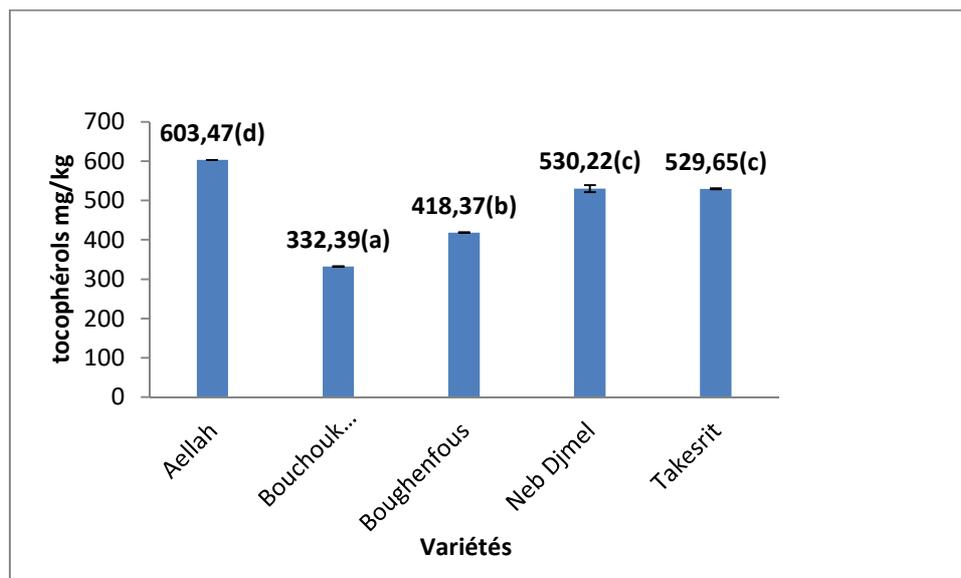


Figure 13: Teneur en tocophérols totaux de l'huile d'olive des différentes variétés

Les résultats sont donnés sous forme de moyenne d'analyses en triple. Des lettres différentes indiquent des différences significatives à $p < 0,05$.

Les tocophérols contribuent à la stabilité oxydative et à la qualité nutritionnelle de l'huile (Douzane et Bellal, 2005). Les teneurs en tocophérols dans l'huile d'olive sont significativement dépendantes de la variété de l'olive et de sa maturité ainsi que des conditions et la durée de la conservation de l'huile (Gimeno *et al.*, 2002).

II.4 Les acides gras

Le profil des acides gras (% en poids d'esters méthyliques), les sommes des acides gras saturés (AGS), monoinsaturés (AGMI) et polyinsaturés (AGPI) et les rapports AGMI/AGPI et AGPI/ AGS sont présentés dans le tableau VI et VII. La variété affecte significativement ($p < 0,05$) la composition en acides gras. Le profil des acides gras des huiles étudiées contenait principalement de l'acide oléique suivi des acides palmitique et linoléique (annexe 3).

L'acide oléique comme acide gras majeur variait entre 61,047% (Bouchouk-guergour) et 76,27% (Boughenfous). Aellah renfermait une teneur de 74,32 %. Le deuxième acide gras était l'acide palmitique (à l'exception de la variété Bouchouk-guergour) avec des valeurs comprises entre 14,3 (Boughenfous) et 17% (Takesrit). L'acide linoléique comme acide gras polyinsaturé variait de 4,51% (Boughenfous) à 16,98 % (Bouchouk-guergour). L'huile de cette dernière est plus riche en C18 :2 qu'en acide palmitique. L'acide linoléique C18 :3 est présent à des teneurs inférieures à 1 %, l'huile de la variété Bouchouk-guergour renferme la teneur la plus élevée (0,92%). Les acides gras restants ont été détectés en plus petites quantités.

Pour faciliter la comparaison des huiles d'olive de différentes variétés, nous avons regroupé les acides gras selon leur degré d'insaturation, et étudié les rapports entre eux (tableau VII). La plus grande teneur en acides gras mono-insaturés (AGMI) a été trouvée dans les huiles des variétés Boughenfous (77,64%) et Aellah (76,33%), tandis que Bouchouk-guergour avait les valeurs les plus basses (62,1%). Concernant les acides gras polyinsaturés (AGPI), les valeurs les plus élevées ont été enregistrées par Bouchouk-guergour (17,91%). Les deux variétés Takesrit et Neb-djmel présentaient des valeurs similaires (11,33%). A partir des valeurs de ces groupes d'acides gras, nous avons calculé les relations entre eux et nous avons constaté que le rapport AGMI/AGPI permettait à la variété Bouchouk-guergour d'être caractérisée comme ayant des valeurs faibles, tandis que Aellah et Boughenfous auraient les valeurs les plus élevées, laissant les variétés Takesrit et Neb-Djmel comme groupe intermédiaire. L'indice Cox (oxydabilité) qui tient compte des différents acides gras insaturés (oléique, linoléique et linoléique) a permis de réaliser un meilleur regroupement des variétés analysées. Les résultats que nous avons obtenus pour les différentes variétés sont cohérents avec ceux publiés par d'autres chercheurs (**Sánchez-Casas, 2003 ; 2015**). La variété a une influence majeure, plus de 70%, sur la concentration en acides gras de l'huile d'olive (**Tous *et al.*, 2014**).

II.5 La stabilité

L'évaluation de la stabilité thermique des corps gras peut répondre à plusieurs objectifs tels que l'évaluation de l'efficacité des antioxydants, la résistance d'une matière grasse à l'oxydation et la détermination de la durabilité d'un corps gras. La stabilité de nos variétés est présentée dans la figure 14. Des différences significatives ($p < 0,05$) sont notées entre les différentes variétés.

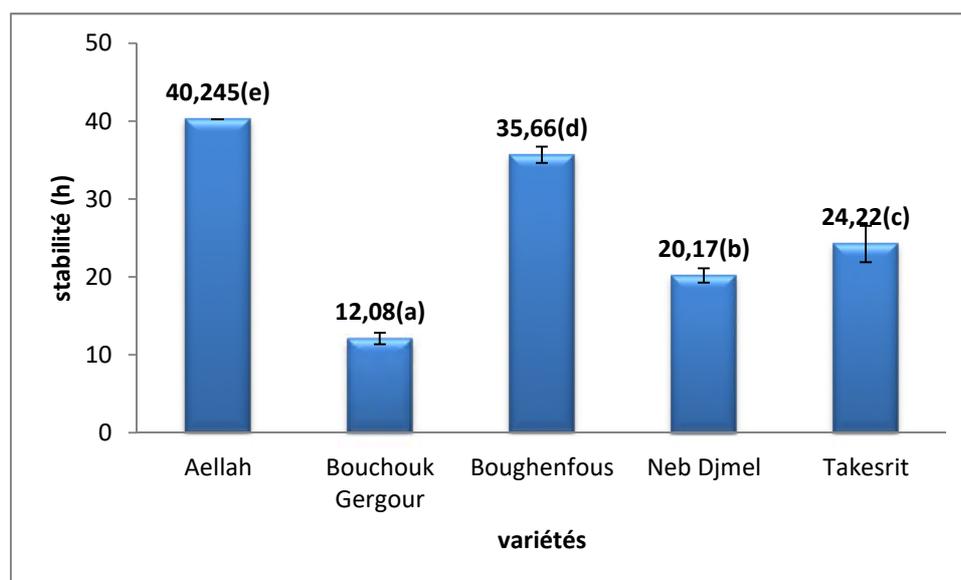


Figure 14: Stabilité oxydative de l'huile d'olive des différentes variétés

Les résultats sont donnés sous forme de moyenne d'analyses en triple. Des lettres différentes indiquent des différences significatives à $p < 0,05$.

Le temps d'induction maximal est enregistré pour la variété Aellah (40,245h), ce résultat peut être expliqué par sa richesse en substances antioxydantes, cette variété présente une teneur importante en composés phénoliques et en tocophérols (973,26mg/kg et 603,47mg/kg respectivement). Le faible temps d'induction (12,08h) est noté pour la variété Bouchouk qui renferme, parmi les variétés, les plus faibles teneurs en composés phénoliques et en tocophérols (366,82mg/kg et 332,39mg/kg respectivement). Boughenfous, Takesrit et Neb-djmel présentaient des temps d'induction de 35,66 h 24,22 et 20,17 heures respectivement (Annexes .4; 5; 6; 7; 8)

Nos résultats sont supérieurs à ceux obtenus par **Del Carlo et al., (2004)** qui ont déterminé la stabilité oxydative de 22 huiles d'olive extra-vierges extraites à partir de plusieurs variétés italiennes et croates, variant de 5 à 24,4 heures en utilisant les mêmes conditions d'analyse (110 °C, débit d'air 10 L/h). Ils sont aussi supérieurs à ceux de **Ceci et Carelli (2007)** qui ont

déterminé l'indice de stabilité oxydative (OSI) de 37 huiles d'olives différentes cultivées dans différentes conditions climatiques à travers l'Argentine. Les OSI des cultivars étudiés variaient de 6,7 à 19,2 h à 110°C. Récemment **Banco et al. (2021)** ont noté des valeurs plus faibles pour la variété la plus répandue en Argentine « Arauco » (10,4 h).

