

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Abderahmane Mira de Bejaia
Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département des Sciences Alimentaires
Laboratoire de Biochimie

Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de Magister
En Sciences Alimentaires
Option : Contrôle de Qualité des Aliments,
Certification et Méthodes de Validation

Présenté par :
M^{elle} DEFLAOUI Leila

Thème

*Influence de la maturation des olives sur les
caractéristiques physico-chimiques et le
pouvoir antioxydant de l'huile*

Devant le jury :

Président : M ^r . BENALLAOUA S.	(Professeur U.A.M. Bejaia)
Promoteur : M ^r . TAMENDJARI A.	(M.C.A. U.A.M. Bejaia)
Co-promotrice : M ^{me} . LEHOUCHE R.	(M.A.A. U.A.M. Bejaia)
Examineur : M ^{me} . BENABDESSELAM F.	(M.C.A. U.A.M. Bejaia)
M ^r . IGUER-OUADA M.	(M.C.A. U.A.M. Bejaia)

Année 2009

Remerciements

Au terme de ce modeste travail, je tiens à exprimer mes remerciements et mes sincères gratitude à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Mes vifs remerciements vont à M^r. le Docteur A. TAMANDJARI, mon directeur de mémoire, d'avoir bien voulu diriger ce travail et pour ses conseils pertinents. Je ne saurais oublier votre disponibilité. Votre assistance et vos recommandations continues pour moi, me furent très inestimables.

Mes remerciements vont également à M^{me} R. LEHOUCHE, mon co-encadreur, pour ses conseils, ses efforts et son soutien. Qu'elle trouve ici mes sentiments de gratitude et de respect.

J'exprime mes sincères gratitude, à M^r. le Professeur S. BENALLAOUA pour l'honneur qu'il nous fait de présider le jury et d'évaluer ce travail.

J'adresse mes remerciements à l'égard de M^{me}. le Docteur F. BENABDESSELAM et M^r. le Docteur M. IGUER-OUADA qui nous ont fait l'honneur de juger ce travail.

Je remercie M^{rs}. Les enseignants M^r. BEKDOUCHE et M^r. SAHNOUNE, qui nous ont fait profiter de leurs conseils en statistiques.

J'aimerais remercier aussi M^r. SEBAI, le directeur de l'I.T.A.F.V. de Takerietz, pour son accueil et d'avoir accepté de nous fournir les échantillons. Ainsi que M^{lle}. S. KECIRI pour son aide précieuse et sa disponibilité. Et que tout le personnel de l'I.T.A.F.V. trouve ici mes remerciements les plus sincères, particulièrement M^r. Z. SEBAI, M^{me}. et M^r. NAITATMAN.

Je tiens à remercier le personnel du laboratoire de CEVITAL. Particulièrement M^{me}. D. TERKI et M^r. BAHIRENE.

J'associe mes remerciements aux techniciens et ingénieurs des laboratoires de la faculté des Sciences de la Nature et de la Vie, M^r. F. AMROUCHE, M^{me}. N. KHERBACHI, M^{me}. N. ADJAOUD, M^{me}. N. GUERGAI, M^{me}. T. RAMDANI, M^{me}. N. DJERADA, M^{me}. S. BENSIDHOUM, M^{lle}. F. BENACHOUR, M^r. Y. DERAHI, M^r D. MONKO, M^r F. BOUCHENOI, M^{lle}. N. AKLIL, M^{me}. K. YOUNANE, M^{lle} A. OUATAH, M^{lle}. S. DIB, ainsi que la secrétaire du département des Sciences Alimentaires M^{me}. D. BOUMEDDA.

Je tiens également à remercier M^{me} S. TAMENDJARI, pour son aide et ses conseils.

Tout mon amour et ma gratitude sont adressés, à mes parents et à toute ma famille, qui ont su me faire confiance et me soutenir en toutes circonstances au cours de ces années.

Je ne saurais oublier de remercier Aida pour son aide et sa présence, Amel avec qui j'ai partagé les moments les plus difficiles dans la réalisation de ce travail ainsi que toutes mes amies.

*Je dédie ce travail
À mes très chers parents
À toute la famille
Et à toutes mes amies.*



Sommaire

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction 1

Synthèse bibliographique

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

I.1 L'olive.....	3
I.1.1 Structure de l'olive.....	3
I.1.2 Composition chimique de l'olive.....	3
I.1.3 Techniques d'élaboration de l'huile d'olive	4
I.1.3.1 Stockage des olives	4
I.1.3.2 Effeillage et lavage	4
I.1.3.3 Broyage	5
I.1.3.4 Malaxage	5
I.1.3.5 Extraction de l'huile	5
I.2 L'huile d'olive.....	6
I.2.1 Catégories d'huile d'olive.....	6
I.2.2 Composition de l'huile d'olive	7
I.2.2.1 Fraction saponifiable	7
I.2.2.2 Fraction insaponifiable	9

I.2.3	Activité antioxydante de l'huile d'olive.....	16
I.2.3.1	Méthodes d'évaluation de l'activité antioxydante	16
I.2.4	Intérêt nutritionnel et thérapeutique de l'huile d'olive.....	18

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

II.1	Processus de maturation	21
II.1.1	Evolution du Poids des fruits.....	21
II.1.2	Evolution de la teneur en matière grasse dans l'olive (lipogenèse)	21
II.1.3	Evolution de la composition de l'huile durant la maturation	22
II.1.3.1	La composition en acides gras.....	22
II.1.3.2	La composition en triglycérides	23
II.1.3.3	La composition en stérols.....	23
II.1.3.4	La composition en chlorophylles.....	23
II.1.3.5	La composition en antioxydants.....	24
II.1.4	Evolution des paramètres de qualité de l'huile.....	25
II.1.4.1	Acidité.....	25
II.1.4.2	Etat d'oxydation	25
II.1.4.3	Caractéristiques organoleptiques.....	26
II.2	Facteurs influençant le processus de maturation	26
II.2.1	Effet de la variété.....	26
II.2.2	Effet des pratiques culturales.....	27
II.2.3	Effet des conditions climatiques	27
II.2.4	Effet des ravageurs	27
II.3	Méthodes d'évaluation de la date de récolte	27
II.3.1	Méthodes analytiques instrumentales	28
II.3.2	Méthodes analytiques non instrumentales	28

Partie expérimentale

Chapitre I : Matériel et méthodes

I.1 Matériel végétal	29
I.2 Extraction des huiles	31
I.3 Analyses effectuées sur les olives	31
I.3.1 Poids moyen des olives	31
I.3.2 Humidité des olives	31
I.3.3 Détermination de la teneur en huile des olives	32
I.4 Analyses effectuées sur l'huile d'olive	32
I.4.1 Indices de qualité de l'huile d'olive	32
I.4.1.1 Acidité	32
I.4.1.2 Indice de peroxyde	32
I.4.1.3 Détermination de l'extinction spécifique dans l'Ultraviolet	33
I.4.2 Analyse de la composition chimique de l'huile	34
I.4.2.1 Détermination de la composition en acides gras	34
I.4.2.2 Dosage des Chlorophylles	35
I.4.2.3 Dosage des antioxydants	35
I.4.2.3.1 Dosage des caroténoïdes	35
I.4.2.3.2 Détermination des tocophérols	35
I.4.2.3.3 Extraction des composés phénoliques	36
I.4.2.3.4 Dosage des composés phénoliques totaux	36
I.4.2.3.5 Détermination de la teneur en <i>ortho</i> -diphénols	37
I.4.3 Etude de l'activité antioxydante de l'huile d'olive	37
I.4.3.1 Pouvoir réducteur	37
I.4.3.2 Activité antiradicalaire	38
I.4.3.2.1 Activité scavenger au radical DPPH de l'extrait méthanolique	38

I.4.3.2.2	Activité scavenger au radical DPPH de l'huile	39
I.4.3.3	Détermination de l'activité scavenging du peroxyde d'hydrogène	39
I.4.3.4	Test de l'inhibition de l'oxydation lipidique.....	40
I.4.4	Analyse statistique	40

Chapitre II : Résultats et discussion

II.1	Analyses effectuées sur les olives	41
II.1.1	Poids moyen des olives	41
II.1.2	Humidité des olives.....	42
II.1.3	Teneur en huile des olives	43
II.2	Analyses effectuées sur l'huile d'olive	44
II.2.1	Indices de qualité de l'huile d'olive.....	44
II.2.1.1	Acidité.....	44
II.2.1.2	Indice de peroxyde.....	45
II.2.1.3	Absorbance dans l'ultraviolet	47
II.2.2	Analyse de la composition chimique de l'huile	49
II.2.2.1	Composition en acides gras.....	49
II.2.2.2	Chlorophylles	52
II.2.2.3	Antioxydants	53
II.2.2.3.1	Caroténoïdes	53
II.2.2.3.2	Tocophérols	54
II.2.2.3.3	Composés phénoliques totaux	57
II.2.2.3.4	<i>Ortho</i> -diphénols	61
II.2.3	Les activités antioxydantes	63
II.2.3.1	Pouvoir réducteur.....	63
II.2.3.2	Pouvoir antiradicalaire	64

II.2.3.2.1 Pouvoir antiradicalaire de l'extrait méthanolique	64
II.2.3.2.2 Pouvoir antiradicalaire de l'huile	67
II.2.3.3 Activité scavenger du peroxyde d'hydrogène	71
II.2.3.4 Test de l'inhibition de l'oxydation lipidique	72

Conclusion	76
-------------------------	-----------

Références bibliographiques

Glossaire

Annexes

Liste des abréviations

ABTS : acide 2,2'-Azobis-ethylBenzoThiazoline-6-Sulphonique

BHA : Butyl Hydroxy Anisol

C.E. : Commission Européenne

C.E.E. : Communauté Economique Européenne

C.O.I : conseil oléicole internationale

DMPD: Di Methyl-*p*-Phenylene Diamine

DPPH : 2,2-Diphényl-1-PicrylHydrazyle

E.A.C. : Equivalent Acide Caféique

E.A.G. : Equivalent Acide Gallique

HPLC : High Performance Liquid Chromatography

S.A.F. : Semaines Après Floraison

Liste des figures

Figure 1 : Section transversale et composition physique de l'olive.....	03
Figure 2 : Formation des substances aromatiques par la voie de lipoxygénase.....	11
Figure 3 : Structure chimique des tocophérols.	13
Figure 4: Principaux composés phénoliques de l'huile d'olive.	15
Figure 5 : Evolution de la teneur en matière grasse totale au cours de la formation et de la maturation de l'olive	21
Figure 6: Photographie des échantillons d'olives.....	30
Figure 7 : Poids moyen des olives à différents stades de maturité.....	41
Figure 8 : Teneur en eau des olives à différents stades de maturité.....	42
Figure 9 : Teneur en huile des olives à différents stades de maturité.....	43
Figure 10 : Acidité des huiles issues des olives à différents stades de maturité.....	45
Figure 11 : Indice de peroxyde des huiles issues des olives à différents stades de maturité.....	46
Figure 12 : Extinction spécifique à 232nm (K_{232}) des huiles issues des olives à différents stades de maturité.....	48
Figure 13 : Extinction spécifique à 270 nm (K_{270}) des huiles issues des olives à différents stades de maturité.....	48
Figure 14 : Teneur en chlorophylles des huiles issues des olives à différents stades de maturité.....	52
Figure 15 : Teneur en caroténoïdes des huiles issues des olives à différents stades de maturité.....	53

Figure 16 : Teneur en α tocophérol des huiles issues des olives à différents stades de maturité.....	55
Figure 17 : Teneur en β et γ tocophérols des huiles issues des olives à différents stades de maturité.....	55
Figure 18 : Teneur en tocophérols totaux des huiles issues des olives à différents stades de maturité.....	56
Figure 19 : Teneur en polyphénols totaux des huiles issues des olives à différents stades de maturité.....	58
Figure 20 : Indice d'amertume des huiles issues des olives à différents stades de maturité.....	60
Figure 21 : Teneur en <i>ortho</i> -diphénols totaux des huiles issues des olives à différents stades de maturité.....	61
Figure 22 : Pouvoir réducteur des extraits méthanoliques des huiles issues des olives à différents stades de maturité.....	64
Figure 23 : Pouvoir antiradicalaire des extraits méthanoliques des huiles issues des olives à différents stades de maturité (en % d'inhibition)	65
Figure 24 : Activité antiradicalaire des extraits méthanoliques des huiles issues des olives à différents stades de maturité.....	66
Figure 25 : Activité antiradicalaire des huiles issues des olives à différents stades de maturité.....	68
Figure 26 : Effet scavenger du peroxyde d'hydrogène des huiles issues des olives à différents stades de maturité.....	71
Figure 27 : Pourcentages d'inhibition de l'oxydation de l'acide linoléique des huiles issues des olives à différents stades de maturité.....	73

Liste des tableaux

Tableau I : Composition chimique de l'olive exprimée en pourcentage.....	04
Tableau II : Différentes catégories d'huile d'olive.....	07
Tableau III : Composition en triglycérides de l'huile d'olive (en %).....	08
Tableau IV : Composition de l'huile d'olive en acides gras.....	09
Tableau V : Effet biologique des principaux constituants bioactifs de l'huile d'olive	19
Tableau VI : Informations relatives aux différents échantillons d'olives récoltés....	29
Tableau VII : moyennes des acides gras totaux des huiles issues des olives à différents Stades de maturité.....	50
Tableau VIII : Facteurs de corrélation entre l'activité antiradicalaire et les teneurs en antioxydants.....	69
Tableau IX : Valeurs moyennes des EC ₅₀ des huiles d'olive des différentes variétés aux trois stades de maturité.....	70

Introduction

Introduction

L'olivier (*Olea europaea*), arbre sacré et béni, occupe une place importante dans l'arboriculture fruitière méditerranéenne. L'oléiculture revêt une grande importance pour l'économie rurale, le patrimoine régional et l'environnement.

La superficie oléicole mondiale est estimée à 10.492.000 ha. Une production de 2.611.000 tonnes est prévue pour la campagne 2008/2009 (COI, 2008).

En Algérie, l'oléiculture est l'une des plus importantes cultures arborescentes, elle est estimée à environ 300.000 ha, soit le tiers de la superficie arboricole. La production moyenne en huile d'olive est de 35.000 tonnes (soit 1,2 % de la production mondiale). Une production de 56.201 tonnes est enregistrée durant la campagne 2008/2009, la wilaya de Bejaia, à elle seule, a produit 19.000 tonnes.

L'huile d'olive « vierge », la seule huile alimentaire qui puisse prétendre au qualificatif de « naturelle », a connu ces dernières années un regain d'intérêt de la part des professionnels de divers domaines en raison de sa qualité nutritionnelle, organoleptique et ses applications thérapeutiques (Çavusoglu et Otkar, 1994; Jacotot, 2001).

Le régime alimentaire méditerranéen, dominé par la consommation quotidienne d'huile d'olive, a été identifié comme un modèle nutritionnel protecteur vis-à-vis des risques d'accidents cardiovasculaires et de certains cancers. Ces propriétés sont dues à son profil lipidique et à la présence de nombreux antioxydants (caroténoïdes, tocophérols et composés phénoliques) jouant le rôle de capteurs des radicaux libres (Ghedira, 2008; Huang *et al.*, 2008).

La qualité de l'huile d'olive et sa composition dépend des modifications qui surviennent à ses différentes substances depuis son apparition dans le fruit jusqu'à sa consommation. De nombreux facteurs interviennent : la variété, la région de provenance de l'olive, la récolte et les modalités de récolte, le stockage des olives, les procédés d'extraction... La maturation des olives qui s'accompagne par de nombreux processus de transformation et de synthèses de substances diverses est l'un des facteurs important affectant dans une large mesure la composition chimique notamment en antioxydants.

Afin de mieux situer le contexte dans lequel s'inscrit cette étude, une synthèse bibliographique est présentée sur la composition de l'olive, sa transformation en huile ainsi que l'évolution de la composition de l'huile au cours de la maturation des fruits. La deuxième partie est consacrée à la détermination des indices de qualité de l'huile d'olive, de la composition en acides gras, de la teneur en antioxydants (caroténoïdes, tocophérols, polyphénols et *ortho*-diphénols) ainsi qu'à l'activité antioxydante des échantillons d'huile et de leur extraits méthanoliques des quatre variétés d'olives (*Blanquette de Guelma*, *Boughenfous*, *Chemlal* et *Takesrit*) à trois stades de maturité (vert tacheté, tournant et noir).