Selon les normes iraniennes, l'indice de stabilité oxydative (OSI) approprié pour l'huile de cuisson domestique est de 15 h à 110 °C (**Anonyme, 2011**). Par conséquent, nos huiles à l'exception de celle de Bouchouk-guergour peuvent être suggérées pour la cuisine domestique.

III. Relation entre la stabilité oxydative et les différentes variables

En considérant tous les échantillons obtenus sans discrimination par variété nous avons trouvé que la stabilité oxydative était clairement corrélée avec les teneurs en acides oléique ($R = 0,94$, $p < 0,051$), linoléique ($R = -0,95$, $p < 0,05$) et linoléique ($-0,87$, $p < 0,05$) (tableaux VIII et Annexe 9).

Les AGMI, AGPI et leur rapport sont aussi significativement corrélés à la stabilité oxydative. De faibles valeurs d'oxydation (valeur d'oxydabilité Cox:) sont une indication d'une stabilité oxydative plus élevée des huiles. Cet indice qui tient compte des différents acides gras insaturés à 18 carbones (oléique, linoléique et linoléique) est corrélé négativement avec la stabilité oxydative ($-0,95$, $< 0,05$). Des résultats similaires ont été notés par **Banco et al., (2021)**. Une relation positive et plus étroite a été trouvée entre la stabilité oxydative le rapport AGMI /AGPI ($r^2=0,96$) qu'entre la stabilité oxydative et le rapport AGI/AGS ($r^2=0,66$). **Bhatnagar et al. (2009)** ont déterminé que la stabilité oxydative est corrélée négativement aux AGPI. Selon **Emmanouilidou et al. (2021)**, les huiles d'olive vierges ont montré une corrélation plus élevée de la stabilité oxydative avec le rapport C18 :1/C18 :2 ($r = 0,80$, $p < 0,0001$) qu'avec le contenu phénolique total ($r = 0,436$, $p < 0,05$).

En rapportant la stabilité oxydative aux teneurs des différents antioxydants et leur somme, on remarque qu'avec les composés phénoliques totaux, on obtient des coefficients de Pearson élevés ($R = 0,91$, $p < 0,05$), légèrement supérieur aux coefficients de Pearson obtenus avec les teneurs en caroténoïdes ($R = 0,87$, $p < 0,05$), alors qu'on enregistre une corrélation plus faible avec les tocophérols totaux ($0,57$, $p < 0,05$). **Aparicio et al. (1999)** ont utilisé le Rancimat pour déterminer la stabilité de l'huile et ont trouvé une relation étroite entre la stabilité de

l'huile d'olive vierge, les teneurs phénoliques et tocophéroliques et le rapport acide oléique/acide linoléique.

Les composés phénoliques sont connus pour leurs actions antioxydantes. Ils agissent comme des briseurs de chaîne d'oxydation, réagissant avec les radicaux libres pour former des radicaux inactifs, et interrompant ainsi la chaîne de propagation. En fait, ces composés sont capables de donner un électron ou un atome d'hydrogène au radical libre pour sa stabilisation, le transformant en un radical phénoxy par la relocalisation d'un électron non apparié. Les phénols peuvent aussi jouer le rôle de « scavengers ». Ils peuvent capturer les radicaux libres, en se combinant avec les radicaux peroxy et alcoxy, et peuvent chélater les métaux traces.

Bendini *et al.* (2007) ont passé en revue plusieurs études qui ont montré que l'oleuropéine et ses dérivés sont de meilleurs antioxydants que la vitamine E, l'hydroxytoluènebutylé (BHT) et d'autres antioxydants synthétiques.

La présence de phénols hydrophiles dans les huiles d'olive et leur activité antioxydante prononcée peuvent s'expliquer par le « paradoxe polaire ». Cela indique que les antioxydants polaires sont plus efficaces dans les lipides non polaires, mais que les antioxydants apolaires sont plus efficaces dans les émulsions lipidiques polaires. **Frankel (1996)** avait décrit les antioxydants hydrophiles, tels que les phénols polaires, dans une matrice huileuse comme étant orientés vers l'interface air-huile, devenant plus protecteur contre l'oxydation que les antioxydants lipophiles, tels que les tocophérols, qui restent dans la matrice.

Bien que l' α -tocophérol soit considéré comme l'antioxydant lipophile le plus pertinent des huiles, plusieurs chercheurs ont rapporté une activité antioxydante plus faible que le simple phénol hydroxytyrosol (**Baldioli *et al.*, 1996 ; Mancebo-Campos *et al.*, 2014**). Cela peut s'expliquer par le « paradoxe polaire antioxydant », qui stipule que les antioxydants hydrophiles sont souvent moins efficaces dans les émulsions huile dans eau que les antioxydants lipophiles, alors que les antioxydants lipophiles sont moins efficaces dans les huiles en vrac que les antioxydants hydrophiles (**Frankel *et al.*, 1994**).

De nombreuses études ont tenté de définir la contribution de chaque constituant à la stabilité oxydative mais ont finalement déduit que la stabilité est modulée par le comportement spécifique du cultivar soutenu par la contribution de composés mineurs (**Aparicio *et al.*, 1999; Krichene *et al.*, 2010 ; Montaña *et al.*, 2016**). Les différences inter-

Résultats et Discussion

cultivars dans la stabilité oxydative sont formulées par les divers profils d'acides gras et les constituants antioxydants des HOV (Aparicio *et al.*, 1999 ; Montañaño *et al.*, 2016).

Tableau VIII : Corrélation entre la stabilité oxydative et les différents caractères physico-chimiques

| Corrélations significatives marquées à $p < ,05000$ | |
|---|-----------|
| N=10 (Suppression des observ. à VM) | |
| | Stabilité |
| VAR1 | -0,33 |
| Acidité | -0,95* |
| Indice de Peroxyde | 0,18 |
| UV270 | -0,25 |
| UV232 | -0,51 |
| Composé phénoliques (CPT) | 0,91* |
| Caroténoïdes (Car) | 0,88* |
| Tocophérols (TOC) | 0,57 |
| CAR +TOC | 0,58 |
| CAR + CPT | 0,91* |
| TOC + CPT | 0,87* |
| TOC+CAR+CPT | 0,87* |
| C16 :0 | -0,83 |
| C16 :1 | 0,54 |
| C17 :0 | 0,35 |
| C18 :0 | -0,40 |
| C18 :19 | 0,92* |
| C18 :7 | 0,45 |
| C18 :1 (Total) | 0,94* |
| C18 :2 | -0,95* |
| C20 :0 | -0,16 |
| C18 :3 | -0,87* |
| C20 :1 | -0,17 |
| C22 :0 | 0,23 |
| C24 :0 | 0,22 |
| AGS | -0,83* |
| AGMI | 0,95* |
| AGPI | -0,95* |
| COX | -0,95* |
| AGMI/AGPI | 0,94* |
| AGPI/AGS | -0,96* |

Les valeurs en rouge sont significatives à $p < 0,05$.

CPT : Composés phénoliques ; ; Car :Caroténoïdes TOC :Tocophérols

AGS : acides gras saturés ; AGMI : acide gras monoinsaturés ; AGPI : acides gras polyinsaturés ; Cox : Oxydabilité.

Conclusion

Le présent travail avait pour objectif l'étude des indices de qualité, la composition en acides gras (FA) et antioxydants (composés phénoliques totaux, tocophérols, caroténoïdes et la stabilité oxydative (OS) de l'huile d'olive de cinq variétés d'olives (Aellah, Bouhouk-guergour, Boughenfous, Neb-djmel et Takesrit) cultivées au niveau de la ferme pilote de L'ITAFV de Takerietz (Bejaia). Les olives étant récoltées à la ferme pilote de l'ITAFV de Takerietz). Sur la base des indices de qualité étudiés (acidité, Indice de peroxyde, K_{232} et K_{270}), les huiles d'olive des différentes variétés appartiennent à la catégorie extra-vierge. Boughenfous et Aellah possèdent des teneurs élevées en acide oléique (> 74,0%), tandis que l'huile de Bouhouk-Guergour renferme une teneur élevée en acide linoléique (> 16,98%). En ce qui concerne la teneur en phénols, des valeurs appréciables ont été trouvées dans les variétés Aellah, Boughenfous, Takesrit et Neb-Djmel. Bouhouk-Guergour est la moins riche parmi les variétés étudiées. Nos huiles renferment des quantités importantes en tocophérols, ce qui peut être un atout pour leur qualité.

Il a été constaté que la stabilité oxydative dépendait fortement de la variété. La stabilité oxydative est appréciable presque pour l'ensemble des variétés. Elle était plus élevée dans les huiles de Aellah (40,24 h) et Boughenfous (35,66 heures), et plus faible dans Bouhouk-guergour (12,08 h). Les huiles de Takesrit et Neb-djmel présentent des valeurs intermédiaires. En mettant en relation les phénols, les tocophérols, les caroténoïdes et les AG avec la stabilité oxydative, il a été observé que, la composition en acides gras notamment les acides oléique et linoléique, les composés phénoliques, et les caroténoïdes constituent les éléments les plus influents. Les résultats montrent que la résistance de l'huile d'olive vierge à l'oxydation dépend non seulement du profil acides gras ou phénolique, mais aussi de l'interaction de ces composés.

Globalement les résultats de cette étude montrent que l'huile d'olive de nos variétés présente des stabilités oxydatives très intéressantes, ce qui reflète leur richesse en acide oléique et différents antioxydants. Les teneurs élevées en composés phénoliques, en acides gras mono-insaturés, en particulier en acide oléique, et en α -tocophérol de l'huile d'olive vierge protègent l'huile de l'oxydation et lui confèrent toutes les vertus nutritionnelles et thérapeutiques. Ces résultats contribueront certainement à la valorisation de nos huiles extra-vierges sur le marché. Il serait souhaitable d'étaler le travail à l'ensemble des variétés du verger oléicole algérien.

Références bibliographiques

A

- **Abenoza, M., Benito, M., Oria, R., Sánchez-Gimeno, A. C. (2014).** Quality characterization of the olive oil from Var. Tosca 07® grown in a commercial high density orchard. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 91(4), 613–622.
- **Amelio, M. (2003).** Caractéristiques chimiques et physiques des huiles d'olive; Organizzazione Nazionale Assaggiatori Olio di Oliva ; ONA OO.
- **Angerosa, F., Mostallino, R., Basti, C., Vito, R. (2001).** Influence of malaxation temperature and time on the quality of virgin olive oils. *Food Chemistry*, 72, 19-28.
- **Angerosa. (2000).** Qualité sensorielle des huiles d'olive. In: *Handbook of olive oil: analysis and properties*, ed. J. Harwood , R. Aparicio. Aspen Publications, Gaithersburg, MD.
- **Anonymous. (2011).** Frying Oil: Specifications and Test Methods. No 4152, Iranian National Standard.
- **Aparicio, R., Roda, L. Albi, M. A., Gutierrez, F. (1999).** Effect of various compounds on virgin olive oil stability measured by Rancimat. *Journal Agricultural Food Chemistry* 47, 4150-4155.
- **Aruoma, O. I., Spencer ,J. P. E., Rossi, R., Aeschbach ,R., Khan, A., Mahmood, N., andHalliwell ,B. (1996).** An evaluation of the antioxidant and antiviral action of extracts of rosemary and Provençal herbs. *Food and Chemical Toxicology*, 34; 449-456.
- **Assmann, G., Wahrburg, U. (2008).** Effets des composés mineurs de l'huile d'olive sur la santé (2ème partie).

B

- **Baccouri, O., Guerfel, M., Baccouri, B., Cerretani, L., Bendini, A., Lercker, G., Zarrouk, M., Daoud, B., Miled, D. (2008).** Chemical composition and oxidative stability of Tunisian Monovarietal virgin olive oils with regard to fruit ripening. *Food Chemistry*, 109 (4), 743–754.

- **Baldioli, M., Servili, G., Perretti, G., Montedoro, G.F. (1996).** Antioxidant activity of tocopherols and phenolic compounds of virgin olive oil. *Journal Agricultural Food Chemistry*, 73, 1589–1593.
- **Banco, AP., Puertas, CM., Trentacoste, ER., Monasterio, RP. (2021).** Oil quality characterization of the Arauco variety in the main olive growing areas of Mendoza (Argentina). *Grasas Aceites*, 72 (4), e429.
- **Beltrán, G., Jiménez, A., del Rio, C., Sánchez, S., Martínez, L., Uceda, M., Aguilera, MP. (2010).** Variability of vitamin E in virgin olive oil by agronomical and genetic factors. *Journal Food Composition Analysis*, 23(6), 633–639.
- **Beltran, G., Del Rio, C., Sanchez ,S., Martínez, L. (2004).** Influence of harvest date and crop yield on the fatty acid composition of virgin olive oils from cv. Picual. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52, 3434-3440.
- **Ben Hassine, K., Bouchoucha, S., Kamoun, N. (2007).** Impact de la variété et du système d'extraction de l'huile d'olive sur les préférences consommateurs. Institut de l'olivier de Sfax, Institut National Agronomique en Tunisie.
- **Ben Tekaya, I., Hassouna, M. (2005).** Etude de la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge extra tunisienne au cours de son stockage. *Oléagineux Corps gras Lipides*, 12, 447-453.
- **Bendini, A., Cerretani, L., Vecchi, S., Carrasco-Pancorbo, A., Lercker, G. (2006).** Protective effects of extra virgin olive oil phenolics on oxidative stability in the presence or absence of copper ions. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 54, 4880-4887.
- **Bendini, A., Cerretani, L., Carrasco-Pancorbo, A., Gómez-Caravaca, A.M., Segura-Carretero, A., Fernández-Gutiérrez, A., Lercker, G. (2007).** Phenolic molecules in virgin olive oils: A survey of their sensory properties, health effects, antioxidant activity and analytical methods. An overview of the last decade. *Molecules*, 12, 1679–1719.
- **Berset, C. (2006).** Antioxydants phénoliques, structure, propriétés et sources végétales, in Sarni-Manchado, Cheyner V. *Les polyphénols en agroalimentaire*, Lavoisier (Paris), Editions Tec et Doc, 265-290.

- **Bhatnagar, A.S., Prasanth Kumar, P.K., Hemavathy, J., Gopala Krishna, A.G. (2009).** Fatty Acid Composition, Oxidative Stability, and Radical Scavenging Activity of Vegetable Oil Blends with Coconut Oil. *Journal American Oil Chemist's and Society*, 86,991–999.
- **Bondet, V., Brand-Williams, W., Berset, C. (1997).** Kinetics and Mechanisms of Antioxidant Activity using the DPPH Free Radical Method. *LWT-Food Science and Technology*, 30, 609-615.
- **Boskou, D. (2000).** Olive oil In Mediterranean Diets. *World Review. Nutrition Diets* Simopoulos A. and Visioli F., Eds., Karger Press, Basel, 56-77.
- **Boskou, D. (2006).** Olive oil, Chemistry and Technology. Second ed. Champaign, SAD: AOCS Press; 2006.
- **Boulfane, S., Maata, N., Anouar, A., Hilali, S. (2015).** « Caractérisation physicochimique des huiles d'olive produites dans les huileries traditionnelles de la région de la Chaouia-Maroc ». *Journal of Applied Biosciences*, 87 (1), 8022–8029.
- **Bruneton, J.(1999).** Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales. Techniques et Documentation. 3ème Ed. Lavoisier. Paris, 199-388.

C

- **C.E.E. 2568/91. Communauté Economique Européenne. Règlement (CEE) N 2568/91 de la commission du 11juillet 1991.** Relatif aux caractéristiques des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive ainsi qu'aux méthodes d'analyse y afférentes.
- **Çavusoglu, oktar A.(1994).** Les effets des facteurs agronomiques et les conditions de stockage avant la mouture sur la qualité de l'huile d'olive. *Olivae*, 52, 18-24.
- **Ceci, L.N., Carelli, A.A. (2007).** Characterization of Monovarietal Argentinian Olive Oils from New Productive Zones. *Journal American Oil Chemist's and Society*, 84, 1125-1136.
- **CEN.(2003).** European Committee for Standardization. EN 14112:2003: Fat and Oil Derivatives: Fatty Acid Methyl Esters (FAME): determination of oxidative stability (accelerated oxidation test). Brussels, 2003.

- **Chimi H. (2006).** Technologies d'extraction de l'huile d'olive et de gestion de sa qualité. Bulletin mensuel d'Information et de Liaison du Programme National de Transfert de Technologie en Agriculture PNTTA, 141- 1-4.
- **COI. (2003).** Classification des huiles d'olive. Normes internationales applicables à l'huile d'olive et à l'huile de grignon d'olive. Conseil Oléicole International.
- **COI. (2019).** Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. COI/T.15/NC N° 3/Rév. 14 Novembre 2019, 19p
- **Conseil Oléicole International Analyse spectrophotométrique dans l'ultraviolet. (1996).** Conseil Oléicole International/T20/ Doc 19 6 juin 1996, Madrid. Espagne.

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.
- **Del Carlo ,M., Sacchetti ,G., Di Mattia, C., Compagnone, D., Mastrocola, D., Liberatore, L., Cichelli, A. (2004).** Contribution of the phenolic fraction to the antioxidant activity and oxidative stability of olive oil. Journal Agricultural Food Chemistry, 30, 52(13), 4072-9.
- **Di Giovacchino, L., Mucciarella, N., Constantini, N., Ferrante ,M.L., Surricchio ,G. (2002).** Use of nitrogen to improve stability of virgin olive oil during storage. Journal of the American Oils Chemists' Society, 79, 339- 344.
- **Douzane, M., Bellal, M.M. (2005).** Contribution à la caractérisation des huiles de quelques variétés, populations d'olive algériennes: étude de quelques composés mineurs de la fraction insaponifiable. Olivae, 103, 33-41.

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 chimiques de l'huile d'olive vierge extra au Maroc. Olivae, 80, 29-36.