*Synthèse
bibliographique*

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

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

I.1 L'olive

L'olive est le fruit de l'olivier, arbre fruitier caractéristique des régions méditerranéennes. Sur le plan botanique, c'est une drupe de forme ovoïde, à peau lisse, à enveloppe charnue riche en matière grasse, renfermant un noyau très dur, osseux, qui contient une graine. La couleur de l'olive, d'abord verte, vire au noire à pleine maturité (Soni *et al.*, 2006).

I.1.1 Structure de l'olive

L'olive est composée de trois parties: la cuticule (épicarpe), la pulpe (mésocarpe) et le noyau (endocarpe). La pulpe (mésocarpe) contient la majeure partie de l'huile d'olive (Ajana *et al.*, 1999). La figure ci-dessous donne la structure et la composition physique de l'olive (en % du poids sec de l'olive).

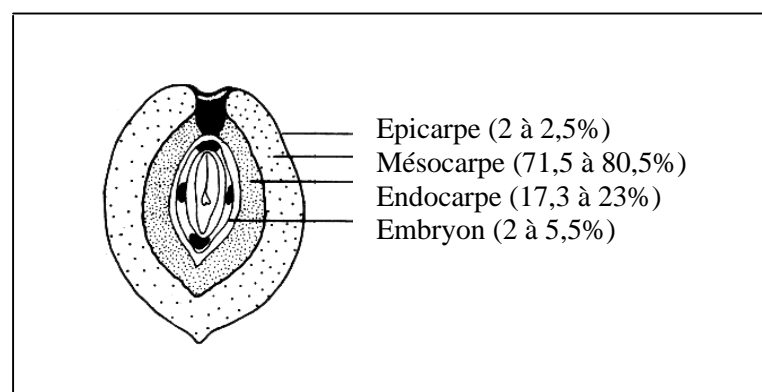


Figure 1 : Section transversale et composition physique de l'olive (Nefzaoui, 1999)

I.1.2 Composition chimique de l'olive

Récoltée à maturité complète (stade noir), une olive renferme en plus de l'eau diverses substances organiques : sucres, protéines, pigments, acides organiques, vitamines, composés phénoliques, ainsi que l'huile (Zarrouk *et al.*, 1996; Ajana *et al.*, 1999). L'olive est également riche en substances inorganiques dont fondamentalement le potassium, suivi du calcium, du magnésium et du phosphore, etc (Balatsouras, 1997). Le tableau I regroupe les principaux constituants de l'olive.

Tableau I : Composition chimique de l'olive exprimée en pourcentage(Zamora *et al.*, 2001)

Constituants	Quantité (%)
Eau	50
Huile	22
Protéines	1,6
Sucres	19,1
Cellulose	5,8
Sels minéraux	1,5

I.1.3 Techniques d'élaboration de l'huile d'olive

La mise en œuvre des olives en vue d'une extraction maximale de l'huile d'olive par des procédés mécaniques est effectuée en soumettant les olives à différentes opérations industrielles (Di Giovacchino, 1991; Angerosa *et al.*, 2001).

I.1.3.1 Stockage des olives

Les olives une fois récoltées suivant la méthode traditionnelle (manuelle) ou mécanique (machine) sont transportées immédiatement au moulin afin de préserver leur qualité.

Le stockage des olives est assurée soit en utilisant des caisses en matière plastique, soit en les dispersant sur un pavage lavable, en couche d'épaisseur réduite (20-30 cm), dans un milieu couvert, aéré et frais. Dans ces conditions, le stockage des olives limité à 1 ou 2 journées, n'est à l'origine que d'une légère détérioration de la qualité de l'huile qui, toutefois, peut devenir plus grave si la durée d'entreposage augmente (Di Giovacchino, 1999).

I.1.3.2 Effeillage et lavage

Ce sont des opérations préliminaires auxquelles doivent être soumises les olives avant l'extraction. Elles ont pour but de débarrasser les fruits des matières étrangères végétales (feuilles et brindilles) et minérales (terre et sable) (Di Giovacchino, 1991)

qui risquent d'altérer l'huile et de provoquer une usure prématurée de l'équipement (Uzzan, 1994).

I.1.3.3 Broyage

Le broyage constitue la première phase de l'extraction proprement dite. Les olives sont soumises à des actions mécaniques qui provoquent la dilacération des parois cellulaires et des membranes, visant à libérer les gouttelettes d'huile que renferment les cellules de la pulpe de l'olive (Di Giovacchino, 1999; Cortesi *et al.*, 2000; Artajo Medina, 2006).

I.1.3.4 Malaxage

Le malaxage vise à parfaire et à donner à la pâte une bonne régularité et homogénéité afin de favoriser la séparation des trois phases : solide, aqueuse et huileuse (Di Giovacchino, 1991; Uzzan, 1994). L'efficacité de cette opération dépend des caractéristiques rhéologiques des pâtes d'olives et des paramètres technologiques; le temps (durée du malaxage) et la température de la pâte (Chimi, 2006).

I.1.3.5 Extraction de l'huile

L'élaboration de l'huile d'olive comprend une série de processus mécaniques et / ou physiques ayant pour objectif fondamental de séparer le jus huileux de l'ensemble des produits présents dans la masse d'olives triturées (Mendoza, 1999). Pour cette raison, deux types de séparations sont nécessaires; une séparation de la phase liquide des grignons, ensuite une séparation de l'huile des margines.

a) Séparation des phases solide et liquide

Cette opération peut se faire par des systèmes de pression, de centrifugation et de percolation (Mendoza, 1999).

Selon Angerosa et Di-Giovacchino (1996) et Gimeno *et al.* (2002), le système de centrifugation est essentiellement de deux types:

- Système d'extraction avec centrifugation à trois phases : La pâte est soumise à deux centrifugations, la première pour séparer les grignons et les huiles plus margines et la deuxième pour séparer les huiles et les margines (De Stefano *et al.*, 1999)

- Système d'extraction avec centrifugation à deux phases : Possédant une seule centrifugation qui permet de séparer l'huile et les grignons humidifiés par les eaux de végétation provenant de l'olive (Chimi, 2006).

b) Séparation des deux phases liquides

Les densités différentes des deux liquides (huile et margines) permettent leur séparation par décantation naturelle ou par centrifugation dans des centrifugeuses verticales (Benyahia et Zein, 2003).

I.2 L'huile d'olive

I.2.1 Catégories d'huile d'olive

On désigne par l'huile d'olive vierge toute huile extraite du fruit de l'olivier (*Olea europaea L.*) uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques et dans des conditions, notamment thermiques, n'entraînant pas d'altération de l'huile, à l'exception des huiles obtenues par solvant ou par des procédés de réestérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature. L'huile d'olive vierge ne doit avoir subi aucun autre traitement que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration (COI, 2003).

Les huiles d'olive peuvent être répertoriées selon diverses catégories établies selon les caractéristiques des huiles. Le Conseil Oléicole International (COI, 2003) a ainsi répertorié quatre catégories d'huile d'olive qui sont rassemblées dans le tableau II.

Tableau II : Différentes catégories d'huile d'olive (COI, 2003).

Catégorie	Acidité (%)	Indice de peroxyde (mEq O ₂ /Kg)	Extinction spécifique dans l'UV			Caractéristiques organoleptiques	
			270nm	ΔK	232nm	Médiane du défaut	Médiane du fruité
1-Huile d'olive vierge extra	≤ 0,8	≤ 20	≤ 0,22	≤ 0,01	≤ 2,5	Me = 0	Me > 0
2-Huile d'olive vierge fine	≤ 2,0	≤ 20	≤ 0,25	≤ 0,01	≤ 2,6	0 < Me ≤ 2,5	Me > 0
3-Huile d'olive vierge courante	≤ 3,3	≤ 20	≤ 0,30	≤ 0,01	–	2,5 < Me ≤ 6	–
4-Huile olive vierge lampante	> 3,3	Non limité	–	–	–	Me > 6	–

I.2.2 Composition de l'huile d'olive

La composition chimique de l'huile d'olive (*Olea europaea*, L.) dépend largement de la variété du fruit, des conditions agronomiques, du degré de maturité, des procédés d'extraction et des conditions de stockage (Cichelli et Pertesana, 2004). Les composants de l'huile d'olive sont souvent classés en deux catégories : la fraction saponifiable et la fraction insaponifiable.

I.2.2.1 Fraction saponifiable

La quasi-totalité de la composition de l'huile est représentée par la fraction saponifiable, environ 99 % (Ruiz *et al.*, 1999). Elle se compose essentiellement de :

a) Triglycérides

Les triglycérides de l'huile d'olive sont caractérisés par leur composition en acides gras et leur structure glycéridique (Leger, 2003), dont la majorité (environ 25 à 51,7%) se présente sous forme de trioléine (Abaza *et al.*, 2002). Les principaux triglycérides de l'huile d'olive sont représentés dans le tableau III.

Tableau III : Composition en triglycérides de l'huile d'olive (en %) (Ryan *et al.*, 1998).

Nature	%
OOO	40-60
POO	10-20
OOL	10-20
POL	5-7
SOO	5-7

La structure glycéridique de l'huile d'olive est principalement caractérisée par une estérification préférentielle des fonctions alcools externes du glycérol par les acides gras saturés (palmitique 16 :0 et stéarique 18 :0) (Leger, 2003). La position Sn2 du glycérol est esterifiée par les acides gras insaturés en particulier l'acide oléique (Ajana *et al.*, 1999).

b) Acides gras

L'huile d'olive a un profil d'acides gras caractéristique, dominé par l'acide oléique C18 :1, l'acide linoléique C18 :2, l'acide palmitique C16 :0 et l'acide stéarique C 18 :0 (Ryan *et al.*, 1998 ; Ait Yacine, 2002). Les principaux acides gras de l'huile d'olive sont représentés dans le tableau IV.

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

Acides gras	Symboles	Limite 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 linoléinique	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

La norme européenne (CE 2002) stipule que des teneurs en trans oléique, trans (linoléique + linoléinique) doivent être respectivement inférieures à 0,05%.

I.2.2.2 Fraction insaponifiable

Elle est appelée également fraction non glycéridique et souvent accompagnée des termes « composants mineurs » : hydrocarbures, squalène, beta-carotène, tocophérols, phénols et substances dérivées, esters, aldéhydes et cétones, alcools aliphatiques, alcools terpéniques et stérols (Berra, 1998).

a) Stérols

Les stérols sont des constituants présents dans l'huile d'olive sous forme libre et estérifiée avec les acides gras (Philips *et al.*, 2002; Cunha *et al.*, 2006), dont le principal, est le β -sitostérol, qui représente jusqu'à 90-95% du total (Ryan *et al.*, 1998; Lopez Ortiz *et al.*, 2006). Le campésterol et le stigmastérol comptent respectivement pour 3% et 1% du total (Sivacumar *et al.*, 2006; Schwartz *et al.*, 2008). Parmi les facteurs, qui influent sur leur teneur dans l'huile d'olive, figurent la variété des olives et leur degré de maturité (Assmann et Wahrburg, 1999).

Si les composés stéroliques montrent une certaine stabilité (Cercaci *et al.*, 2007) en fonction de la région (zone géographique) et de la variété, la somme de l'érythrodiol et uvaol peut être utilisée comme un bon indicateur de la zone de provenance et de la variété (El Antari *et al.*, 2000).

La composition de la fraction stérolique peut renseigner sur d'éventuelles adultérations (Philips *et al.*, 2002; Pardo *et al.*, 2007)

b) Les substances aromatiques

Les composés responsables de l'arôme délicat et unique de l'huile d'olive proviennent du fruit (Dhifi *et al.*, 2006; Baccouri *et al.*, 2007) lesquels, en plus, définissent les caractéristiques organoleptiques de l'huile (Aparicio et Luna, 2002). Ils sont incorporés à l'huile durant le broyage et le malaxage des olives (Angerosa *et al.*, 2001).

Les principaux précurseurs de ces composés sont les acides gras insaturés (particulièrement les acides linoléique et linoléique) et les acides aminés (Jahouach-Rabai *et al.*, 2008).

Luna *et al.* (2006) ont identifié 64 substances volatiles dans 39 variétés d'olive. Leurs concentrations varient selon le cultivar, le degré de maturité, les conditions agronomiques, le système d'extraction, l'état sanitaire des olives et surtout l'activité enzymatique (Zunin *et al.*, 2005; Runcio *et al.*, 2008).

La figure 2 illustre les étapes de formation des différents composés volatiles par la voie de la lipoxigénase (Salas *et al.*, 2000).

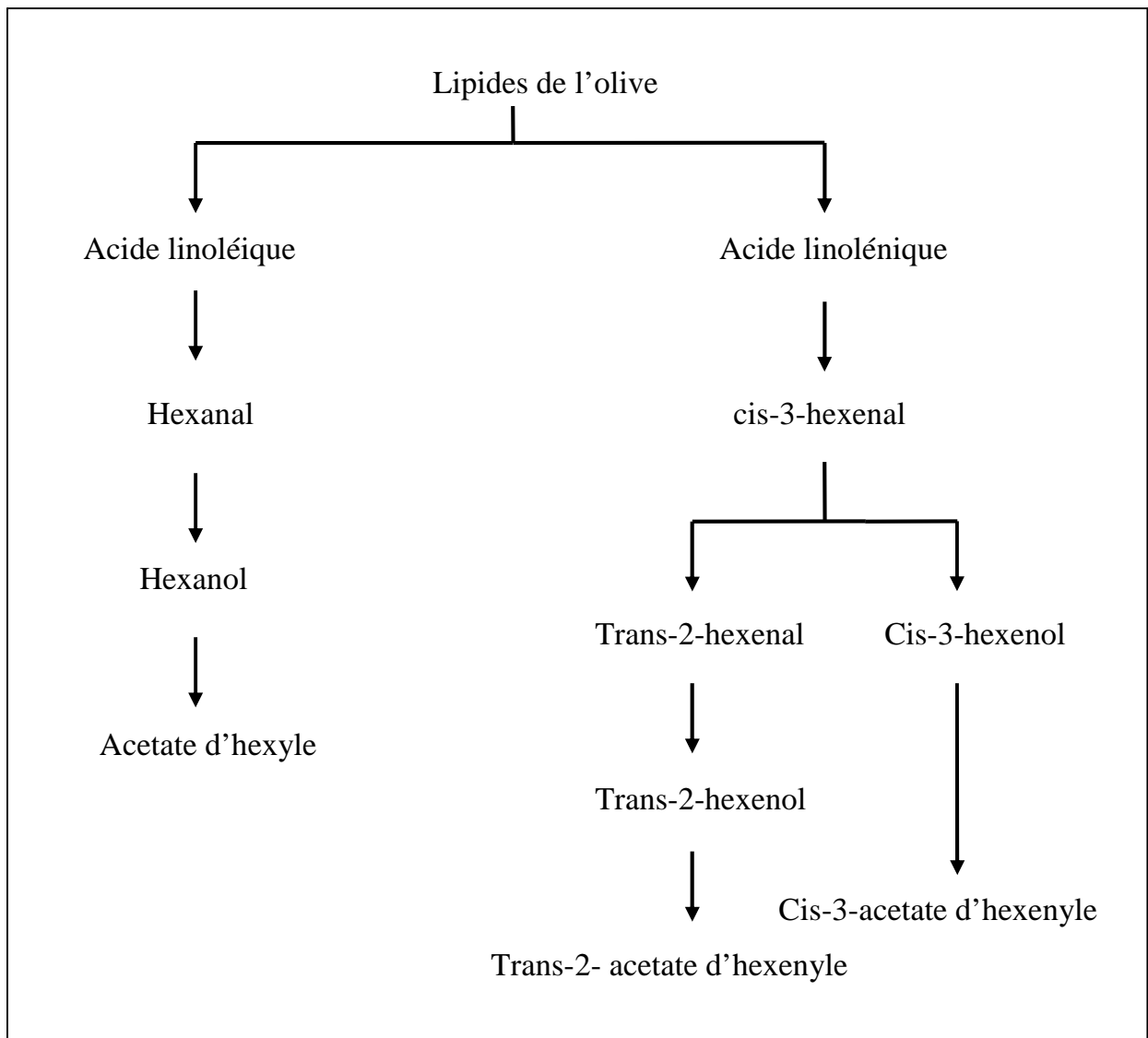


Figure 2 : Formation des substances aromatiques par la voie de lipoxygénase
(Zunin *et al.*, 2004)

c) Les chlorophylles

L'huile d'olive est riche en pigments chlorophylliens : chlorophylles a et b qu'on retrouve naturellement dans les olives fraîches et les phéophytines a et b qui sont formés durant l'extraction de l'huile (Facourelis *et al.*, 1987; Guandual-Rojas et Minguez-Mosquera, 1996; Schoefs, 2004).