- **Esterbauer ,H., Dieber-Rotheneder, M., Striegl, G., Waeg ,G. (1991).** Role of Vitamin E in Preventing the Oxidation of Low-Density Lipoprotein. *The American Journal of Clinical Nutrition*, 53, 314-321.
- **Eymard ,S. (2003).** Mise en évidence et suivi de l'oxydation des lipides au cours de la conservation et de la transformation du chinchard (*Trachurus trachurus*): choix des procédés. Thèse de l'université de Nantes, 126 p.

F

- **Fatemi, S.H., Hammond, E.G. (1980).** Analysis of oleate, linoleate and linolenate hydroperoxides in oxidized ester mixtures. *Lipids*. 15,379–385.
- **Fauconnier, M.,L., Perez, A.G., Sanz, C., Marlier, M. (1997).** Purification and characterization of tomato leaf (*Lycopersicon esculentum* Mill.) hydroperoxide lyase. *Jornal. Agriculture. Food Chemistry*, 45, 4232-4236.
- **Favati, F. ,Caporale, G., Bertuccioli, M. (1994).**Rapid determination of phenol content in extra virgin olive oil. *Grasas y Aceites*, 45, 68-70.
- **Fki, I., Allouche, N., Sayadi, S. (2005).** The use of polyphenolic extract, purified hydroxytyrosol and 3,4- dihydroxyphenyl acetic acid from olive mill wastewater for the stabilization of refined oils: a potential alternative to synthetic antioxidants. *Food Chemistry*, 93, 197-204.
- **Frankel, E.N. (1996).** Antioxidants in lipid food and their impact on food quality. *Food Chemistry*, 57, 51–55.
- **Frankel, E.N., Huang, S.W., Kanner, J., German, J.B. (1994).** Interfacial phenomena in the evaluation of antioxidants: bulk oils vs. emulsions. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 42, 1054–1059.

G

- **García-González, D.L., Aparicio-Ruiz, R., Aparicio, R. (2008).** Virgin olive oil- Chemical implications on quality and health. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 110(7), 602-607.

- **Gimeno, E., Castellote, A.I., Lamuela-Raventos, R.M., De la Torre, M.C., et Lopez- Sabater, M.C. (2002).** The effects of harvest and extraction methods on the antioxidant content (phenolics, α -tocopherol, and β -carotene) in virgin olive oil. *Food Chemistry*, 78, 207- 211.
- **Gómez-Rico, A., Salvador, M.D., Moriana, A., Pérez, D., Olmedilla, N., Ribas, F., Fregapane, G. (2007).** Influence of different irrigation strategies in a traditional Cornicabra cv. Olive orchard on virgin olive oil composition and quality. *Food Chemistry* ,100, 568–578.
- **Gutierrez, F., Jimenez, B., Ruiz, A., Albi, M.A. (1999).** Effect of Olive Ripeness on the Oxidative Stability of Virgin Olive Oil Extracted from the Varieties Picual and Hojiblanca and on the Different Components Involved. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*,47, 121-127.

H

- **Halliwel, B. (1999).** How to characterize a biological antioxidant. *Free RadicRes Commun*, 9, 1-32.

I

- **Ibourahema, C., Robin, D., Sabine, D., Lamia, M., Thami, M., Jacqueline, D., François Béra Jean-Paul, W., et Philippe, T. (2010).** Techniques de séchage des starters lactiques et mécanismes affectant la viabilité cellulaire suite à la lyophilisation. *Biotechnologie Agronomie Société et Environnement*. 2011, 15(2), 287-299.

J

- **Joaqin Velasco, Dobarganes C. (2002).** Oxydative stability of virgin olive oil. *Eur. Journal Lipid science and Technology*, 104, 661-676.
- **Jukić Špika, M., Kraljić, K., Koprivnjak, O., Škevin, D., Žanetić ,M., Katalinić, M. (2015).** Effect of agronomical factors and storage conditions on the tocopherol content of Oblica and Leccino virgin olive oils. *Journal Agricultural Food Chemistry*, 92(9), 1293–1301.

K

- **Kamal-Eldin ,A., Appelqvist, L. A. (1996).** La chimie et les propriétés antioxydantes des tocophérols et des tocotriénols. *Lipids*, 31(7), 671–701
- **Kerbouche L. (2010).** Composition chimique et activité biologique des huiles essentielles de quelques plantes des familles de labiacées et de cupressacées. Thèse de Magister ENSA EL Harrach, 56 p.
- **Krichene, D., Allalout, A., Macebo-Campos, V., Salvador, M.D., Zarrouk, M., Fregapane, G., (2010).** Stability of virgin olive oil and behaviour of its natural antioxidants under medium temperature accelerated storage conditions. *Food Chemistry*, 121, 171–177.

L

- **Laine G., GoBel, C., Du JARDIN, P., Feussner, I., Fauconnier, M.L. (2006).** Study of precursors responsible for off-flavor formation during storage of potato flakes. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 54, 5445-5452.
- **Lozano-Sanchez ,J., Cerretani, L., Bendini ,A., Segura-Carretero, A., Fernandez-Gutierrez A. (2010).** Filtration process of extra virgin olive oil: effect on minor components, oxidative stability and sensorial and physicochemical characteristics. *Trends in Food Science and Technology*, 21, 201-211.

M

- **M. (2013).** Variations of phenolic compounds, fatty acids and some qualitative characteristics of Sarnulak olive oil as induced by growing area. *Food Research International* ,54(2), 1897–1906.
- **Mancebo-Campos, V., Salvador, M.D., Fregapane, G. (2014).** Antioxidant capacity of individual and combined virgin olive oil minor compounds evaluated at mild temperature (25 and 40 °C) as compared to accelerated and antiradical assays. *Food Chemistry* ,150, 374–381
- **Maria, G., Emmanouilidou, Magdalini Koukourikou-Petridou, Dimitrios Gerasopoulos, Marios, C., Kyriacou. (2021).** Oxidative stability, fatty-acid and phenolic composition of Cypriot monovarietal virgin olive oils with progressive fruit maturity *Journal of Food Composition*, 104, 104191.

- **Mateos, R. (2002).** Caracterización de componentes fenolicos del aceite de oliva y su relación con la estabilidad oxidativa y el amargor. Ph.D. Thesis, Instituto de la Grasa (CSIC) and University of Seville, Sevilla, Spain, 2002. (In Spanish).
- **Matos, L.C., Cunha, S.C., Amaral, J.S., Pereira, J.A., Andrade, P.B., Seabra, R.M., Oliveira, B.P. (2007).** Chemo metric characterization of three varietal olive oils (Cvs. Cobrançosa, Madural and Verdeal Transmontana) extracted from olives with different maturation indices. *Food Chemistry* ,102(1), 406–414.
- **Minguez-Mosquera, M.I., Garrido-Fernández, J. (1989).**Chlorophyll and carotenoid presence in olive fruit (*Olea europaea*). *Journal of Agricultural Food Chemistry*, 37(1),1–7.
- **MOLL, M., et MOLL, N. (1998).** Additifs alimentaires et auxiliaires technologique. Paris, tome 2 éd. Dunod ; 89-99.
- **Montaño, A., Hernández ,M., Garrido, I., Llerena ,J.L., Espinosa, F. (2016).** Fatty Acid and Phenolic Compound Concentrations in Eight Different Monovarietal Virgin Olive Oils from Extremadura and the Relationship with Oxidative Stability. *International Journal Molecular Science* ,23, 17(11), 1960.
- **MosqueraMinguez, M.I. , Rejano, L., Guandu, I.B., Sanchez, A.H., Garido, J. (1991).** Color pigment, correlation in virgin olive oil. *Journal American Oil of the Chemists Society* ,68, 332-336

N

- **Ninfali, P., Bacchiocca, M., Biagiotti ,E., Servili, M., Montedoro, G.(2002).** Validation of the oxygen radical absorbance capacity (ORAC) parameter as a new index of quality and stability of virgin olive oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 79; 977-982.
- **Noguchi, N., Yamashita, H., Hamahara, J., Nakamura, A., Kuhn, H., Niki, E. (2002).** The specificity of lipoxygenase-catalyzed lipid peroxidation and the effects of radical-scavenging antioxidants. *Biology and Chemistry*, 383, 619-626.

O

- **Obied, H.K., Prenzler, P.D., Omar, S.H. (2012).** Pharmacology of olive biophenols. *Advances in Molecular Toxicology*, 6, 195–242.

- **Okogeri ,O., Tasioula-Margari, M. (2002).** Changes occurring in phenolic compounds and r-tocopherol of virgin olive oil during storage. *Journal of Agriculture and Food Chemistry* 50, 1077-1080.
- **Oueslati, I., Anniva, C., Daoud, D., Tsimidou, M.Z., Zarouk, M. (2009).** Vergin olive oil (VOO) production in Tunisia: The commercial potential of the major olives varieties from the arid Tataouine zone. *Food chemistry*, 112, 733-741.

P

- **Pardo, J.E., Cuesta, A., Alvarruiz, A. (2007).** Evaluation of potential and real quality of virgin olive oil from the designation of origin “Aceite Campo de Montiel”(Ciudad Real, Spain).*Food Chemistry*, 100, 977–984.
- **Pellegrini N., Visioli F., Buratti S., Brighenti , F. (2001).** Analyse directe de l'activité antioxydante totale de l'huile d'olive et études sur l'influence du chauffage. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 49, 2532–2538.
- **Pereira, E.D.J., Panek, A.D., Eleutherio, E.C.A. (2003).** Protection against oxidation during dehydration of yeast. *Cell Stress Chaperone*, 8, 120-124.

R

- **Rahmani, M. (2007).** Méthodes d'évaluation de la stabilité oxydative des lipides. *Les techniques de laboratoire*, 2, 18-12.
- **Ryan, D., Robardas ,K., Lavee, S. (1998).** Evaluation de la qualité de l'huile d'olive. *Olivae*, 72, 26-38.

S

- **Sabine, J., Martine ,C., Jean-Luc, V., Gilles, N. (2012).** L'oxydation des produits carnés : Méthodes de mesure et moyens de maîtrise. *Rapport d'étude, institut du porc ifip*, aout 2012, 46 p.
- **Sánchez-Casas, J. (2015).** Caracterización de laceite procedente de las principales variedades de aceitunas de Extremadura. Ph.D. Thesis, University of Extremadura, Badajoz, Spain, 2015. (In Spanish).

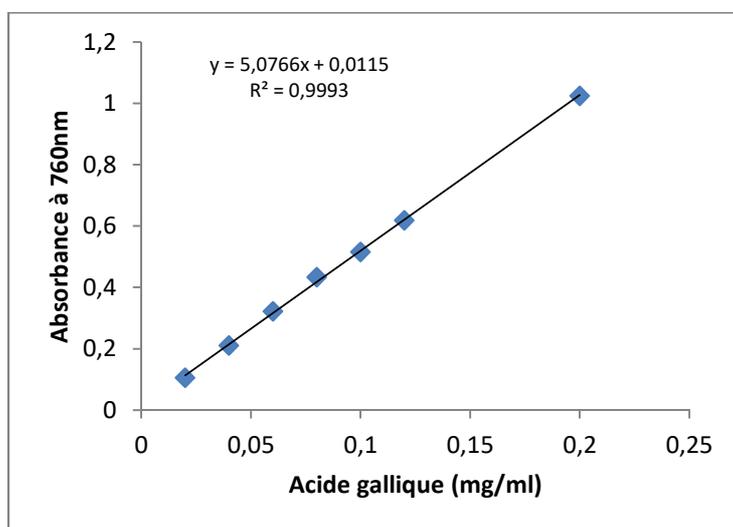
- **Sánchez-Casas, J. , Osorio Buenos, E. , Montaña, A.M. , Martínez Cano, M. (2003).** Estudio del contenido en ácidos grasos de aceites monovarietal eselabora dosa partir de aceituna producidas en la región extremeña. *Grass y Aceites*, 54, 371–377. (In Spanish).
- **Servili, M. (2014).** The phenolic compounds: A comercial argument in the economic war to come on the quality of olive oil? *Oilseed Fats Crops Lipids*, 21, D509.
- **Shahidi , F., Janitha, P.K., Wanasundara, P.D. (1992).** Phenolic antioxidants. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 32; 67-103.
- **Standardization ISO 12966 (2017).** Animal and Vegetable Fats and Oils: Gas Chromatography of Fatty Acid Methyl Esters: Part 2: Preparation of Methyl Esters of Fatty Acids.

T

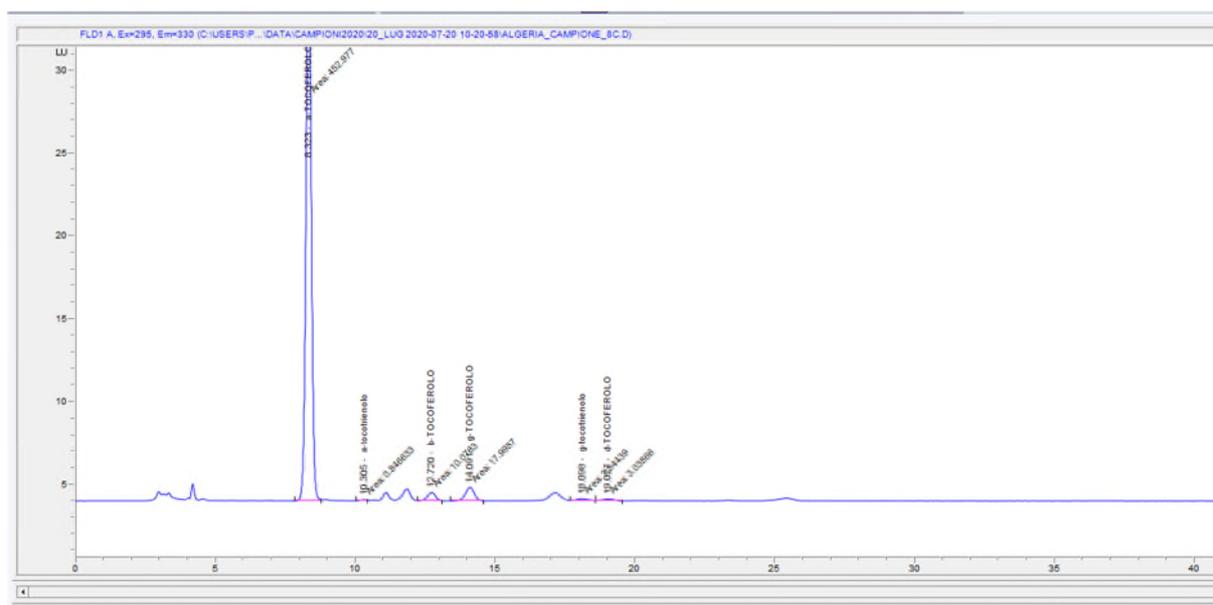
- **Talhaoui, N. , Gómez-Caravaca, A.M., León, L. , de la Rosa, R. , Fernández-Gutiérrez, A., Segura-Carretero, A. (2016).** From olive fruits to olive oil: Phenolic compound transfer in six different olive cultivars grown under the same agronomical conditions. *International Journal Molecular Science International Journal Molecular Science*, 17(3), 337.
- **Tous, J., Uceda, M., Romero, A., Beltrán, G., Días, I., Jiménez, A. (2005).** Composición del Aceite. En: *Varietades de Olivo en España (Libro II: Variabilidad y Selección)*; Rallo, L., Barranco, D., Caballero, J.M., del Río, C., Martín, A., Tous, J., Trujillo, I., Eds.; Junta de Andalucía, MAPA, Mundi-Prensa: Madrid, Spain, 2005.
- **Tsimidou M. Z., Georgiou A., Koidis A., Boskou, D. (2005).** Perte de stabilité des huiles d'olive vierges "voilées" (troubles) pendant le stockage. *Food Chemistry*, 93, 377-382.
- **Tsimidou, M., Papadopoulos ,G., Boskou D. (1992).** Phenofic compounds and stability of virgin olive oil-Part I. *Food Chemistry*, 45, 141-144.

- **Valko, M., Rhodes, C., Moncol, J., Izakovic, M.M., Mazur, M. (2006).** Free radicals, metals and antioxidants in oxidative stress-induced cancer. *Chemico-biological interactions*, 160(1), 1-40.
- **Van den Berg, H., Faulks, R., Granado, HF., Hirschberg, J., Olmedilla, B., Sandmann ,G., Southon, S., Stahl, W. (2000).** Le potentiel d'amélioration des niveaux de caroténoïdes dans les aliments et effets systémiques probables. *Jornal Science and Food Agriculture*, 80(7), 880–912.
- **Villier, A., Genot, C. (2006).** Approche physico-chimique et sensorielle de l'oxydation des Lipides en émulsions. *Edition Médicales et Scientifiques, France* (4), 1-7.