Leur présence dans l'huile d'olive dépend de la variété, du degré de maturité, des conditions environnementales, des procédés d'extraction et des conditions de stockage (Giuffrida *et al.*, 2007).

Le processus d'extraction de l'huile d'olive cause des pertes en ces pigments, principalement les chlorophylles qui sont transformées en phéophytines (Criado *et al.*, 2007).

Les chlorophylles et les phéophytines, en présence de lumière, ont une activité pro-oxydante, en assurant la formation de l'O₂ singulet et promouvoit la première phase du processus d'auto-oxydation (Minguez-Mosquera *et al.*, 1990; Cichelli et Pertesana, 2004).

La dégradation des chlorophylles pendant la maturation est catalysée par les lipooxygénase (lors de la co-oxydation couplée à la lipopéroxydation), les peroxydases (lors de l'oxydation) (Minguez-Mosquera *et al.*, 1990; Guandul-Rojas et Minguez-Mosquera, 1996) ou les chlorophyllases (Guandul-Rojas et Minguez-Mosquera, 1996; Alais *et al.*, 2003).

d) Antioxydants

d.1) Les caroténoïdes

L'huile d'olive est riche en caroténoïdes (Facourelis *et al.*, 1987; Schoefs, 2005). Leur présence dans l'huile d'olive dépend de la variété, du degré de maturité, des conditions environnementales, du procédés d'extraction et les conditions de stockage (Giuffrida *et al.*, 2007).

Les principaux caroténoïdes dans l'huile d'olive sont la lutéine, le beta-carotène et les xanthophylles suivantes : néoxanthine, violaxanthine, lutéoxanthine, anthéroxanthine, mutatoxanthine et beta-cryptoxanthine (Ryan *et al.*, 1998; Roca et Minguez-Mosquera, 2003).

Les caroténoïdes sont des puissants inhibiteurs de la photo-oxydation de l'huile d'olive induite par les chlorophylles (Rodriguez-Amaya, 2001; Schoefs, 2002).

d.2) Tocophérols : Vitamines

Les différents tocophérols (α , β , γ et δ) se distinguent entre eux par le nombre et la localisation des groupements méthyles fixés sur le noyau (figure3) (Lee *et al.*, 2004).

L'huile d'olive contient de l' α -tocophérol à environ 95% du total (Ryan *et al.*, 1998); le tocophérol doté de la plus forte activité vitamine E (Assmann et Wahrburg, 1999).

La teneur de ces molécules présentes dans l'huile est fonction de plusieurs facteurs dont la variété de l'olive et sa maturité ainsi que les conditions et la durée de la conservation de l'huile (Assmann et Wahrburg, 1999; Gimeno *et al.*, 2002; Guillard, 2003).

Les tocophérols sont des composés importants, de l'huile d'olive en raison de leur contribution à la stabilité oxydative et aux qualités nutritionnelles de l'huile (Ryan *et al.*, 1998; Gimeno *et al.*, 2002). Ils présentent un effet synergiste avec le β -carotène en le protégeant contre l'oxydation (Perrin, 1992).

C'est un antioxydant naturel efficace (Lo Curto *et al.*, 2001), en cédant un ou deux atomes d'hydrogène par molécule à des radicaux libres éventuellement présents (Poisson et Narce, 2003; Kalogeropoulos *et al.*, 2007). De plus, ces composés protègent les acides gras polyinsaturés de l'oxydation (Jacotot et Le Parco, 1992; Perrin, 1992).

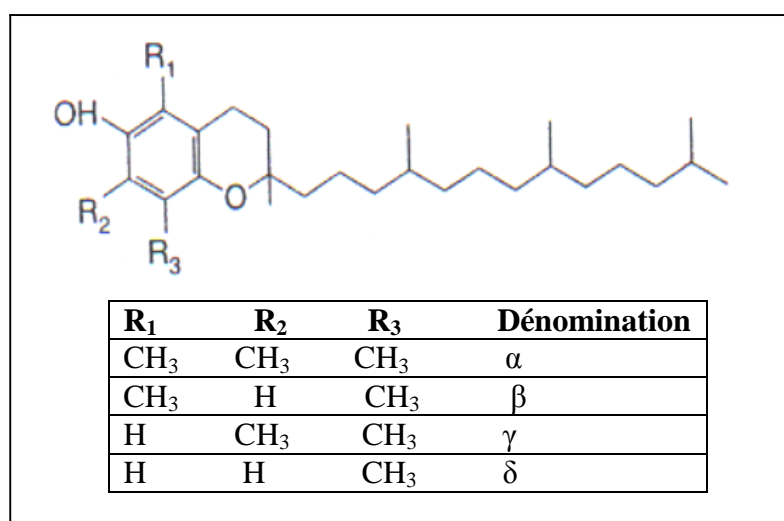


Figure 3 : Structure chimique des tocophérols (Lee *et al.*, 2004).

d.3) Composés phénoliques

Les polyphénols communément dénommés, composés phénoliques est une appellation générique qui désigne un vaste ensemble de substances aux structures chimiques variées (Mompon *et al.*, 1998). Actuellement, plus de 8000 composés naturels ont été isolés et identifiés (Hennebelle *et al.*, 2004).

L'effet de cette catégorie de composés sur la qualité, la conservation et la valeur biologique de l'huile d'olive a fait l'objet de nombreuses recherches ces dernières années (Ninfali *et al.*, 2001; Cortesi et Rovellini, 2004).

Leurs teneurs dans l'huile d'olive vierge dépendent non seulement de la variété, mais aussi de la maturation des fruits (Angérosa *et al.*, 1995; Brenes *et al.*, 1999; Visioli *et al.*, 2002).

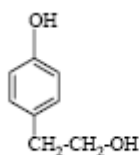
Les composés phénoliques dans l'huile d'olive sont soit à l'état lié, etherfiés ou estérifiés dans les glucosides (Perrin, 1992 ; Dhifi *et al.*, 2006), soit à l'état libre issus des réactions d'oxydation et d'hydrolyse au sein de ces composés au cours de la maturation du fruit, ou lors du processus de l'extraction (Vazquez Roncero, 1978; Berra, 1998; Tsimidou, 1998; Dhifi *et al.*, 2006).

L'huile d'olive vierge est riche en polyphénols appartenant à diverses familles : (phénols et hydroxyphénols, acides et alcools phénols, sécoiridoides, lignanes, flavonoides, ...) (Ninfali *et al.*, 2001).

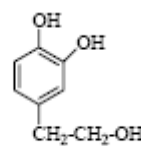
L'oleuropéine et le ligstroside sont les sécoiridoides majoritaires de l'olive (Idrissi *et al.*, 2004 ; Bešter *et al.*,2008). Leur aglycone lipophile, sont présents dans l'huile d'olive (Brenes *et al.*,1999; Rovellini et Cortesi, 2003). Les principaux composés phénoliques de l'huile d'olive sont représentés dans la figure 4.

Les anti-oxydants les plus puissants sont représentés par les *Ortho*-diphénols, dont les principaux sont : l'hydroxytyrosol, l'acide caféique et l'oléuropéine (Monti *et al.*, 2001; Ollivier *et al.*, 2004) .

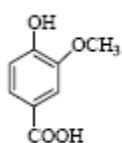
Les deux principaux flavonoides présents dans l'huile d'olive vierge sont la lutéoline et l'apigénine (Cortesi et Rovellini, 2004).

Les alcools phénoliques

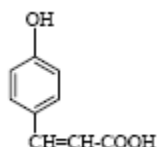
Tyrosol



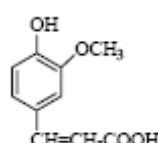
Hydroxytyrosol

Les acides phénoliques

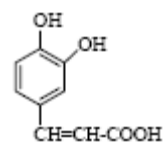
Acide vanillique



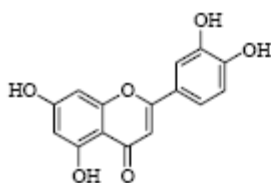
Acide p-coumarique



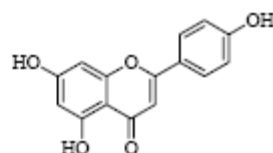
Acide férulique



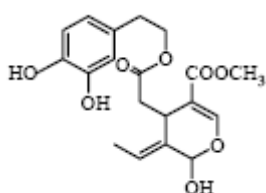
Acide caféique

Les flavonoïdes

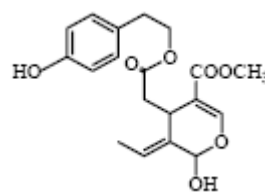
Lutéoline



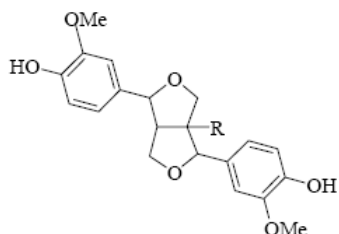
Apigénine

Les sécoïridoïdes

Oleuropéine aglycone



Ligstroside aglycone

Les lignanes

R=H Pinorésinol

R=OCOCH₃ 1-acétoypinorésinol**Figure 4:** Principaux composés phénoliques de l'huile d'olive (Ollivier *et al.*, 2004).

I.2.3 Activité antioxydante de l'huile d'olive

Le monde des sciences biologiques et médicales, est envahi par un nouveau concept, celui des antioxydants. Le terme "antioxydant" recouvre un ensemble d'activités diverses où plusieurs espèces sont habiles, à ralentir ou à empêcher l'oxydation des substrats biologiques (Ames *et al.*, 1993; Favier, 2003).

Les antioxydants suscitent depuis une dizaine d'année, un engouement considérable (Manach *et al.*, 2004; Djeridane *et al.*, 2005). Une des raisons primordiales, est la reconnaissance de leur propriété antioxydante et leur implication dans la prévention de diverses pathologies associées au stress oxydatif (Akagawa et Suyama, 2001). Phénomène au cours duquel les éléments pro-oxydants surpassent les capacités antioxydantes de l'organisme; il en résulte un déséquilibre entre pro-oxydants et antioxydants (Byrne *et al.*, 2003; Koechlin-Ramonatxo, 2006).

L'intervention des antioxydants se fait assez souvent à plusieurs niveaux : piégeage de radicaux libres (Nijveldt *et al.*, 2001; Pincemail *et al.*, 2002; Ohshima, 2003), chélation de métaux (Pietta, 2000; Lee *et al.*, 2004) et inhibition de certaines enzymes (Hansaki, 1994; Middleton *et al.*, 2000; Derbel et Ghedira, 2005).

I.2.3.1 Méthodes d'évaluation de l'activité antioxydante

La mesure du potentiel antioxydant et le suivi des processus d'oxydation sont abordés globalement en déterminant des produits résultant de l'oxydation, en évaluant l'aptitude à piéger les radicaux de modèles réactionnels ou en mesurant l'effet des antioxydants sur l'activité enzymatique (xanthine oxydase, cholinestérase, peroxydase,...) (Bonfont-Rousselot *et al.*, 2003; Marc *et al.*, 2004).

a) Tests mesurant l'inhibition de l'oxydation des lipides

L'autooxydation d'un corps gras est un phénomène mettant en jeu des réactions radicalaires capables de s'auto-entretenir et qui ne nécessitent que la présence d'oxygène atmosphérique (Castera-Rossignol et Bosque, 1994; Avelessi *et al.*, 2004). Les acides gras polyinsaturés sont les plus susceptibles aux attaques radicalaires et génèrent des peroxydes lipidiques qui sont eux même très réactifs (Alais *et al.*, 2003; Cuvelier et Martel, 2002).

Le test de l'activité antioxydante le plus simple implique l'incorporation d'un antioxydant à une huile, lipide ou un modèle de substrat tel que l'acide linoléique ou le linoléate de méthyle. Après incubation, le pouvoir antioxydant s'exprime par le taux d'inhibition de la formation des hydroperoxydes (Miller, 1971; Manian *et al.*, 2008).

Une autre procédure colorimétrique utilisant une solution de β -carotène et d'acide linoléique qui consiste à la destruction oxydative du β -carotène par les produits de dégradation de l'acide linoléique (Şahin *et al.*, 2004; Škerget *et al.*, 2005; Mata *et al.*, 2007).

b) Test de stabilité oxydative d'un corps gras

La mesure de la stabilité d'un corps gras est réalisée par des tests de vieillissement accélérés; le matériel le plus utilisé est l'appareil de « Rancimat ». Il permet de déterminer le temps de résistance d'un échantillon à l'oxydation par conductimétrie (Rolland, 2004).

c) Tests évaluant l'effet « Scavenger » sur les radicaux libres

Un éventail de techniques a été développé afin d'estimer l'activité antioxydante, en mesurant l'aptitude des antioxydants à exercer un effet «scavenger» sur les radicaux libres : radicaux cationiques ABTS^{•+} (l'acide 2,2'-azobis-ethylbenzothiazoline-6-sulphonique) (Gil *et al.*, 2000; Prior *et al.*, 2000; Pellegrini *et al.*, 2003), DMPD^{•+} (*NN*-dimethyl-*p*-phenylene diamine) (Fogliano *et al.*, 1999) et le radical stable DPPH[•] (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl) (Marc *et al.*, 2004).

D'autres méthodes peuvent être citées telles, la mesure du pouvoir réducteur qui met en avant la capacité d'une molécule à réduire un oxydant en lui cédant un électron. Le test de la chélation des ions Fe²⁺ quant à lui, détermine la capacité d'une molécule à fixer les ions Fe²⁺ qui jouent un rôle important lors de la production des radicaux libres notamment lors de la réaction de Fenton. Le fer joue aussi un rôle dans la phase de propagation de la lipoperoxydation ainsi que dans la formation du radical O₂⁻ (Huang *et al.*, 2005).

I.2.4 Intérêt nutritionnel et thérapeutique de l'huile d'olive

L'huile d'olive occupe une place importante dans l'alimentation traditionnelle des pays méditerranéens. Des travaux ont rapporté qu'une réduction du risque d'infarctus du myocarde, de la mortalité par maladie coronarienne est observée chez des populations méditerranéennes associant, une consommation de l'huile d'olive.

Par ailleurs, la consommation de l'huile d'olive est liée également à l'amélioration des résultats de certains indicateurs du risque de maladies cardiovasculaires : meilleure contrôle de la tension artérielle, diminution des taux sanguins de triglycérides, de glucose, de cholestérol total et de cholestérol-LDL ainsi qu'un effet anticoagulant (Covas, 2007; Bester *et al.*,2008).

Certaines études ont montré que l'huile d'olive aide les personnes atteintes de diabète à contrôler leur pression artérielle, à maintenir un poids raisonnable et à atteindre des taux de glycémie proches de la normale (Leon Carralafuente, 2003).

Le tableau V récapitule les effets biologiques des principaux constituants de l'huile d'olive.