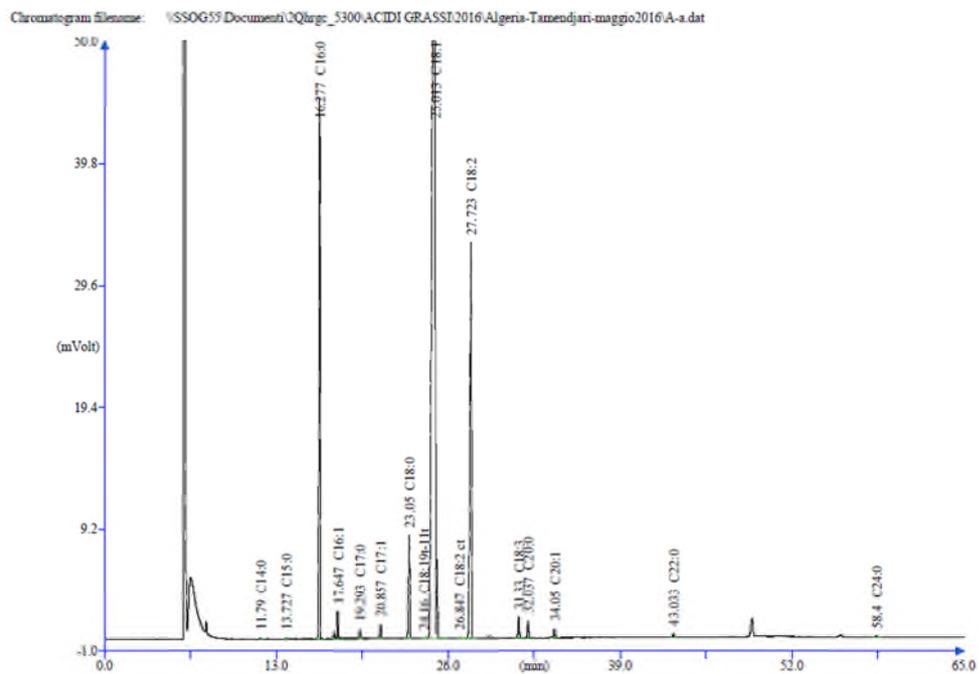
Annexes



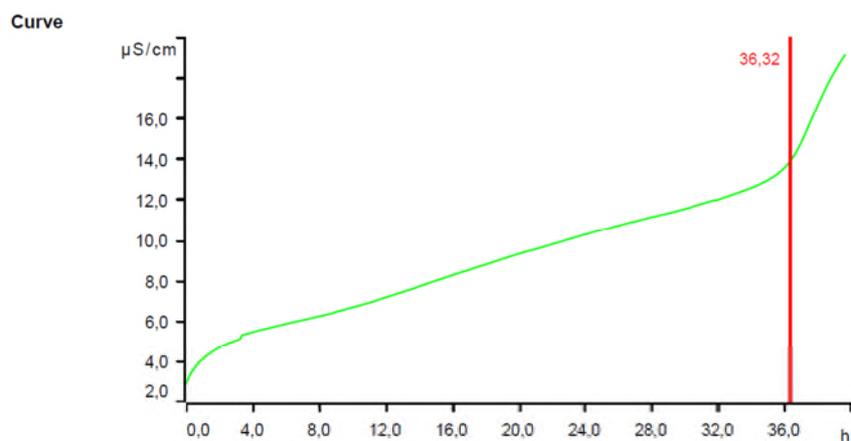
Annexe 1 : Courbe d'étalonnage pour le dosage des polyphénols de la pulpe d'olives.



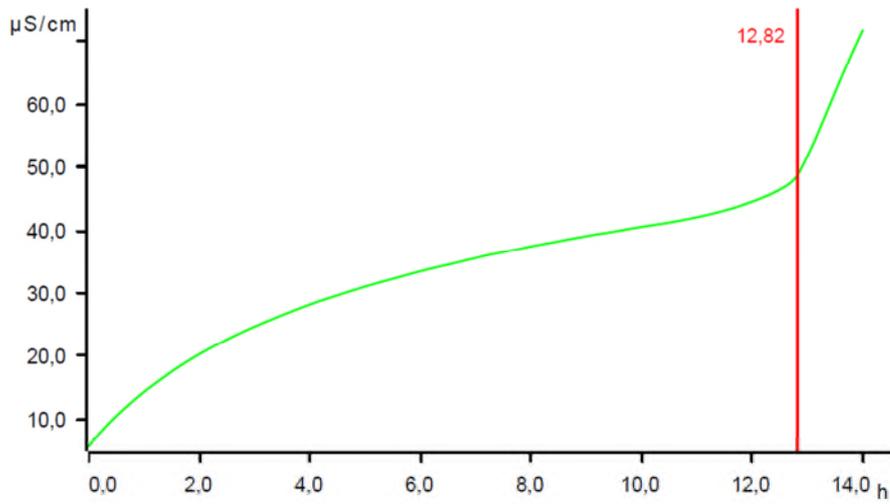
Annexe 2 : Chromatogramme des tocophérols de l'huile



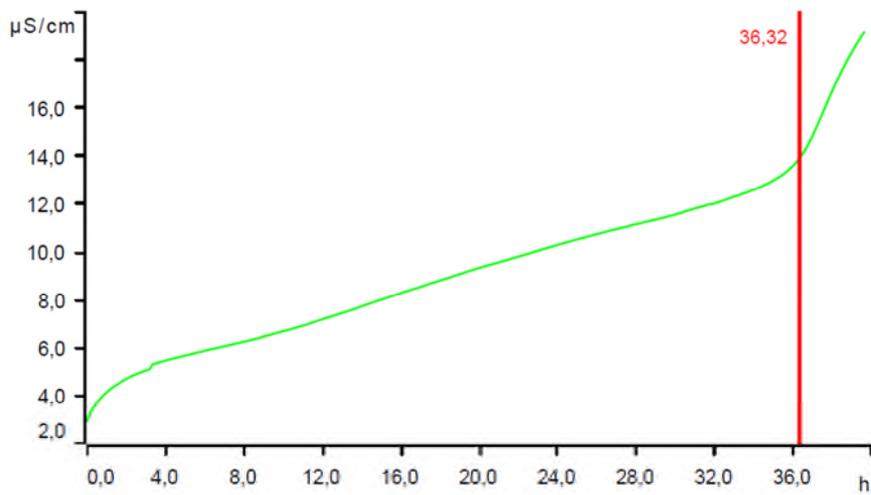
Annexe 3 : Chromatogramme des acides gras de l'huile d'olive



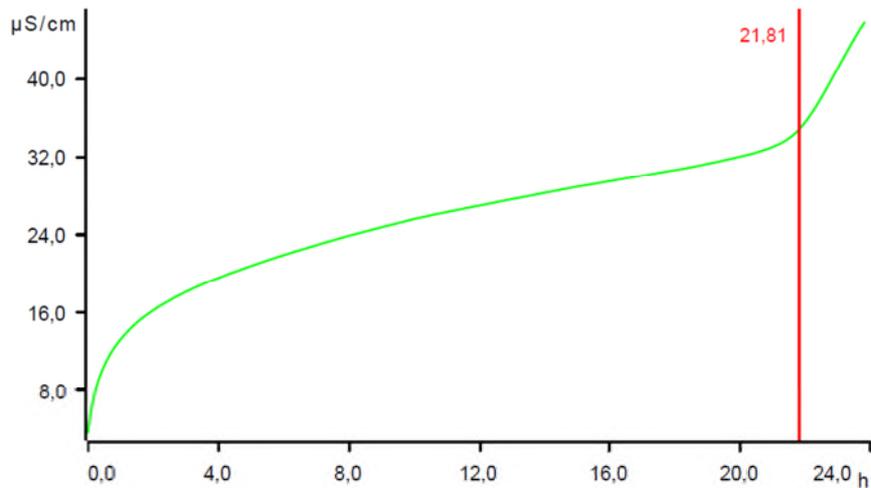
Annexe 4 : Temps d'induction (h) de la variété Aellah



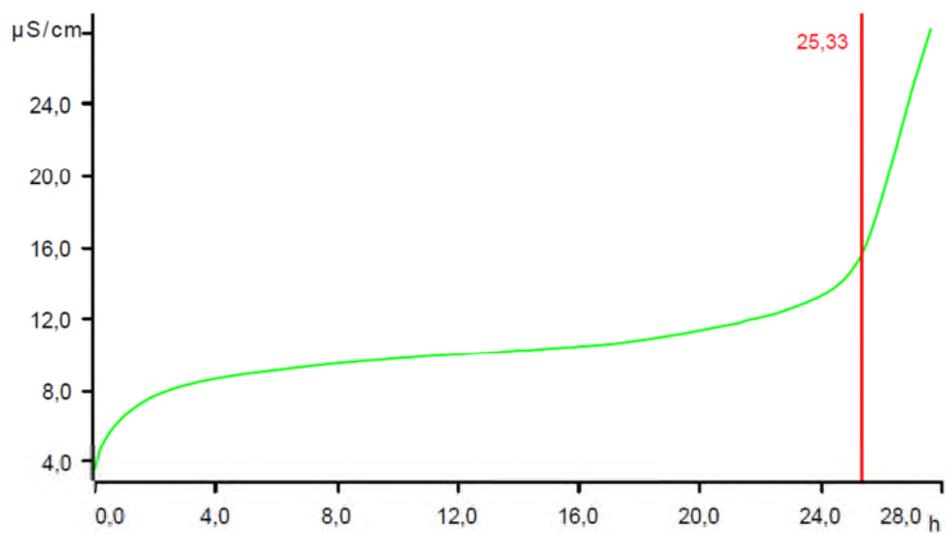
Annexe 5 : Temps d'induction (h) de l'huile de Bouchouk –guergour