Tableau V : Effet biologique des principaux constituants bioactifs de l'huile d'olive

Constituants	Effets	Auteurs
Acide oléique	<ul style="list-style-type: none"> - Abaisse le cholestérol LDL et le protège de l'oxydation. - Ne modifie pas ou augmente le cholestérol HDL et- Protège les HDL de l'oxydation - Diminue les triglycérides plasmatiques. - Abaisse l'incorporation des LDL dans les macrophages. - Réduit la production de l'O₂ singulet par monocytes humains. - Améliore la cinétique d'incorporation des lipides dans le plasma au cours de la digestion. -Améliore la vitesse d'incorporation des triglycérides dans les lipoprotéines. 	(Berra, 1998; Delplanque <i>et al.</i> , 1999; Salas <i>et al.</i> , 2000; Leon Carralafuente, 2003)
Polyphénols	<ul style="list-style-type: none"> - Protègent les LDL de l'oxydation. - Epargnent la consommation de vitamine E lors de l'oxydation des LDL in vitro. - Protègent de l'attaque par l'ion peroxydite in vitro. - Diminuent la production de l'O₂ singulet par lignée promocytaire. - Inhibent les 5- et 12-lipoperoxygénases. - L'hydroxytyrosol et l'oleuropéine agissent comme antibactérien à concentrations élevées. Antiagrégants, antithromboxane, anti-inflammatoire, antithrombotique et vaso-relaxantes - L'oleuropéine présente des propriétés diurétiques, hypoglycémiantes et antihypertensives. Effet inhibiteur sur une enzyme impliquée dans le développement du cancer. 	(Visioli et Galli, 1994; Berra, 1998; Vatterm <i>et al.</i> , 2005) (Halliwell <i>et al.</i> , 2005) (Bisignano <i>et al.</i> , 1999) (Perrin, 1992) (Leon-Carralafuente, 2003)

Suite du tableau V

Tocophérols (Vitamine E)	Effets immunorégulateur (améliore la réponse immunitaire et la résistance aux maladies). Réduisent la mutagénicité des produits mutagènes.	(Leon-Carralafuente, 2003; Halliwell <i>et al.</i> , 2007 ; Schwartz <i>et al.</i> , 2008)
Stérols	Le β -sitostérol s'oppose à l'absorption intestinale du cholestérol alimentaire et possède un effet bénéfique sur le cancer du colon, du sein et de l'estomac. Contribuent à la diminution du cholestérol total du sérum et du LDL .	(Phillips <i>et al.</i> , 2001; Leon-Carralafuente, 2003; Schwartz <i>et al.</i> , 2008)
Substances aromatiques	Contribuent à une meilleure activité digestive. Effet antimicrobien.	(Bisignano <i>et al.</i> , 2001; Leon-Carralafuente, 2003)
Pigments	Exercent une activité antioxydante (caroténoïdes et chlorophylles). La chlorophylle exerce une action d'excitation du métabolisme, stimulation de la croissance cellulaire et accélération des processus de cicatrisation.	(Gimeno <i>et al.</i> , 2002)
Squalène	Augmente les formes athérogènes de transport de cholestérol plasmatique. Inhibe la synthèse du cholestérol. Joue un rôle protecteur dans le développement des tumeurs.	(Léger, 2003 ; Leon-Carralafuente, 2003 ; Covas, 2007)

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

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

L'étude du processus de maturation des olives est fondamentale pour l'obtention d'une huile d'olive de qualité (Pinatel, 1999). De nombreux processus de transformation chimique et de synthèse de substances organiques ont lieu au cours de la maturation, en particulier la synthèse des triglycérides qui s'accumulent dans les vacuoles et qui constituent presque en totalité, l'huile d'olive (Sanchez Casas *et al.*, 1999; Matos *et al.*, 2007b).

II.1 Processus de maturation

II.1.1 Evolution du Poids des fruits

Ce paramètre peut être considéré comme une caractéristique variétale. L'évolution de ce paramètre chez toutes les variétés montre d'abord une augmentation du poids au cours du développement ensuite une diminution durant la maturation (El Antari *et al.*, 2003a).

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

La quantité de lipides totaux ainsi que celle de leurs acides gras constitutifs, évoluent de manière identique. La courbe représentant leur évolution est plus ou moins linéaire permettant de distinguer trois phases (figure 5) :

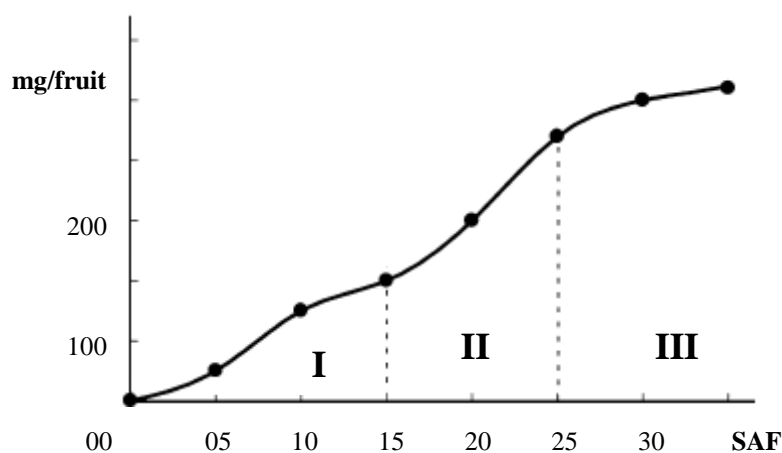


Figure 5 : Evolution de la teneur en matière grasse totale au cours de la formation et de la maturation de l'olive (SAF : semaines après floraison) (Zarouk *et al.*, 1996).

- Une phase d'accumulation lente d'huile caractérisant les fruits néoformés. Le taux de matière grasse n'y excède pas 4% en poids de la matière fraîche;
- Une phase d'accumulation rapide s'étalant sur vingt semaines environ à l'issue desquelles le taux de matière grasse atteint 27% de la matière fraîche;
- Une phase de ralentissement des synthèses lipidiques caractérisée par un taux quasi-stable de matière grasse. Cette phase favorable à une bonne récolte qualitative et quantitative s'étale sur environ quatre semaines et précède le phénomène de surmaturation (Zarouk *et al.*, 1996).

Il est à noter que si la cueillette des olives est effectuée au-delà de la période de maturité optimale correspondant à la phase stationnaire, on enregistre une double baisse quantitative pouvant atteindre 20% de la teneur optimale et qualitative pouvant se concrétiser par une modification de la composition en acides gras de l'huile suite à une lipolyse endogène et/ou exogène (Zarouk *et al.*, 1996).

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

La composition chimique des huiles est fonction du degré de maturité des drupes et varie au cours du processus de maturation (Criado *et al.*, 2007).

II.1.3.1 La composition en acides gras

Deux faits sont à retenir concernant l'évolution des acides gras :

- Une augmentation de la teneur de tous les acides gras contenus dans l'huile issue des olives récoltées au cours de leur deuxième phase d'accumulation (Baccouri *et al.*, 2008a);
- Une accumulation préférentielle d'acide oléique pouvant atteindre (70%) de la teneur totale en acides gras, qui détermine le rythme final d'accumulation de la matière grasse (Conde *et al.*, 2008).

En effet, au début de la maturité des olives, l'huile présente des teneurs faibles en acide oléique. Selon Tamendjari *et al.* (2004b) qui ont travaillé sur la variété *Chemlal*, ces teneurs augmentent au fur et à mesure de la maturité des olives. Les acides palmitique, palmitoléique et linoléique diminuent (Caselli *et al.*, 1993; Gimeno *et al.*,

2002) alors que les acides arachidique et gadoléique restent constants durant tout le processus de maturation (Ait Yacine *et al.*, 2002).

II.1.3.2 La composition en triglycérides

Les triacylglycérols synthétisés au cours du développement et de la maturation de l'olive sont caractérisés par des teneurs qui évoluent de la même manière que celle des acides gras (Salas *et al.*, 2000).

Au début de la lipogenèse, les phénomènes de formation des triglycérides font apparaître un glissement en faveur des chaînes à 18 atomes de carbone et à insaturation différente : remplacement préférentiel de l'acide palmitique par l'acide linoléique (OPP et OOP vers OLL et OOL) (Caselli *et al.*, 1993; Baccouri *et al.*, 2008a).

Les diglycérides 1,2 qui sont considérés comme étant les intermédiaires de la biosynthèse, diminuent dans l'huile avec l'avancement du processus de maturation des olives, alors que les diglycérides 1,3 qui constituent les produits de l'hydrolyse des triglycérides, présentent une tendance à la hausse (Koutsaftakis *et al.*, 2000).

II.1.3.3 La composition en stérols

Le taux de cette famille de composants dans l'huile n'est pas stable, mais ils diminuent avec le temps (Inglese, 1994; Cunha *et al.*, 2006). Le β -sitostérol et le campestérol diminuent au fur et à mesure de l'avancement du processus de maturation (Caselli *et al.*, 1993; El Antari *et al.*, 2000). Cette chute est compensée par une hausse du delta-5-avénastérol que d'autres auteurs ont signalé comme étant un indice de l'aboutissement du cycle de maturation (Bruni *et al.*, 1994).

II.1.3. 4 La composition en chlorophylles

L'huile d'olive est riche en pigments chlorophylliens qui tendent à se dégrader au cours de la maturation de l'olive (Gandul-Rojas et Minguez-Mosquera, 1996). La chute est tellement importante que leurs concentrations tendent vers 0 mg/kg dans l'huile issue des olives noires (Cichelli et Pertesana, 2004; Beltran *et al.*, 2005). Les teneurs en chlorophylles de l'huile vierge extra varient de 16 à 27 mg/kg dans l'huile issue des olives vertes, de 6 à 10 mg/kg dans l'huile issue des olives tournantes et de

0,5 à 3 mg/kg dans l'huile issue des olives noires (Minguez-Mosquera *et al.*, 1990; Matos *et al.*, 2007b).

En effet, d'autres substances se forment, en l'occurrence les anthocyanes, donc d'autres couleurs prendront place au niveau du fruit d'olive (Garcia *et al.*, 1996; Ajana *et al.*, 1999).

II.1.3.5 La composition en antioxydants

a) Les caroténoïdes

Ces composés présentent une évolution inverse par rapport à l'indice de maturité (Criado *et al.*, 2007). Les concentrations en caroténoïdes dans l'huile d'olive présentent des valeurs qui peuvent aller jusqu'à 100 mg/kg (Cichelli et Pertesana, 2004). Leurs teneurs varient de 20 à 60 mg/kg dans l'huile issue des olives vertes, de 6 à 18 mg/kg dans l'huile issue des olives tournantes et de 1,5 à 5 mg/kg dans l'huile issue des olives noires (Salvador *et al.*, 2001).

b) Les Tocophérols

Les teneurs en tocophérols tendent à diminuer au cours de la maturation (Bruni *et al.*, 1994), leurs concentrations varient de 180 à 300 mg/kg dans l'huile issue des olives vertes, de 150 à 240 mg/kg dans l'huile issue des olives tournantes et de 130 à 200 mg/kg dans l'huile issue des olives noires (Matos *et al.*, 2007a).

c) Les composés phénoliques

La teneur de l'huile d'olive en composés phénoliques diminue fortement au cours de la maturation des olives (Brenes *et al.*, 1999 ; Gimeno *et al.*, 2002; Gomez-Rico *et al.*, 2008). D'après les résultats obtenus par Cerretani *et al.* (2004), les concentrations en polyphénols varient de 400 à 600 mg/kg dans l'huile issue des olives vertes, de 270 à 350 mg/kg dans l'huile issue des olives tournantes et de 200 à 400 mg/kg dans l'huile issue des olives noires. Pour ce qui est des *Ortho*-diphénols, leurs teneurs varient de 100 à 200 mg/kg dans l'huile issue des olives vertes, de 170 à 300 mg/kg dans l'huile issue des olives tournantes et de 120 à 220 mg/kg dans l'huile issue des olives noires.

La teneur en oleuropéine (composé phénolique majoritaire de l'olive) diminue au cours de la maturation suite à son hydrolyse par des estérases engendrant ainsi

l'accumulation de diméthyl-oleuropéine (Visioli *et al.*, 2002; Rovellini et Cortesi, 2003). Selon Brenes *et al.* (1999), la dégradation de l'oleuropéine est également accompagnée d'une augmentation de l'hydroxytyrosol.

II.1.4 Evolution des paramètres de qualité de l'huile

Les paramètres qui déterminent la qualité de huile (acidité, indice de peroxyde et la résistance à l'oxydation) montrent des variations en fonction de la variété et du stade de maturité de l'olive (Garcia *et al.*, 1996; Koutsaftakis *et al.*, 2000).

II.1.4.1 Acidité

L'acidité, un des principaux critères de qualité de l'huile d'olive, est le résultat de l'hydrolyse de l'huile provoquée par l'action des enzymes libérées lors de la maturation du fruit (Michelakis, 1990).

Les études menées par Dugo *et al.* (2004), ont montré une augmentation de l'acidité de l'huile durant la maturation des olives. Sanchez Casas *et al.* (1999) et Gimeno *et al.* (2002) estiment qu'il n'y a aucune corrélation entre la date de récolte des olives et l'acidité.

II.1.4.2 Etat d'oxydation

Les paramètres qui mesurent l'oxydation des huiles (K_{232} , K_{270} , indice de peroxyde et la stabilité à l'oxydation) indiquent une détérioration progressive de la qualité de l'huile au cours de la maturation (Koutsaftakis *et al.*, 2000; Tamendjari *et al.*, 2004b).

La stabilité à l'oxydation de l'huile diminue légèrement lorsque les fruits avancent dans la maturation. Cette régression est généralement attribuée aux différentes réponses métaboliques des variétés et à la diminution de la teneur en polyphénols au cours de la maturation (Garcia *et al.*, 1996; Panaro *et al.*, 2003; Beltran *et al.*, 2005)

II.1.4.3 Caractéristiques organoleptiques

Dans une optique de qualité maximale, la maturité organoleptique est le critère qui devient prioritaire. La période de récolte sera centrée sur l'instant où l'huile présente le profil organoleptique le plus avantageux (Pinatel, 1999).

Michelakis (1992) a estimé que les principales caractéristiques négatives que l'huile d'olive est susceptible d'acquérir pendant le cycle de maturation sont :

- **Ver** : Flaveur de l'huile extraite de fruits fortement attaqués par la mouche de l'olive ;
- **Terre** : goût des huiles extraites de fruits qui sont demeurés quelques temps en contact du sol;
- **Sec** : goût caractéristique de fruits très sec ou meurtris par le gel;
- **Rêche** : goût caractéristique des huiles tirées d'olives vertes, pas encore mures.

Si l'on souhaite une huile de meilleure qualité qui préserve ses caractéristiques organoleptiques, le mieux est d'avancer un peu l'olivaison, malgré une légère perte en quantité d'huile (Garcia *et al.*, 1996; Ranalli *et al.*, 1998; Cerretani *et al.*, 2004).

II.2 Facteurs influençant le processus de maturation

II.2.1 Effet de la variété

La période de maturation est différente d'une variété à une autre, pour cette raison, des variétés caractérisées par leur maturation précoce, moyenne et tardive sont à distinguer. En effet, c'est les caractères génétiques (cultivars) qui déterminent le cycle de maturation (Sanchez Casas *et al.*, 1999; El Antari *et al.*, 2003a).

La composition des huiles varie étroitement en fonction du patrimoine génétique de l'olive (Ryan *et al.*, 1998; Busconi *et al.*, 2003).

D'après Inglese (1994), la quantité et la qualité d'une huile à un moment donné de la maturation des drupes, résultent d'interactions multiples qui peuvent masquer l'influence spécifique du cultivar.

II.2.2 Effet des pratiques culturales

L'irrigation permet d'obtenir des olives à gros calibre et améliore la teneur en huile. Elle permet également d'agir sur la maturité des fruits, soit en l'avancéant si la charge fructifère de l'arbre est faible ou en la retardant dans le cas inverse (El Antari *et al.*, 2000). Selon Artajo Medina (2006) et Grattan *et al.* (2006), un déficit hydrique accélère le processus de maturation et affecte la composition de l'olive durant les premières phases de maturation.

Une irrigation avec une eau chargée en sel entraîne des variations qualitatives et quantitatives dans la composition lipidique de l'olive (Chartzoulakis, 2005). La teneur en acide linoléique augmente d'une manière régulière et importante lorsque la concentration en sel du milieu de culture croît.

Un apport en engrais riches en azote retarde la maturation. Le potassium s'accumule dans le fruit et joue un rôle important dans la lipogénèse (Rahmani, 1996).

II.2.3 Effet des conditions climatiques

Les conditions climatiques, relativement douces, permettent d'obtenir des huiles de qualité, y compris à des époques tardives (Panaro *et al.*, 2003; Cerretani *et al.*, 2004).

Selon Zarouk *et al.* (1996), les basses températures favorisent la biosynthèse de l'acide linoléique au désavantage de l'acide oléique.

II.2.4 Effet des ravageurs

Parmi la faune entomophage nuisible de l'olivier, la mouche de l'olive, *Bactrocera oleae* est la plus redoutable. Ce ravageur entraîne une perte d'une partie de la drupe du fruit. Il stimule, par ailleurs, la maturation anticipée du fruit dont il précipite la chute avec la réduction consécutive du rendement en huile (Rahmani, 1996; Tamendjari *et al.*, 2004a; Beltran *et al.*, 2005).

II.3 Méthodes d'évaluation de la date de récolte

Selon Rahmani (1996), la détermination de l'époque optimale de récolte a fait l'objet de plusieurs approches. Les méthodes utilisées à cet effet peuvent être subdivisées en :

II.3.1 Méthodes analytiques instrumentales

- Détermination de la teneur en huile des olives;
- Détermination de la teneur en composés phénoliques dans olives;
- Détermination de la concentration totale en composés volatils ;
- Détermination du rapport des absorbances A665/A525 de la pâte d'olive;
- Détermination du rapport acide malique/acide citrique;
- Détermination du rapport résistance au détachement/poids unitaire du fruit (indice de chute) (Rahmani, 1996; Pinatel, 1999).

II.3.2 Méthodes analytiques non instrumentales

La détermination de l'indice de maturité renseigne d'une façon globale sur la maturité des fruits (El Antari *et al.*, 2000). Il montre toujours une augmentation continue, mais sa vitesse de progression est variable d'une variété à une autre. (Sanchez Casas *et al.*, 1999; El Antari *et al.*, 2003a).

C'est une méthode appliquée sur un lot de 100 olives choisies au hasard. Sur ces fruits, la couleur est appréciée d'une façon visuelle ou à l'aide d'un réfractomètre, selon une échelle de coloration variant d'une peau vert intense à une peau noire et une pulpe entièrement violette. Cet indice varie de 0 à 7 (Gimeno *et al.*, 2002; Baccouri *et al.*, 2008a).

D'autres tests peuvent être utilisés tels que la séparation facile de la peau, la sortie rapide du noyau lorsqu'on comprime le fruit entre deux doigts et le suintement du jus au point d'insertion du pédoncule (Rahmani, 1996).

Les travaux de Yousfi *et al.* (2006) ont montré que la fermeté (consistance) des olives est directement liée à l'indice de maturité. Ainsi, elle peut être utilisée pour une évaluation objective du niveau de maturation des olives.

*Partie
expérimentale*

Chapitre I
Matériel et méthodes

Chapitre I : Matériel et méthodes

I.1 Matériel végétal

Les échantillons utilisés dans notre expérimentation ont été récoltés durant la campagne 2007/2008. Les olives ont été prélevées sur des arbres adultes de quatre variétés différentes (*Blanquette de Guelma*, *Boughenfous*, *Chemlal* et *Takesrit*) choisis au hasard à hauteur d'homme et aux quatre points cardinaux.

Le transport des échantillons a été effectué dans des caisses en plastiques aérées. Après triage des olives selon la couleur de leur peau, trois stades (vert tacheté, tournant et noir) ont été obtenus pour les quatre variétés.

Le tableau ci-après récapitule les différentes informations relatives à notre échantillonnage.

Tableau VI : Informations relatives aux différents échantillons d'olives récoltés

Variété	Origine	Stade de maturation	Date de récolte	Etat sanitaire
<i>Blanquette de Guelma</i>	Sidi – Aich I.T.A.F.V.	Vert tacheté	27 / 11 / 2007	Olives saines
		Tournant		
		Noir		
<i>Boughenfous</i>	Sidi – Aich I.T.A.F.V.	Vert tacheté	04 / 12 / 2007	Olives Infestées par la mouche
		Tournant		
		Noir		
<i>Chemlal</i>	Tazmalt	Vert tacheté	09 / 12 / 2007	Olives saines
		Tournant		
		Noir		
<i>Takesrit</i>	Sidi – Aich I.T.A.F.V.	Vert tacheté	03 / 12 / 2007	Olives Infestées par la mouche
		Tournant		
		Noir		

Les caractéristiques des variétés sont indiquées dans le tableau I en annexes.



Blanquette de Guelma
vert tacheté



Blanquette de Guelma
tournant



Blanquette de Guelma
noir



Boughenfous
vert tacheté



Boughenfous
tournant



Boughenfous
noir



Chemlal
vert tacheté



Chemlal
tournant



Chemlal
noir



Takesrit
vert tacheté



Takesrit
tournant



Takesrit
noir

Figure 6: Photographie des échantillons d'olives.

I.2 Extraction des huiles

L'extraction de l'huile des différents échantillons d'olives est effectuée au niveau du laboratoire de la pépinière de l'*I.T.A.F.V* de Takerietz au moyen d'un oléodoseur (Levi-Dilon-Lerogsane) ne dépassant pas 48h, selon les étapes suivantes : broyage, malaxage et centrifugation.

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

Les échantillons d'huiles ainsi obtenus, après décantation, ont été placés dans des bouteilles en verre fumé, remplies, étiquetées et conservées à une température de 4°C.

Les déterminations analytiques suivantes ont été réalisées sur les échantillons d'huiles à trois reprises :

I.3 Analyses effectuées sur les olives

I.3.1 Poids moyen des olives

Le poids de cent fruits a été évalué par une balance de précision à 0.001g près (Ajana *et al.*, 1999).

I.3.2 Humidité des olives

L'humidité des fruits est déterminée selon le protocole mis au point par Dourtoglou *et al.* (2006). Un échantillon de 70g (environ 40 fruits entiers) est séché à l'étuve à 105°C pendant 42 h, celui-ci est régulièrement pesé après refroidissement au dessiccateur jusqu'à obtention d'un poids constant.

La teneur en eau est alors déterminée selon la formule ci après :

$$H \% = [(P - P_s) / (P - P_0)] * 100$$

P : Poids du creuset plus la prise d'essai avant séchage ;

P₀ : Poids du creuset vide ;

P_s : Poids du creuset plus la prise d'essai après séchage.

I.3.3 Détermination de la teneur en huile des olives

Le rendement en huile a été déterminé par extraction sur soxhlet pendant 6 h avec de l'hexane à partir d'une pâte d'olives préalablement séchée à l'étuve (100 °C pendant 4 heures).

La teneur en huile est déterminée après distillation du solvant au moyen d'un évaporateur rotatif, l'extrait lipidique est séché dans une étuve à 105°C jusqu'à obtention d'un poids constant (Lecoq, 1965).

I.4 Analyses effectuées sur l'huile d'olive

I.4.1 Indices de qualité de l'huile d'olive

I.4.1.1 Acidité

Le taux d'acidité de l'huile d'olive, exprimé % d'acide oléique, est déterminé selon la méthode décrite dans le règlement CEE /2568/91 relatif aux caractéristiques des fruits d'olives et des huiles de grignons d'olive ainsi qu'aux méthodes d'analyse y afférentes. Après dissolution de 5 g d'huile dans 20 ml d'un mélange d'oxyde diéthylique-éthanol à 95% (V/V), les acides gras présents sont titrés à l'aide d'une solution d'hydroxyde de potassium à 0,1 N en présence de phénophtaléine. Un essai témoin (sans matières grasses) a été réalisé dans les mêmes conditions.

L'acidité est déterminée selon la formule suivante :

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

V : volume en ml de KOH nécessaire pour neutraliser l'échantillon ;

V₀ : volume en ml de KOH nécessaire pour neutraliser le blanc ;

N : normalité de l'hydroxyde de potassium ;

M : masse molaire g/ml d'acide oléique qui est égale à 282g/ml ;

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

I.4.1.2 Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde représente la quantité des substances de l'échantillon (exprimée en milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme), qui oxydent l'iodure de potassium.

Le protocole décrit par le règlement CEE 2568/91 a été adopté pour la détermination de cet indice. 2 g d'huile sont mis en solution dans 10 ml de chloroforme, 15 ml d'acide acétique glaciale et 1ml d'une solution saturée d'iodure de potassium sont ajoutés. Après réaction pendant 5 min à l'obscurité, 75 ml d'eau distillée sont ajoutés et l'iode libéré est titré par une solution de thiosulfate de sodium 0,01 N en présence d'empois d'amidon comme indicateur. Un essai témoin (sans matières grasses) est réalisé dans les mêmes conditions.

L'indice de peroxyde I_P est déterminé selon la formule :

$$I_P = N (V - V_0) * 1000 / m \text{ (meq d'O}_2 \text{ /Kg)}$$

N : normalité $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$;

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

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

I.4.1.3 Détermination de l'extinction spécifique dans l'Ultraviolet

Les extinctions spécifiques d'une huile d'olive à 232 et 270 nm reflètent l'état d'oxydation de l'huile. Les diènes conjugués absorbent à 232 nm et les produits secondaires d'oxydation (molécules caractéristiques des produits de scission des acides gras polyinsaturés) présentent un maximum d'absorbances vers 270 nm.

L'extinction spécifique dans l'UV a été déterminée selon la méthode décrite par C.O.I. (1996).

Après filtration des échantillons d'huiles à travers le sulfate de sodium anhydre, une masse de 0,25 g est introduite dans une fiole de 25 ml et le cyclohexane est ajouté jusqu'au trait de jauge . L'absorbance des échantillons d'huiles filtrées est mesurée à deux longueurs d'ondes 232 et 270 nm.

Les coefficients d'extinction à 232 et 270 nm sont exprimés par l'équation suivante :

$$E (1\%/1 \text{ cm}) = A_\lambda / C * l$$

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

A_λ : densité optique à λ nm ;

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

l : épaisseur de la cuve en cm.

I.4.2 Analyse de la composition chimique de l'huile

I.4.2.1 Détermination de la composition en acides gras

a) Préparation des esters méthyliques

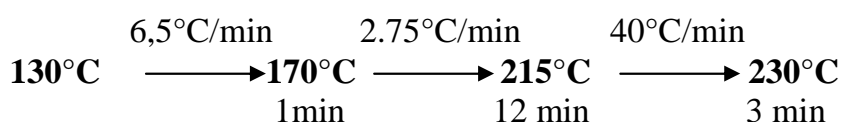
Les esters méthyliques sont préparés en suivant la méthode E.C. (2002). Une aliquote de 0,5g d'huile est dissoute dans 5ml d'hexane pour chromatographie, à laquelle sont ajoutés 0,5 ml d'une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium (2 N). Le tout est agité pendant 30 secondes, puis centrifugé à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

2 gouttes du surnageant sont prélevées et mélangées avec 1ml d'hexane.

b) Dosage qualitatif et quantitatif

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

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



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

I.4.2.2 Dosage des Chlorophylles

Le protocole décrit par Pokorny *et al.* (1995) a été adopté pour l'estimation de la teneur en chlorophylles en mesurant l'absorbance des échantillons d'huiles filtrées aux longueurs d'ondes 630, 670 et 710 nm contre du tétrachlorure de carbone (CCl₄) comme blanc.

La quantité de chlorophylles est exprimée en mg de phéophytine « a » par kg d'huile en utilisant la formule suivante :

$$C \text{ (mg/kg)} = 345,3 (A_{670} - 0,5 \cdot A_{630} - 0,5 \cdot A_{710}) / l$$

C : Concentration mg de phéophytine « a » par kg d'huile ;

A : Absorbance à la longueur d'onde indiquée ;

l : Epaisseur de la cuve en cm ;

345,3 : Coefficient qui varie selon le spectrophotomètre.

I.4.2.3 Dosage des antioxydants

I.4.2.3.1 Dosage des caroténoïdes

La teneur en caroténoïdes totaux des échantillons d'huiles est déterminée par la méthode suivie par Salvador *et al.* (2001). Dans des fioles de 10 ml, 3g d'huile sont dissouts dans le cyclohexane après ajustement au trait de jauge avec ce dernier, l'absorbance est mesurée à 470 nm. La quantité des caroténoïdes contenus dans les échantillons d'huiles est calculée par référence à une courbe d'étalonnage (annexes) obtenue en utilisant la β -carotène comme standard.

I.4.2.3.2 Détermination des tocophérols

Les tocophérols sont dosés par HPLC dont les conditions sont résumées ci-dessous

Colonne : Allsphere ODS2 (Alltech) 5 μ m 25 cm x 4.6 mm i.d. 4 mm.

Phase mobile: acétonitrile /méthanol (50/50)

Débit : 1,3 ml/min

Détecteur : UV à 292 nm

Echantillon : 500 mg d'huile dans 10 ml d'acétone

Quantité injectée : 20 μ L

I.4.2.3.3 Extraction des composés phénoliques

Un gramme d'huile est dissout dans 10 ml d'hexane, cette solution est introduite dans la colonne d'octadecyl C₁₈ qui retient les composés phénoliques. Les polyphénols sont récupérés en versant dans la colonne du méthanol (2 fois 3,5ml). L'extrait phénolique est recueilli dans un flacon de 10 ml (Favati *et al.*, 1994).

I.4.2.3.4 Dosage des composés phénoliques totaux

Le réactif Folin Ciocalteu, consiste en une solution jaune acide contenant un complexe polymérique d'ions formés à partir d'hétéropolyacides phosphomolybdiques (H₃PMo₁₂O₄₀) et phosphotungstiques (H₃PW₁₂O₄₀). Ce dernier oxyde les phénols en ions phénolates en milieu alcalin et réduit partiellement ces hétéropolyacides d'où la formation d'un complexe molybdotungstène bleu. La coloration bleuâtre obtenue est proportionnelle à la quantité de phénols présents (Ribéreau-Gayon, 1968; Wen Rehaba, 2001).

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

Dans des fioles de 20 ml, sont mélangés 2ml d'extrait phénolique, 5 ml d'eau distillée et 0,5 ml de réactif de Folin-Ciocalteu. Après 3 min, 4 ml de solution de carbonate de sodium (10%) sont ajoutés ensuite ajuster à 20 ml avec de l'eau distillée. Après 90 min d'incubation à l'obscurité, le mélange est filtré et l'absorbance est mesurée au spectrophotomètre à 765 nm.

La concentration en composés phénoliques des extraits de l'huile est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage (annexes) obtenue en utilisant l'acide gallique.

* Indice d'amertume

L'indice d'amertume (K₂₂₅) est évalué par extraction des composés amers de l'huile d'olive, suivant la méthode décrite par Morello *et al.*, (2004). Un échantillon d'1 g d'huile filtrée est dissout dans 4ml d'hexane puis passé à travers une colonne d'octadecyl C₁₈ préalablement activée avec (6ml de méthanol et 10ml d'hexane), la colonne est lavée avec 10 ml d'hexane pour éliminer toutes traces de gras. La

fraction polaire retenue est éluée avec 25ml du méthanol à 95%. L'absorbance est mesurée à 225 nm contre un blanc qui est le méthanol.

Les résultats sont exprimés en termes d'absorbance.

I.4.2.3.5 Détermination de la teneur en *ortho*-diphénols

La méthode est basée sur la formation de complexes jaunes, entre les *ortho*-diphénols et les ions molybdate, qui absorbent au voisinage de 370 nm (Olivier *et al.*, 2004).

La concentration en *Ortho*-diphénols des extraits méthanoliques de nos échantillons d'huile est déterminée suivant la méthode de Bendini *et al.*, (2003) avec quelques modifications. Un volume de 4ml d'extrait méthanolique est additionné de 1 ml de la solution de molybdate de sodium dihydraté à 5% dans l'éthanol-eau (V/V), le mélange est agité vigoureusement au vortex pendant 1min, puis mis à l'obscurité pendant 15min et enfin filtré. L'absorbance est mesurée à 370 nm contre un blanc réactif contenant 4ml d'extrait et 1ml d'éthanol-eau.

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

I.4.3 Etude de l'activité antioxydante de l'huile d'olive

Plusieurs méthodes sont utilisées pour mesurer les activités antioxydantes de l'huile et de son extrait méthanolique (Avelessi *et al.*, 2004).

Afin de déterminer le pouvoir antioxydant de nos différentes huiles, nous avons procédé à différents tests biologiques tels que l'étude de leur pouvoir réducteur, de leur effet « scavenger » (capture des radicaux libres) ainsi que l'inhibition de l'oxydation lipidique en utilisant le système β -carotène et acide linoléique.

I.4.3.1 Pouvoir réducteur

Le pouvoir réducteur est l'aptitude des antioxydants (réducteurs) dans les extraits, à réduire le fer ferrique du complexe Fe^{3+} / ferricyanure de potassium en

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

Le pouvoir réducteur des extraits méthanoliques a été déterminé selon la méthode d'Amro *et al.* (2002). Un volume de 2,5 ml d'extrait méthanolique est additionné à 2,5 ml de tampon phosphate (0,2 M, pH=6,6) et 2,5 ml de ferricyanure de potassium $K_3 [Fe (CN)_6]$ à 1 %. Le mélange est incubé à 50°C pendant 20 min, puis 2,5 ml d'acide trichloroacétique à 10% sont ajoutés au mélange avant d'être centrifugé à 5000 tours par min pendant 10 minutes.

Dans un tube à essai, sont mélangés 2,5 ml de surnageant, 2,5 ml d'eau distillée et 0,5 ml de chlorure ferrique ($Fe Cl_3$) à 0,1%. L'absorbance est mesurée à 700 nm après 10 min.