Annexe 6 : Temps d'induction (h) de l'huile de Boughenfous



Annexe 7 : Temps d'induction (h) de l'huile de Neb-djmel



Annexe 8 : Temps d'induction (h) de l'huile de Takesrit

| Suite... | Corrélations significatives marquées à p < .05000 N=10 (Suppression des observ. à VM) | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|----------|--|---------|---------|-------|------|-------|-------|-------|-------|--------|-------|--------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|------|------|------|------|--------|--------|
| Variable | CARO_T | CAR_CPT | TOC_CPT | TC_CR | STA | C16_0 | C16_1 | C17_0 | C18_0 | C18_19 | C18_7 | C18_1T | C18_2 | C20_0 | C18_3 | C20_1 | C22_0 | C24_0 | AGS | AGMI | AGPI | COX | AGMI_A | AGPI_A |
| | OC | T | T | CP | | | | | | | | O | | | | | | | | | | GP | GP | GS |
| VARI | .07 | -.02 | .01 | .01 | -.33 | .42 | .23 | -.67 | .29 | -.19 | -.12 | -.20 | .11 | .20 | .18 | -.61 | -.48 | -.51 | .40 | -.18 | .12 | .11 | -.35 | .10 |
| ACID | -.40 | -.90 | -.80 | -.80 | -.95 | .81 | -.46 | -.49 | .13 | -.87 | -.21 | -.86 | .88 | -.10 | .74 | .15 | -.40 | -.40 | .74 | -.87 | .88 | .88 | -.91 | .90 |
| IP | .11 | .09 | .10 | .10 | .18 | -.40 | -.08 | -.14 | -.59 | .49 | .03 | .40 | -.43 | -.43 | -.47 | -.16 | -.01 | -.24 | -.51 | .46 | -.43 | -.43 | .34 | -.40 |
| UV270 | .15 | -.20 | -.10 | -.10 | -.25 | .18 | -.01 | -.40 | -.41 | -.09 | .21 | -.07 | .08 | -.50 | -.07 | -.33 | -.37 | -.58 | .03 | -.07 | .08 | .07 | -.19 | .10 |
| UV292 | -.50 | -.29 | -.37 | -.37 | -.51 | .55 | -.17 | -.00 | .98 | -.60 | -.60 | -.64 | .58 | .79 | .76 | .04 | .11 | .28 | .74 | -.63 | .59 | .59 | -.54 | .55 |
| CPT | .71 | 1.00 | .97 | .97 | .91 | -.60 | .78 | .08 | -.17 | .80 | .49 | .82 | -.89 | -.01 | -.76 | -.48 | -.01 | .03 | -.58 | .85 | -.89 | -.90 | .78 | -.91 |
| CARO | .86 | .91 | .96 | .96 | .88 | -.58 | .80 | -.11 | -.52 | .81 | .72 | .85 | -.91 | -.37 | -.89 | -.52 | -.20 | -.20 | -.66 | .88 | -.91 | -.92 | .74 | -.92 |
| TOC | 1.00 | .71 | .84 | .84 | .57 | -.11 | .93 | -.51 | -.47 | .40 | .94 | .47 | -.57 | -.43 | -.67 | -.71 | -.62 | -.56 | -.25 | .52 | -.58 | -.59 | .31 | -.58 |
| CARO_TOC | 1.00 | .71 | .85 | .85 | .58 | -.12 | .93 | -.51 | -.47 | .41 | .94 | .49 | -.58 | -.43 | -.67 | -.71 | -.62 | -.55 | -.26 | .53 | -.59 | -.60 | .33 | -.59 |
| CAR_CPT | .71 | 1.00 | .97 | .97 | .91 | -.60 | .78 | .08 | -.17 | .80 | .50 | .82 | -.89 | -.01 | -.76 | -.49 | -.01 | .03 | -.58 | .85 | -.89 | -.90 | .78 | -.91 |
| TOC_CPT | .85 | .97 | 1.00 | 1.00 | .87 | -.48 | .88 | -.11 | -.28 | .72 | .67 | .77 | -.85 | -.15 | -.78 | -.59 | -.21 | -.15 | -.52 | .80 | -.85 | -.86 | .68 | -.87 |
| TC_CR_CP | .85 | .97 | 1.00 | 1.00 | .87 | -.48 | .88 | -.11 | -.28 | .72 | .67 | .77 | -.85 | -.15 | -.78 | -.59 | -.21 | -.16 | -.52 | .80 | -.85 | -.86 | .68 | -.87 |
| STA | .58 | .91 | .87 | .87 | 1.00 | -.83 | .54 | .35 | -.40 | .92 | .45 | .94 | -.95 | -.16 | -.87 | -.17 | .23 | .22 | -.83 | .95 | -.95 | -.95 | -.94 | -.96 |
| C16_0 | -.12 | -.60 | -.48 | -.48 | -.83 | 1.00 | -.02 | -.68 | .46 | -.94 | -.03 | -.91 | .85 | .19 | .74 | -.26 | -.60 | -.48 | .97 | -.89 | .85 | .83 | -.97 | .83 |
| C16_1 | .93 | .78 | .88 | .88 | .54 | -.02 | 1.00 | -.50 | -.12 | .33 | .78 | .39 | -.52 | -.13 | -.51 | -.80 | -.58 | -.45 | -.08 | .45 | -.52 | -.54 | .26 | -.55 |
| C17_0 | -.51 | .08 | -.11 | -.11 | .35 | -.68 | -.50 | 1.00 | .08 | .40 | -.51 | .34 | -.24 | .21 | -.10 | .73 | .95 | .91 | -.53 | .30 | -.24 | -.22 | .55 | -.23 |
| C18_0 | -.47 | -.17 | -.28 | -.28 | -.40 | .46 | -.12 | .08 | 1.00 | -.50 | -.60 | -.54 | .48 | .84 | .69 | .01 | .18 | .34 | .66 | -.53 | .49 | .49 | -.42 | .44 |
| C18_19 | .41 | .80 | .72 | .72 | .92 | -.94 | .33 | .40 | -.50 | 1.00 | .26 | 1.00 | -.98 | -.25 | -.87 | -.08 | .34 | .24 | -.94 | .99 | -.98 | -.97 | .98 | -.97 |
| C18_7 | .94 | .50 | .67 | .67 | .45 | -.03 | .78 | -.51 | -.60 | .26 | 1.00 | .35 | -.42 | -.58 | -.59 | -.54 | -.66 | -.60 | -.21 | .39 | -.42 | -.44 | .19 | -.42 |
| C18_1T | .49 | .82 | .77 | .77 | .94 | -.91 | .39 | .34 | -.54 | 1.00 | .35 | 1.00 | -.99 | -.29 | -.90 | -.13 | .27 | .17 | -.93 | 1.00 | -.99 | -.98 | .97 | -.98 |
| C18_2 | -.58 | -.89 | -.85 | -.85 | -.95 | .85 | -.52 | -.24 | .48 | -.98 | -.42 | -.99 | 1.00 | .26 | .90 | .26 | -.17 | -.10 | .87 | -.99 | 1.00 | 1.00 | -.94 | 1.00 |
| C20_0 | -.43 | -.01 | -.15 | -.15 | -.16 | .19 | -.13 | .21 | .84 | -.25 | -.58 | -.29 | .26 | 1.00 | .44 | -.02 | .26 | .32 | .39 | -.29 | .26 | .26 | -.17 | .22 |
| C18_3 | -.67 | -.76 | -.78 | -.78 | -.87 | .74 | -.51 | -.10 | .69 | -.87 | -.59 | -.90 | .90 | .44 | 1.00 | .27 | -.01 | .07 | .83 | -.91 | .91 | .91 | -.82 | .89 |
| C20_1 | -.71 | -.49 | -.59 | -.59 | -.17 | -.26 | -.80 | .73 | .01 | -.08 | -.54 | -.13 | .26 | -.02 | .27 | 1.00 | .89 | .67 | -.18 | -.17 | .26 | .28 | .05 | .29 |
| C22_0 | -.62 | -.01 | -.21 | -.21 | .23 | -.60 | -.58 | .95 | .18 | .34 | -.66 | .27 | -.17 | .26 | -.01 | .69 | 1.00 | .95 | -.44 | .22 | -.16 | -.14 | .46 | -.16 |
| C24_0 | -.55 | .03 | -.15 | -.16 | .22 | -.48 | -.45 | .91 | .34 | .24 | -.60 | .17 | -.10 | .32 | .07 | .67 | .95 | 1.00 | -.30 | .14 | -.10 | -.08 | .38 | -.10 |
| AGS | -.26 | -.58 | -.52 | -.52 | -.83 | .97 | -.08 | -.53 | .66 | -.94 | -.21 | -.93 | .87 | .39 | .83 | -.18 | -.44 | -.30 | 1.00 | -.92 | .87 | .86 | -.94 | .85 |
| AGMI | .53 | .85 | .80 | .80 | .95 | -.89 | .45 | .30 | -.53 | .99 | .39 | 1.00 | -.99 | -.29 | -.91 | -.17 | .22 | .14 | -.92 | 1.00 | -.99 | -.99 | .96 | -.99 |
| AGPI | -.59 | -.89 | -.85 | -.85 | -.95 | .85 | -.52 | -.24 | .49 | -.98 | -.42 | -.99 | 1.00 | .26 | .91 | .26 | -.16 | -.10 | .87 | -.99 | 1.00 | 1.00 | -.94 | 1.00 |
| COX | -.60 | -.90 | -.86 | -.86 | -.95 | .83 | -.54 | -.22 | .49 | -.97 | -.44 | -.98 | 1.00 | .26 | .91 | .28 | -.14 | -.08 | .86 | -.99 | 1.00 | 1.00 | -.93 | 1.00 |
| AGMI_AGP | .33 | .78 | .68 | .68 | .94 | -.97 | .26 | .55 | -.42 | .98 | .19 | .97 | -.94 | -.17 | -.82 | .05 | .46 | .38 | -.94 | .96 | -.94 | -.93 | 1.00 | -.93 |
| AGPI_AGS | -.59 | -.91 | -.87 | -.87 | -.96 | .83 | -.55 | -.23 | .44 | -.97 | -.42 | -.98 | 1.00 | .22 | .89 | .29 | -.16 | -.10 | .85 | -.99 | 1.00 | 1.00 | -.93 | 1.00 |