La quantité d'antioxydants ayant un pouvoir réducteur est déterminée à partir des courbes d'étalonnage réalisées avec l'acide gallique (Méda *et al.*, 2005).

I.4.3.2 Activité antiradicalaire

Pour l'évaluation des activités antiradicalaires de l'huile et de son extrait méthanolique, la méthode au radical DPPH a été utilisée. Cette dernière est basée sur la capacité des extraits à réduire le DPPH qui est de couleur violette en solution vire vers une couleur jaunâtre lorsque son électron célibataire est apparié avec un hydrogène provenant d'un antioxydant (Boskou *et al.*, 2006). L'intensité de la couleur est inversement proportionnelle à la concentration d'antioxydants et au temps de la réaction (Kroyer, 2003; Es Safi *et al.*, 2007).

I.4.3.2.1 Activité scavenger au radical DPPH de l'extrait méthanolique

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

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

$$\text{Le (\% d'inhibition du DPPH)} = (\text{Ac} - \text{Ae} / \text{Ac}) \cdot 100$$

Ac : Absorbance du contrôle ;

Ae : Absorbance de l'échantillon.

La teneur en antioxydants à activité anti-radicalaire est déterminée à partir des courbes d'étalonnage réalisées avec l'acide gallique.

I.4.3.2 Activité scavenger au radical DPPH de l'huile

L'évaluation de l'activité antioxydante de nos extraits d'huile d'olive est estimée selon la méthode décrite par Ramadan et Morsel (2006). Un volume de 3,9 ml de la solution de DPPH qui a été préparée dans le toluène (10^{-4} M) est additionné d'un volume de solution d'huile diluée dans le toluène à différentes concentrations (0,014 – 0,4 g/ml). Le mélange est agité pendant 10 secondes au vortex et l'absorbance est lue après 60 min d'incubation à 515 nm.

Le pourcentage d'inhibition du radical DPPH est calculé par la même formule que pour celle citée précédemment.

Le graphique de la variation des pourcentages d'inhibition en fonction de la concentration a permis de déterminer le EC_{50} (concentration correspondant à 50% d'inhibition), puis comparée à celles de l'acide gallique, l'acide caféique, la BHA et l' α tocophérol.

I.4.3.3 Détermination de l'activité scavenging du peroxyde d'hydrogène

La capacité des extraits méthanoliques d'huile à piéger le peroxyde d'hydrogène a été mesurée selon la méthode rapportée par Benkeblia (2005). Un volume de 2 ml d'extrait méthanolique est ajouté à 1,2 ml de solution de H_2O_2 (40 mM) qui a été préparée dans un tampon phosphate (0,1 M, pH = 7,4). La concentration de H_2O_2 est déterminée spectrophotométriquement en mesurant l'absorbance de H_2O_2 (coefficient d'extinction est $81 \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1}$).

L'absorbance de H_2O_2 est mesurée à 230 nm après 10 min de réaction. Le témoin est préparé de la même manière en remplaçant l'extrait par le méthanol.

Le pouvoir antioxydant est exprimé en pourcentage d'inhibition du peroxyde d'hydrogène par les antioxydants selon la formule suivante :

$$\text{Le \% d'inhibition d'H}_2\text{O}_2 = [(\text{At} - \text{Ae}) / \text{At}] \cdot 100$$

Ac : Absorbance du témoin ;

Ae : Absorbance de l'échantillon.

I.4.3.4 Test de l'inhibition de l'oxydation lipidique

Pour tester le pouvoir antioxydant de nos huiles, une autre méthode a été utilisée : le test de l'inhibition de l'oxydation lipidique.

Cette méthode met en jeu la dégradation oxydatidative du β -carotène en présence d'acide linoléique (Avelessi *et al.*, 2004; Samaniego Sanchez *et al.*, 2007).

Cette activité antioxydante a été mesurée selon la méthode rapportée par Gorinstein et ses collaborateurs (2003) avec quelques modifications, qui mesure la décoloration du β -carotène dans le milieu réactionnel (Yadegarinia *et al.*, 2006).

2mg de β -carotène sont dissouts dans 2ml de chloroforme. Un volume de 0,5ml de cette solution est ajouté de 200 mg de Tween 20 et 20 μ l d'acide linoléique. Cette solution est évaporée au rota-vapeur jusqu'à disparition de l'odeur de chloroforme. Un volume de 50 ml d'eau oxygénée (1%) est ajouté à ce mélange. Dans un tube à essai, sont mélangés 4 ml de l'émulsion et 0,2 ml de l'extrait methanolique des différentes huiles. Les tubes sont immédiatement incubés à 50°C.

L'activité antioxydante est évaluée par la mesure de l'absorbance à 470 nm de la cinétique de décoloration du β -carotène en calculant le pourcentage d'inhibition des extraits relatifs au control en utilisant la formule suivante :

$$AA\% = \frac{(\text{dégradation du control} - \text{dégradation de l'échantillon}) \cdot 100}{(\text{dégradation du control})}$$

I.4.4 Analyse statistique

Pour pouvoir traiter les résultats obtenus, une étude statistique a été réalisée en appliquant une analyse de la variance (ANOVA). Le test de Newman-Keuls est utilisé pour la comparaison intergroupe. Le logiciel utilisé est STATISTICA 5.5.

Chapitre II
Résultats et Discussion

Chapitre II : Résultats et discussion

II.1 Analyses effectuées sur les olives

II.1.1 Poids moyen des olives

Les résultats du poids moyen des fruits analysés sont illustrés en figure 7.

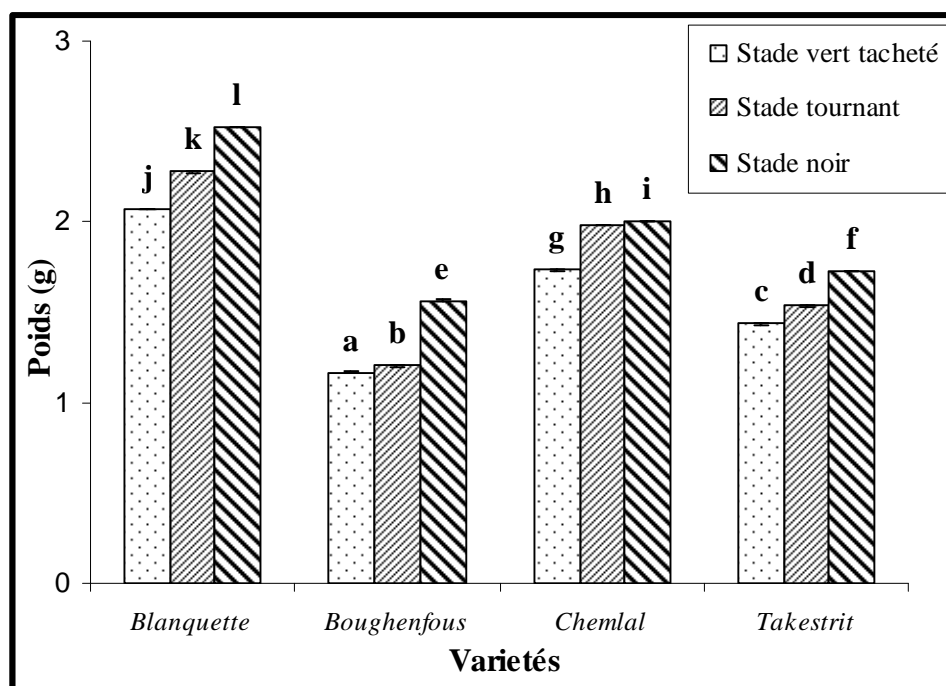


Figure 7 : Poids moyen des olives à différents stades de maturité.

*Les barres verticales représentent les écarts-types.

L'analyse statistique effectuée indique que le poids moyen des olives diffère significativement ($p < 0,05$) selon le stade de maturité et la variété considérée. Le poids des olives augmente durant la maturation des fruits. Au stade vert tacheté, le poids des fruits est le plus faible (entre 1,16 et 2,07g) pour l'ensemble des variétés. Les olives noires donnent les poids les plus élevés allant de 1,56 g (*Boughenfous*) à 2,52 g (*Blanquette de Guelma*). D'après El Antari *et al.* (2003b), le poids des fruits peut être considéré comme une caractéristique variétale.

L'augmentation du poids en allant du stade vert tacheté au stade noir pour l'ensemble des variétés peut être expliquée par l'augmentation de la matière sèche tout au long de la maturation (Conde *et al.*, 2008). Mais, selon Ajana *et al.* (1999) et Tovar

et al. (2002), le poids des olives présente d'abord une augmentation puis une diminution suite à la perte d'eau.

II.1.2 Humidité des olives

Les teneurs en eau des échantillons d'olives analysés sont indiquées dans la figure 8.

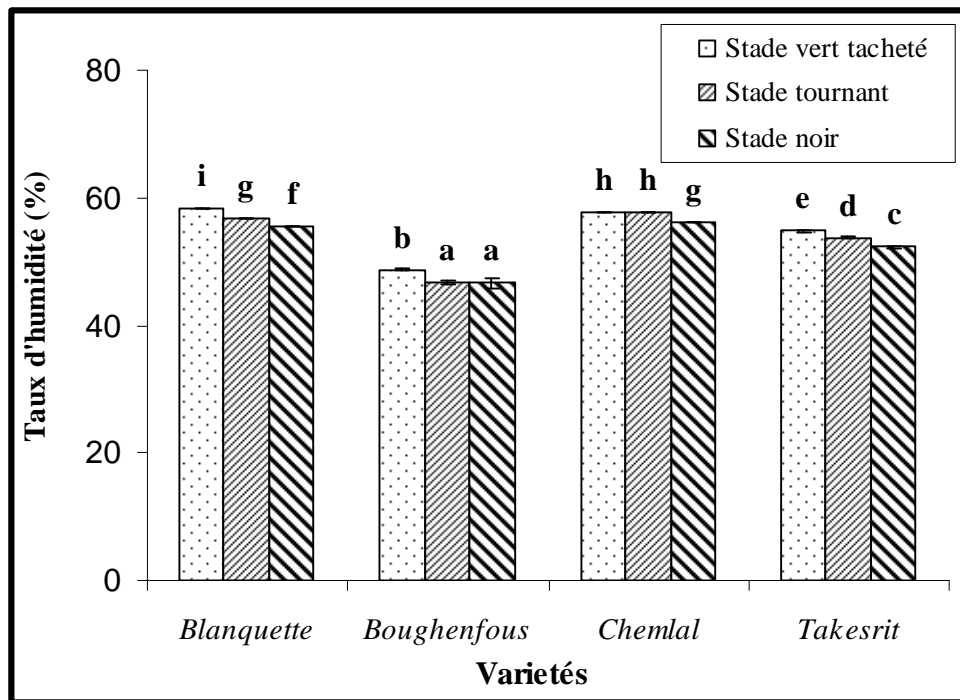


Figure 8 : Teneur en eau des olives à différents stades de maturité.

*Les barres verticales représentent les écarts-types.

Des différences significatives sont notées entre les trois stades des deux variétés *Blanquette de Guelma* et *Takesrit*. Mais pour les deux autres variétés (*Boughenfous* et *Chemlal*), aucune différence n'est observée entre la teneur en eau des deux stades tournant et noir pour la variété *Boughenfous*, et vert tacheté et tournant pour la variété *Chemlal*. Selon Ajana *et al.* (1999), cette stabilité est une période critique où l'eau ajoutée indispensable pour le bon développement des fruits.

L'humidité des olives diminue au cours de la maturation des fruits pour l'ensemble des variétés. Ces résultats sont en accord avec ceux établies par Tovar *et al.* (2002) qui confirment que la maturation des olives est accompagnée d'une diminution de la teneur en eau.

El Antari *et al.* (2000) et Tovar *et al.* (2002) rapportent que la teneur en eau de l'olive est fonction du traitement d'irrigation appliqué. De ce fait, l'humidité des olives peut renseigner sur l'apport hydrique pendant le cycle de maturation des olives (Sanchez Casas *et al.*, 1999).

II.1.3 Teneur en huile des olives

L'évolution de la teneur en huile dans les olives au cours de la maturation évaluée par Soxhlet est donnée en figure 9.

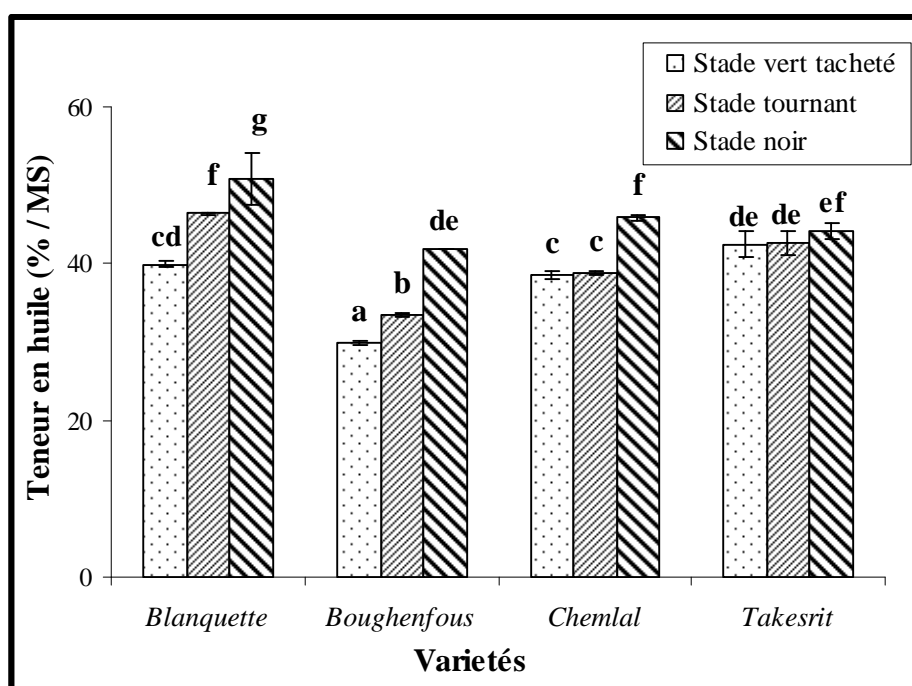


Figure 9 : Teneur en huile des olives à différents stades de maturité.

*Les barres verticales représentent les écarts-types.

L'analyse statistique des résultats obtenus fait ressortir une influence significative des deux facteurs étudiés (variété et maturité) sur le rendement en huile. L'évolution du rendement en huile au cours de la maturation est fonction de la variété. Les résultats relatifs aux variétés *Blanquette de Guelma*, *Boughenfous* et *Chemlal* montrent une augmentation de la teneur en huile au cours de la maturation. La variété *Takesrit* ne montre aucune différence significative entre les trois stades étudiés.

Les olives vertes tachetées présentent les teneurs en huile les plus faibles variant de 29,87% (*Boughenfous*) à 39,87% matière sèche (*Blanquette de Guelma*). Les quantités les plus élevées sont enregistrées pour les olives noires avec un maximum de 50,80 % pour *Blanquette*. Des différences significatives sont notées entre les différents stades de maturité.

Une évolution croissante de la teneur en huile dans les olives au cours de la maturation est notée par Ait Yacine *et al.* (2002) qui ont enregistré une augmentation du rendement en huile évaluée à 17,3% pour la variété marocaine (*Picholine*) en passant du stade vert au stade noir. L'augmentation du rendement peut être expliquée par l'accumulation de l'huile dans les vacuoles à l'intérieur des cellules du mésocarpe des drupes (lipogénèse). Ce qui confirme l'augmentation du poids des fruits au cours de la maturation. Des coefficients de corrélation de 0,95 (*Blanquette*), 0,98 (*Boughenfous*), 0,60 (*Chemlal*) et 0,45 (*Takesrit*) sont établis entre le poids des olives et la teneur en huile.

Garcia *et al.* (1996) et Tovar *et al.* (2002) rapportent que le rendement en huile de quelques variétés espagnoles reste constant durant la maturation des olives.

II.2 Analyses effectuées sur l'huile d'olive

II.2.1 Indices de qualité de l'huile d'olive

II.2.1.1 Acidité

L'acidité des échantillons d'huile d'olive analysés varie selon le stade de maturité et la variété considérée (figure 10). Elle augmente au cours de la maturation pour l'ensemble des variétés. Les huiles issues des olives vertes tachetées présentent des valeurs faibles en acidité variant entre 0,137% (*Blanquette de Guelma*) et 0,175% (*Boughenfous*). La valeur la plus élevée est notée pour le stade noir de la variété *Takesrit* (0,269 %). Toutefois, les valeurs atteintes restent inférieures à la norme (0,8 %) des huiles d'olives appartenant à la meilleure catégorie dénommée extra-vierge.

Des quatre variétés étudiées, *Chemlal* se caractérise par ses faibles valeurs en acidité (0,143 % au stade vert tacheté et 0,196 % au stade noir).

L'augmentation de l'acidité durant la maturation résulte d'une part de l'hydrolyse des triglycérides provoquée par l'action des enzymes libérées lors de la

maturation des fruits et d'autre part de la biosynthèse des acides organiques (Salvador *et al.*, 2001; Matos *et al.*, 2007b).

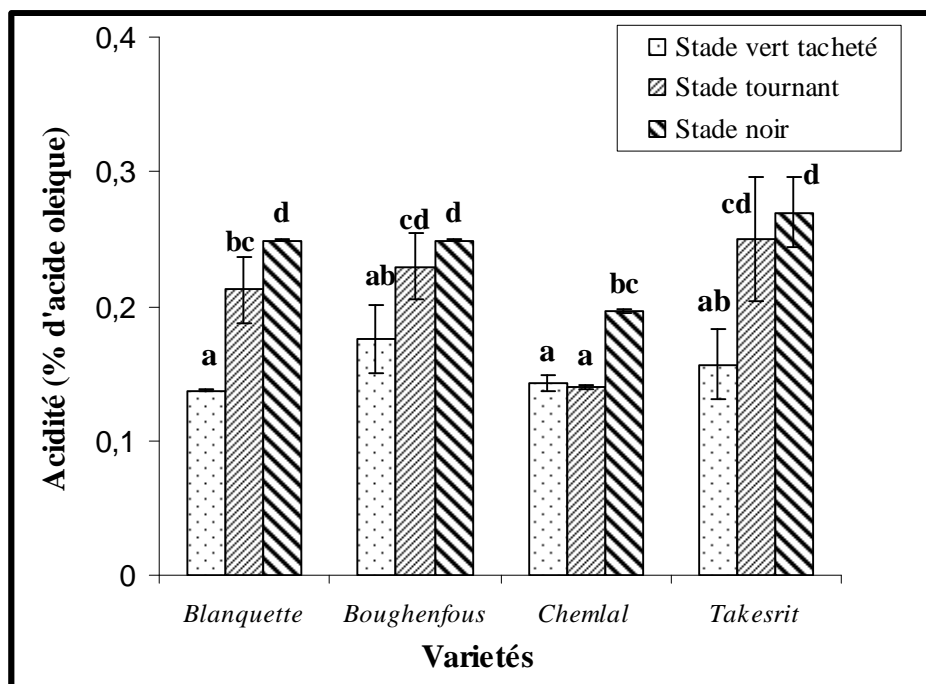


Figure 10 : Acidité des huiles issues des olives à différents stades de maturité.

*Les barres verticales représentent les écarts-types.

II.2.1.2 Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde constitue l'un des critères de qualité de l'huile d'olive. Il détermine les hydroperoxydes et constitue un moyen direct pour la mesure de l'autooxydation lipidique (Ryan *et al.*, 1998).

Cet indice augmente progressivement pour l'ensemble des variétés au cours de la maturation (figure 11), les valeurs atteintes sont très faibles par rapport à la norme commerciale (20 meq O₂/Kg) des huiles d'olives de catégorie extra-vierge.

Des différences significatives sont observées entre les trois stades des deux variétés *Chemlal* et *Blanquette*.

Les valeurs les plus faibles d'indice de peroxyde pour les trois stades sont enregistrées pour la variété *Chemlal* (2,87 meq O₂ / Kg pour le stade vert tacheté à 6,11 meq O₂ / Kg pour le stade noir) et la valeur la plus élevée de l'indice de peroxyde est obtenue pour l'huile issue des olives noires de la variété *Blanquette* (10,34 meq O₂ / Kg).

Les échantillons d'huile issue des olives vertes tachetées des deux variétés *Boughenfous* et *Takesrit* montrent des valeurs élevées par rapport aux deux autres variétés, ce qui peut être expliqué par l'état sanitaire de ces deux variétés. En effet, les blessures des fruits favorisent le contact de l'oxygène de l'air avec l'huile contenue dans le mésocarpe, ce qui peut entraîner une oxydation des acides gras libres en peroxydes.

L'augmentation de l'indice de peroxyde des huiles étudiées au cours de la maturation des olives pourrait être attribuée à leur teneur en acides gras libres insaturés qui s'oxydent au contact de l'oxygène et à l'augmentation de l'activité des lipoxygénases au cours de la maturation. Des coefficients de corrélation significatifs ($p < 0,05$) de 0,97 (*Blanquette*), 0,93 (*Boughenfous*), 0,89 (*Chemlal*) et 0,73 (*Takesrit*) ont été obtenus entre l'acidité et l'indice de peroxyde.

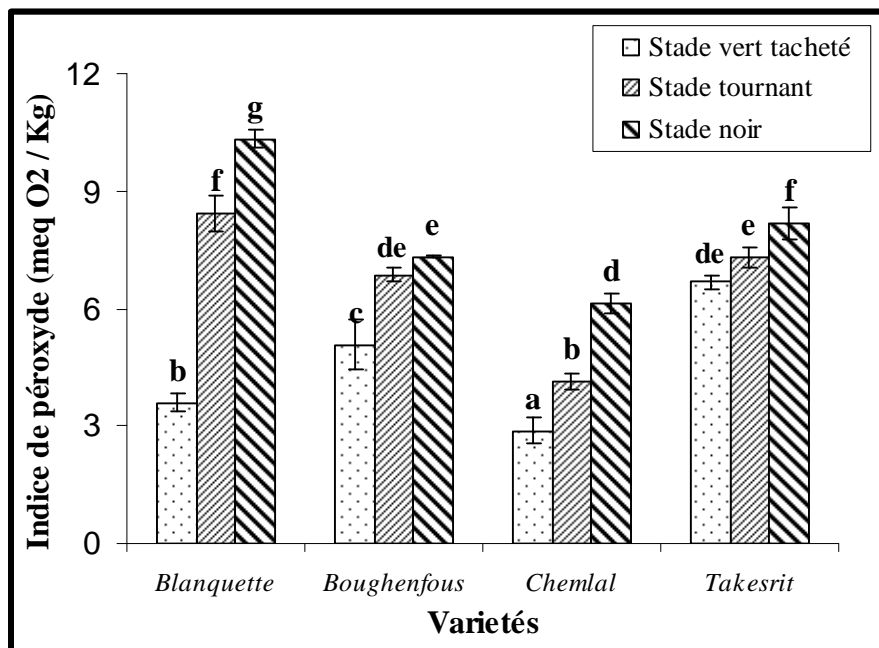


Figure 11 : Indice de peroxyde des huiles issues des olives à différents stades de maturité.

*Les barres verticales représentent les écarts-types.

II.2.1.3 Absorbance dans l'ultraviolet

Les indices d'oxydation K_{232} et K_{270} des l'huiles étudiées évoluent très peu au cours de la maturation des olives (Figure 12 et 13).

Les échantillons d'huile présentent tous des coefficients d'extinction spécifique dans l'UV (K_{232} , K_{270}) inférieures aux limites établies par le COI (2003) pour une huile d'olive extra-vierge ($K_{232} \leq 2,5$ et $K_{270} \leq 0,22$).

L'extinction spécifique à 232nm ne montre aucune différence significative entre les échantillons d'huile issue des olives vertes tachées, tournantes et noires pour les deux variétés *Boughenfous* et *Chemlal*. L'huile issue des olives vertes tachetées de la variété *Blanquette de Guelma* diffère significativement des deux autres stades (Tournant et noir). Ces deux stades ne présentent aucune différence significative entre eux. Pour ce qui est de la variété *Takesrit*, une différence significative est observée seulement entre les huiles issues des olives tournantes et noires.

Les huiles issues des trois stades de maturité des olives des variétés *Chemlal* et *Blanquette* sont significativement différentes quant à leur extinction spécifique à 270nm. L'absorbance la plus importante est enregistrée pour l'huile issue des olives noires de la variété *Chemlal* avec une valeur de 0,19. L'analyse statistique révèle l'existence de différences significatives entre les stades (vert tacheté et noir) et (tournant et noir) pour *Boughenfous*, (vert tacheté et noir) et (tournant et noir) pour la variété *Takesrit*.

Nos résultats se rapprochent de ceux rapportés par Garcia *et al.*, (1996) qui ont affirmé que l'évolution des absorbances à 232nm et 270nm au cours de la maturation diffère d'une variété à une autre.

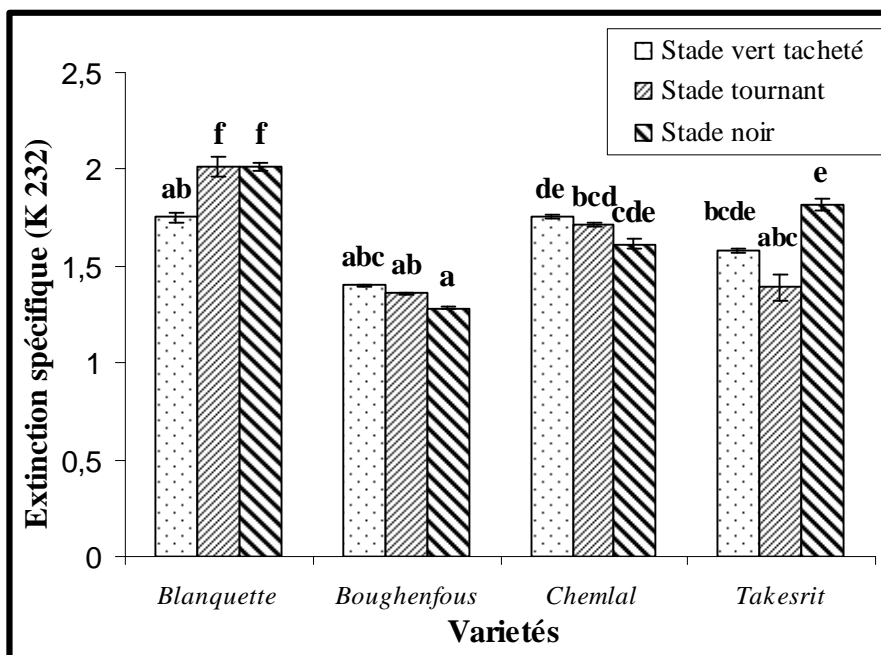


Figure 12 : Extinction spécifique à 232nm (K_{232}) des huiles issues des olives à différents stades de maturité.

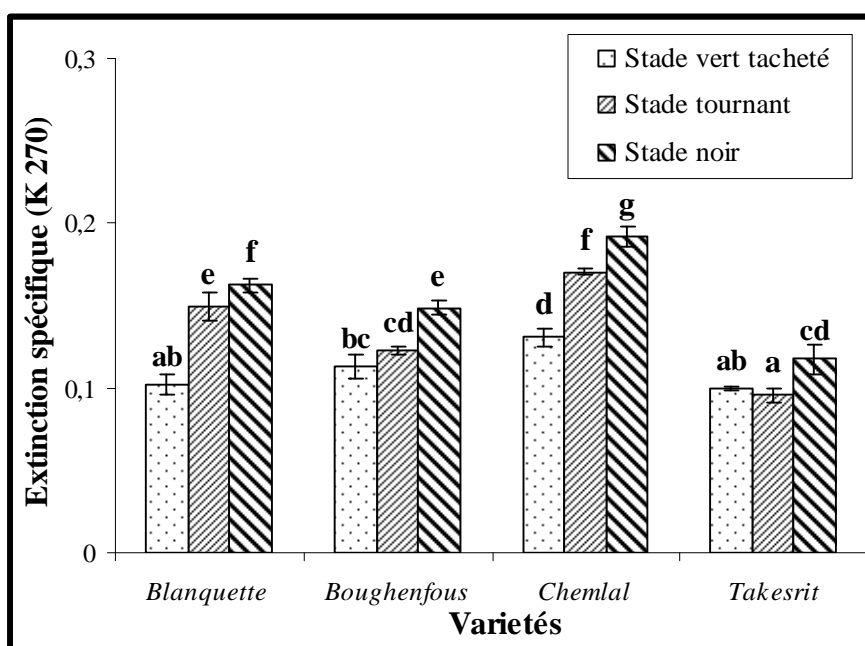


Figure 13 : Extinction spécifique à 270 nm (K_{270}) des huiles issues des olives à différents stades de maturité.

*Les barres verticales représentent les écarts-types.

L'évaluation des indices de qualité (acidité, indice de peroxyde et coefficients d'extinction spécifique dans l'UV (K_{232} , K_{270}) des différentes huiles d'olive montre que toutes les valeurs enregistrées sont inférieures aux limites fixées par le COI (2003) pour une huile d'olive extra vierge (acidité $\leq 0,8$ % d'acide oléique, indice de peroxyde ≤ 20 meq O_2 / Kg et $K_{232} \leq 2,5$ et $K_{270} \leq 0,22$), ce qui nous mène à classer nos huiles dans la catégorie extra-vierge. D'après El Antari *et al.* (2003a), ces faibles valeurs sont une conséquence directe d'une récolte à la main et d'une extraction immédiate sans procéder au stockage des olives tel est le cas dans la présente étude.

II.2.2 Analyse de la composition chimique de l'huile

II.2.2.1 Composition en acides gras

La composition en acide gras totaux est un paramètre de qualité et d'authenticité des huiles. L'analyse des chromatogrammes (annexes), montre des similitudes dans la composition qualitative en acides gras. Le tableau VII regroupe les valeurs moyennes des acides gras totaux des échantillons d'huile.

L'acide oléique (C18 : 1) est l'acide gras, dominant de l'huile d'olive, suivi par les acides palmitique (C16 : 0) et linoléique (C18 : 2). Tous les échantillons d'huile d'olive étudiés ont des proportions en acide oléique supérieures à 56%. Ces proportions peuvent distinguer entre les variétés. Les valeurs les plus élevées sont enregistrées pour *Boughenfous* (76,64% à 75,95) et les plus faibles sont notées pour la variété *Blanquette de Guelma* (66,01 à 56,89%) en allant du stade vert tacheté au stade noir. Les variétés *Chemlal* et *Takesrit* présentent des teneurs intermédiaires entre les deux précédentes.

La teneur en acide oléique montre une diminution au cours de la maturation des olives pour l'ensemble des variétés à l'opposé des acides palmitique et linoléique, qui tendent à augmenter. Par conséquent, le rapport acide oléique / linoléique diminue au cours de la maturation pour les quatre variétés.

L'acide palmitoléique (C16 :1), présent en faible quantité, augmente avec la maturité des olives pour *Boughenfous* (1,12 à 1,26%), *Chemlal* (1,85 à 2,17%) et *Takesrit* (1,19 à 1,63 %) alors qu'il reste presque constant durant la maturation des olives de *Blanquette de Guelma*.

Tableau VII : Valeurs moyennes des acides gras totaux des huiles issues des olives à différents stades de maturité (en % des acides gras totaux).