Annexe 9 : Matrice de corrélation entre les différentes variables

Acid : acidité ; IP : indice de peroxyde ; CPT : Composés phénoliques totaux), Car : Caroténoïdes ; TOC : Tocophérols totaux ;AGS :acides gras saturés ; AGMI :Acides gras monoinsaturés ;AGPI :Acides gras polyinsaturés ; Cox : valeur d'oxydabilité

Tableau VI : Composition en acides gras totaux (en %) de l'huile d'olive issue de différentes variétés

| | C16:0 | C16: 1 | C17:0 | C18:0 | C18:1n9c | C18:1n7 | Total C18:1 | C18:2n6c | C20:0 | C18:3n3 | C20:1n9 | C22:0 | C24:0 |
|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|--------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|--------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|----------------|--------------------------------|--------------------------------|---------------------------------|--------------------------------|
| Aellah | 15,23± 0,05 ^(b) | 1,74± 0,008 ^(d) | 0,12± 0,004 ^(c) | 1,88± 0,008 ^(b) | 70,62± 0,02 ^(d) | 3,71± 0,0011 ^(e) | 74,32± 0,02 ^(d) | 5,25± 0,006 ^(b) | 0,38± 0,005 | 0,64± 0,03 ^(a) | 0,26± 0,011 ^(ab) | 0,12± 0,0006 ^(bc) | 0,07± 0000 ^(ab) |
| Bouchouk - Gergour | 16,95± 0,08 ^(d) | 0,75± 0,005 ^(a) | 0,13± 0,004 ^(d) | 2,27± 0,004 ^(d) | 58,66± 0,12 ^(a) | 2,38± 0,0018 ^(a) | 61,04± 0,12 ^(a) | 16,98± 0,03 ^(e) | 0,42± 0,004 | 0,92± 0,08 ^(c) | 0,31± 0,002 ^(b) | 0,14± 0,0003 ^(cd) | 0,08± 0,001 ^(b) |
| Bouhenfous | 14,32± 0,03 ^(a) | 1,09± 0,01 ^(b) | 0,17± 0,0004 ^(e) | 2,02± 0,009 ^(c) | 73,77± 0,02 ^(e) | 2,49± 0,06 ^(b) | 76,27± 0,04 ^(e) | 4,51± 0,05 ^(a) | 0,41± 0,012 | 0,68± 0,03 ^(ab) | 0,29± 0,019 ^(ab) | 0,16± 0,011 ^(d) | 0,09± 0,009 ^(b) |
| Neb- Djmel | 16,55± 0,08 ^(c) | 1,32± 0001 ^(c) | 0,03± 0,0005 ^(a) | 1,78± 0,007 ^(a) | 64,89± 0,02 ^(c) | 3,37± 0,03 ^(d) | 68,26± 0,06 ^(c) | 10,60± 0,03 ^(d) | 0,35± 0,016 | 0,72± 0,002 ^(ab) | 0,25± 0,02 ^(ab) | 0,09± 0,000 ^(a) | 0,04± 0,010 ^(a) |
| Takesrit | 17± 0,01 ^(d) | 1,77± 0,01 ^(e) | 0,05± 0,007 ^(b) | 2,36± 0,001 ^(e) | 63,92± 0,03 ^(b) | 3,01± 0,007 ^(c) | 66,93± 0,02 ^(b) | 10,26± 0,02 ^(c) | 0,44± 0,05 | 0,80± 0,005 ^(b) | 0,23± 0,013 ^(a) | 0,10± 002 ^(ab) | 0,06± 0,010 ^(ab) |

Les moyennes suivies de lettres différentes dans chaque colonne sont significativement différentes à P=0,05 (a<b<c<d<e)

Tableau VII: Catégories et rapports entre les acides gras de l'huile d'olive issue de différentes variétés

| | AGS | AGMI | AGPI | Cox | AGMI/AGPI | AGPI/AGS |
|-------------------------|---------------------------|----------------------------|----------------------------|---------------------------|---------------------------|----------------------------|
| Aellah | 17,79±0,05 ^(b) | 76,33±0,018 ^(d) | 5,88±0,026 ^(b) | 1,42±0,007 ^(b) | 12,98±0,06 ^(c) | 0,33±0,002 ^(b) |
| Bouchouk Gergour | 20±0,08 ^(d) | 62,1±0,13 ^(a) | 17,91±0,05 ^(e) | 1,96±0,83 ^(c) | 3,47±0,02 ^(a) | 0,90±0,008 ^(c) |
| Bouhenfous | 17,17±0,06 ^(a) | 77,64±0,07 ^(e) | 5,19±0,012 ^(a) | 1,37±0,003 ^(a) | 14,96±0,05 ^(d) | 0,30±0,0003 ^(a) |
| Neb- Djmel | 18,85±0,05 ^(c) | 69,83±0,08 ^(c) | 11,33±0,028 ^(d) | 1,93±0,003 ^(d) | 6,16±0,02 ^(b) | 0,60±00007 ^(d) |
| Takesrit | 20,01±0,03 ^(d) | 68,93±0,05 ^(b) | 11,33±0,029 ^(c) | 1,90±0,001 ^(c) | 6,23±0,01 ^(b) | 0,55±0,0001 ^(c) |

Les moyennes suivies de lettres différentes dans chaque colonne sont significativement différentes à P=0,05 (a<b<c<d<e)

Résumé

L'objectif de ce travail était de caractériser la composition chimique des huiles d'olive (*Olea europaea*) produites au niveau de la ferme pilote de L'ITAFV de Takerietz et de la corrélérer avec la stabilité oxydative. Les huiles d'olive des cultivars Aellah, Bouchouk-guergour, Boughenfous, Neb-Djmel et Takesrit ont utilisées . L'acidité, l'indice de peroxyde, l'absorption spécifique en ultra-violet, la teneur en tocophérols totaux, composés phénoliques, caroténoïdes, le profil des acides gras et la stabilité oxydative ont été déterminés. Les huiles des différentes variétés ont été classées comme huiles extra vierges. La variété affecte significativement les différents caractères étudiés. Des différences de stabilité oxydative ont été vérifiées entre les échantillons et une plus grande stabilité a été observée pour l'huile d'olive des cultivar Aellah (40,24 h) et Boughenfous (35,66 h). Les composés phénoliques, les caroténoïdes, et les profils en acides gras notamment les acides oléique et linoléique ont contribué positivement à la stabilité oxydative de l'huile.

Mots clés : huiles d'olive, stabilité oxydative, variétés, acides gras, tocophérols totaux, composés phénoliques.

Abstract

The objective of this work was to characterize the chemical composition of olive oils (*Olea europaea*) produced at the ITAFV pilot farm in Takerietz and to correlate it with oxidative stability. Olive oils from the Aellah, Bouchouk-guergour, Boughenfous, Neb-Djmel and Takesrit cultivars were used. Acidity, peroxide value, specific ultraviolet absorption, content of total tocopherols, phenolic compounds, carotenoids, fatty acid profile and oxidative stability were determined. Oils of different varieties have been classified as extra virgin oils. The variety significantly affects the different characters studied. Differences in oxidative stability were verified between samples and greater stability was observed for olive oil from cultivars Aellah (40.24 h) and Boughenfous (35.66 h). Phenolic compounds, carotenoids, and fatty acid profiles including oleic and linoleic acids contributed positively to the oxidative stability of the oil.

Key words: olive oils, oxidative stability, varieties, fatty acids, total tocopherols, phenolic compounds.

ملخص

الهدف من هذا العمل هو تحديد خصائص التركيب الكيميائي لزيت الزيتون (*Olea europaea*) المنتجة في المزرعة التجريبية لـ ITAFV في تقرت و ربطها مع ثبات الأوكسدة. زيت الزيتون من أصناف Aellah، Bouchouk-guergour، Boughenfous و Neb-Djmel و Takesrit تم تقييمها. الحموضة، بيروكسيد، امتصاص خاص للأشعة فوق البنفسجية، إجمالي محتوى التوكوفيرول، المركبات الفينولية والكاروتينويد والأحماض الدهنية واستقرار الأوكسدة قد تم تحديدها. كما تم تصنيف زيوت لأصناف المختلفة على أنها زيوت بكر ممتازة. إن التنوع يؤثر بشكل كبير على الأنواع المختلفة التي تمت دراستها. الاختلافات في الاستقرار تم فحص الأوكسدة بين العينات، ولوحظ استقرار أكبر لزيت الزيتون من أصناف (Aellah 40.24 ساعة) و (Boughenfous 35.66 ساعة). الفينوليات والكاروتينويدات والأحماض الدهنية بما في ذلك الأوليك linoleic ساهم بشكل إيجابي في الاستقرار التأكسدي للزيت.

الكلمات المفتوحة : زيت الزيتون، استقرار الأوكسدة، الأصناف، الأحماض الدهنية، إجمالي التوكوفيرولات، المركبات الفينولية،