Variétés	Stades de maturité	C16 :0	C16 :1	C18 :0	C18 :1	C18 :2	C18 :3	C20 :0	C20 :1	C24 :0	AGS	AGI	C18 :1/ C18 :2
<i>Bougenfous</i>	Vert tacheté	13,28±0,6	1,12±0,08	2,23±0,04	76,64±0,40	4,37±0,04	0,735±0,02	0,465±0,01	0,35±0,01	0,365±0,01	16,33±0,45	83,22±0,365	17,54±0,06
	Tournant	13,12±0,43	1,27±0,08	2,27±0,02	76,87±0,05	4,485±0,11	0,685±0,05	0,445±0,02	0,355±0,01	0,365±0,01	16,19±0,33	83,66±0,085	17,14±0,28
	Noir	13,79±0,15	1,26±0,06	2,25±0,07	75,95±0,08	5,205±0,12	0,67±0,01	0,425±0,01	0,355±0,01	0,36±0,00	16,82±0,05	83,44±0,195	14,59±0,23
<i>Chemlal</i>	Vert tacheté	16,49±0,06	1,85±0,01	2,00±0,04	69,28±0,11	8,475±0,06	0,645±0,02	0,43±0,01	0,355±0,01	0,47±0,01	19,39±0,065	80,60±0,09	8,17±0,03
	Tournant	16,73±0,02	1,99±0,02	1,96±0,01	67,81±0,16	9,47±0,07	0,65±0,03	0,431±0,00	0,345±0,01	0,47±0,01	19,58±0,031	80,26±0,055	7,16±0,05
	Noir	17,04±0,10	2,17±0,04	1,86±0,01	66,14±0,20	11,175±0,22	0,655±0,02	0,43±0,01	0,365±0,01	0,455±0,01	19,79±0,075	80,51±0,275	5,92±0,07
<i>Blanquette de Guelma</i>	Vert tacheté	12,53±0,25	0,44±0,02	2,67±0,10	66,01±0,01	15,97±1,07	0,72±0,03	0,5±0,00	0,435±0,01	0,45±0,01	16,15±0,095	83,57±0,8	4,14±0,20
	Tournant	13,52±0,11	0,45±0,06	2,74±0,04	63,63±1,29	18,125±1,00	0,75±0,13	0,495±0,01	0,44±0,00	0,435±0,01	17,19±0,06	83,39±0,165	3,52±0,20
	Noir	14,66±0,08	0,42±0,06	2,94±0,05	56,89±1,58	20,815±3,98	0,71±0,01	0,5±0,00	0,43±0,01	0,38±0,03	18,47±0,07	79,26±1,64	2,80±0,43
<i>Takesrit</i>	Vert tacheté	14,30±0,13	1,19±0,02	3,00±0,03	70,50±0,14	9,055±0,06	0,715±0,02	0,51±0,01	0,285±0,01	0,3±0,00	18,11±0,065	81,74±0,06	7,79±0,05
	Tournant	15,08±0,18	1,33±0,03	3,01±0,01	69,28±0,11	9,495±0,08	0,715±0,01	0,485±0,01	0,285±0,01	0,31±0,01	18,88±0,14	81,10±0,11	7,3±0,03
	Noir	15,95±0,07	1,63±0,04	2,82±0,02	66,05±0,21	11,755±0,33	0,715±0,02	0,475±0,01	0,275±0,01	0,31±0,01	19,55±0,05	80,42±0,08	5,62±0,13

Les acides stéarique (C18 : 0) et linoléique (C18 : 3) restent constants tout au long du cycle de maturation. Les autres acides gras sont à l'état de traces et leurs teneurs ne semblent pas être influencées par le stade de maturité.

Les acides gras saturés, représentés par les acides palmitique, stéarique, arachidique (C20 :0) et lignocérique (C24 :0) augmentent tout au long du processus de maturation pour l'ensemble des variétés. Les acides gras insaturés, présentent une légère diminution au cours de la maturation pour les variétés *Blanquette de Guelma* (83,57 à 79,26%) et *Takesrit* (81,74 à 80,42 %) et une stabilité pour les deux variétés (*Chemlal* et *Boughenfous*).

Nos résultats concordent avec ceux établis par le Conseil Oléicole International (2003) concernant la composition moyenne en acides gras de l'huile d'olive. Nos résultats sont également en accord avec ceux de Salvador *et al.* (2001) qui ont trouvé que la teneur en acides palmitique, stéarique et linoléique de la variété espagnole *Cornicabra* augmente en fonction de l'époque de récolte alors que la teneur en acide oléique tend à diminuer. Cela correspond à nos résultats, à l'exception de l'acide stéarique qui est constant dans notre cas.

Caselli *et al.* (1993) ont montré que la teneur en acide oléique est constante indépendamment de l'époque de récolte et du cultivar. Ces mêmes auteurs ont montré également que les teneurs en acides gras polyinsaturés (linoléique et linoléique) augmentent au cours de la maturation. Baccouri *et al.* (2008a) ont expliqué cette évolution par le fait que le processus de formation des triglycérides font apparaitre un glissement en faveur des chaînes à 18 atomes de carbones et à insaturation différente.

Le rapport acide oléique/acide linoléique varie selon le degré de maturité et de la variété considérée. Il est utilisé comme paramètre de stabilité et plusieurs études ont montré qu'un rapport élevé engendre une stabilité oxydative importante (Matos *et al.*, 2007a). La diminution du rapport oléique/linoléique durant la maturation peut être expliqué par l'activité de l'enzyme oléate désaturase transformant l'acide oléique en linoléique (Baccouri *et al.*, 2008a).

II.2.2.2 Chlorophylles

La quantification des chlorophylles présentes dans les échantillons d'huiles analysés a donné les résultats illustrés en figure 14.

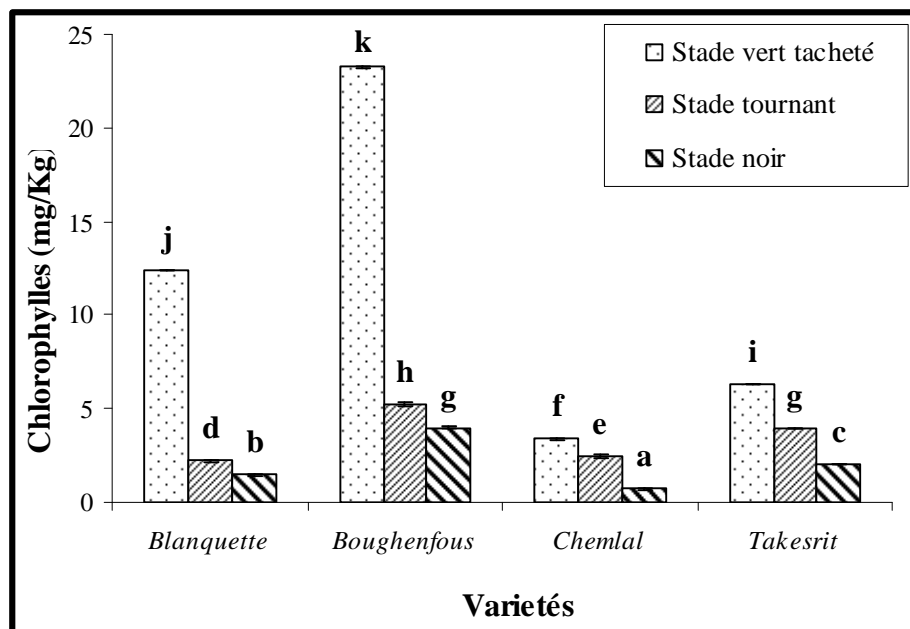


Figure 14 : Teneur en chlorophylles des huiles issues des olives à différents stades de maturité.

*Les barres verticales représentent les écarts-types.

La teneur en chlorophylles montre une diminution au cours de la maturation pour l'ensemble des variétés étudiées.

L'analyse statistique indique que les teneurs en chlorophylles des huiles analysées diffèrent significativement ($p < 0,05$) selon la variété et le stade de maturité.

Les quantités les plus élevées en chlorophylles sont enregistrées pour les huiles issues des olives vertes tachetées avec des valeurs de 3,37, 6,33, 12,39 et 23,23 mg/kg pour les variétés *Chemlal*, *Takesrit*, *Blanquette de Guelma* et *Boughenfous*, respectivement. Les huiles issues des olives noires donnent des teneurs les plus faibles allant de 0,71 mg/kg pour la variété *Chemlal* à 3,99 mg/kg pour la variété *Boughenfous*.

Les teneurs en chlorophylle de nos échantillons sont proches de celles obtenues par Salvador *et al.* (2001). D'après Baccouri *et al.* (2008a), le changement de couleur de l'huile d'olive durant le processus de maturation est expliqué non seulement par la

diminution de la concentration en pigments (chlorophylles et caroténoïdes) mais aussi par la formation d'autres pigments, tels les anthocyanes.

Grandul-Rojas et Minguez-Mosquera (1996) ont signalé que l'activité de la chlorophyllase est corrélée avec l'indice de maturité pour la variété espagnole *Arbequina*). La diminution de la teneur en chlorophylles au cours de la maturation est le résultat d'une dégradation de ce pigment donnant ainsi des dérivés incolores suite à l'action de trois différentes enzymes : chlorophyllase, Mg-déchélatase et phéophorbide oxygénase (Bouvier et Camara, 2007).

La dégradation des pigments chlorophylliens est également due à l'activité des lipoxygénases tel rapporté par Minguez-Mosquera *et al.* (1990).

II.2.2.3 Antioxydants

II.2.2.3.1 Caroténoïdes

Les teneurs en caroténoïdes des échantillons d'huile d'olive analysés sont indiquées dans la figure 15.

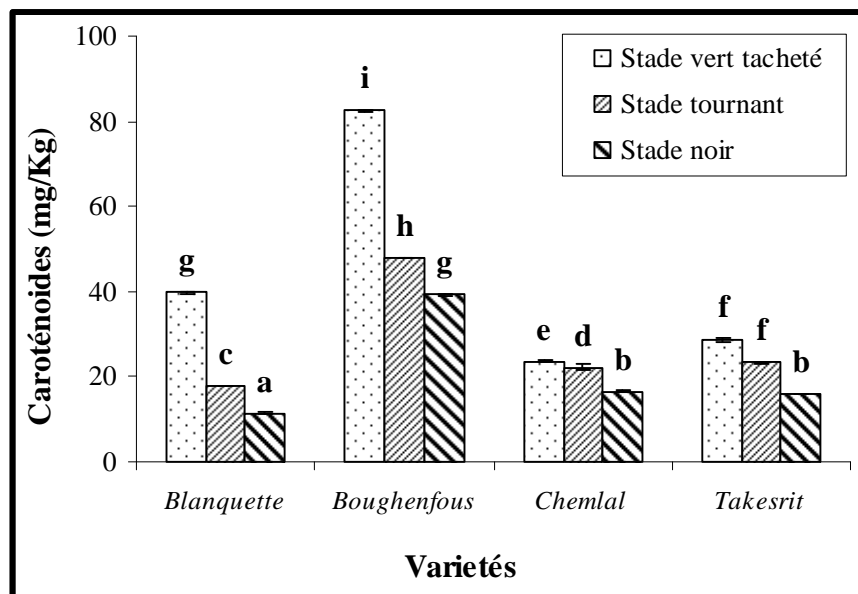


Figure 15 : Teneur en caroténoïdes des huiles issues des olives à différents stades de maturité.

*Les barres verticales représentent les écarts-types.

L'analyse statistique indique que la teneur en caroténoïdes est influencée significativement par la variété et la maturation des olives.

Les teneurs en caroténoïdes montrent une diminution au cours de la maturation, et ce, pour l'ensemble des variétés. Les huiles issues des olives vertes tachetées présentent les teneurs en caroténoïdes les plus élevées; l'huile de la variété *Boughenfous* en est la plus riche (82,54 mg/kg). Les huiles issues des olives noires renferment des teneurs les plus faibles avec un minima pour la variété *Blanquette de Guelma* (11,43 mg/kg).

Nos résultats sont largement supérieurs à ceux obtenus par Baccouri *et al.* (2008a) pour la variété tunisienne (*Chemlali*) avec 11,23 et 1,23 mg/kg pour les stades vert et noir, respectivement.

Nos résultats sont compris dans l'intervalle 52,5 mg/kg (stade vert) – 2,1 mg/kg (stade noir) rapporté par Salvador *et al.* (2001) pour la variété espagnole *Cornicabra*, à l'exception de l'huile issue des olives vertes tachetées de la variété *Boughenfous*. Il est à noter que ces auteurs ont utilisé le même solvant que le notre. De même, les teneurs obtenues pour les deux variétés *Chemlal* et *Takesrit* concordent avec celles obtenues par Matos *et al.* (2007b) (29 mg/kg pour le stade vert et 1,5 mg/kg pour le stade noir) utilisant toujours le même solvant (cyclohexane).

Les travaux de Criado *et al.* (2007) ont associé l'humidité de la pâte d'olive au taux d'extraction de pigments présents dans l'huile, et ont abouti à une relation inversement proportionnelle entre la teneur en eau de la pâte et la teneur en pigments de l'huile.

Selon Roca et Minguez-Mosquera (2001), la teneur en caroténoïdes dépend de la variété et la maturation entraîne une perte graduelle qui devient plus prononcée avec l'augmentation de la synthèse des anthocyanes.

La diminution de la teneur en caroténoïdes au cours de la maturation peut être due à l'oxydation de ces pigments comme second substrat durant la peroxydation lipidique sous l'action des lipoxygénases (Minguez-Mosquera *et al.*, 1990).

II.2.2.3.2 Tocophérols

D'après les chromatogrammes obtenus (annexes), les isomères α , β et γ tocophérols sont présents dans toutes les huiles analysées. Les figures 16, 17 et 18 illustrent les

teneurs en α tocophérol, $\beta+\gamma$ tocophérols et tocophérols totaux des échantillons d'huile étudiés.

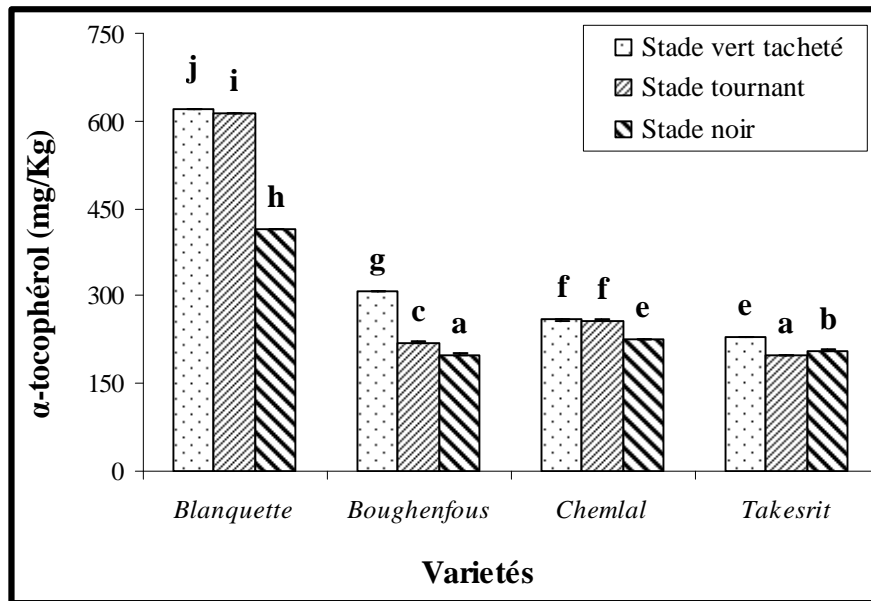


Figure 16 : Teneur en α tocophérol des huiles issues des olives à différents stades de maturité.

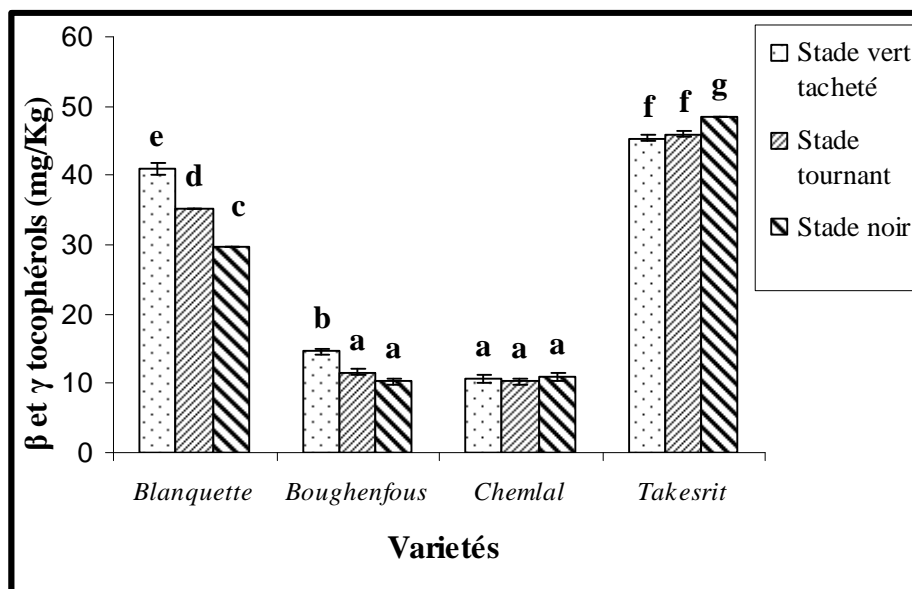


Figure 17 : Teneur en β et γ tocophérols des huiles issues des olives à différents stades de maturité.

*Les barres verticales représentent les écarts-types.

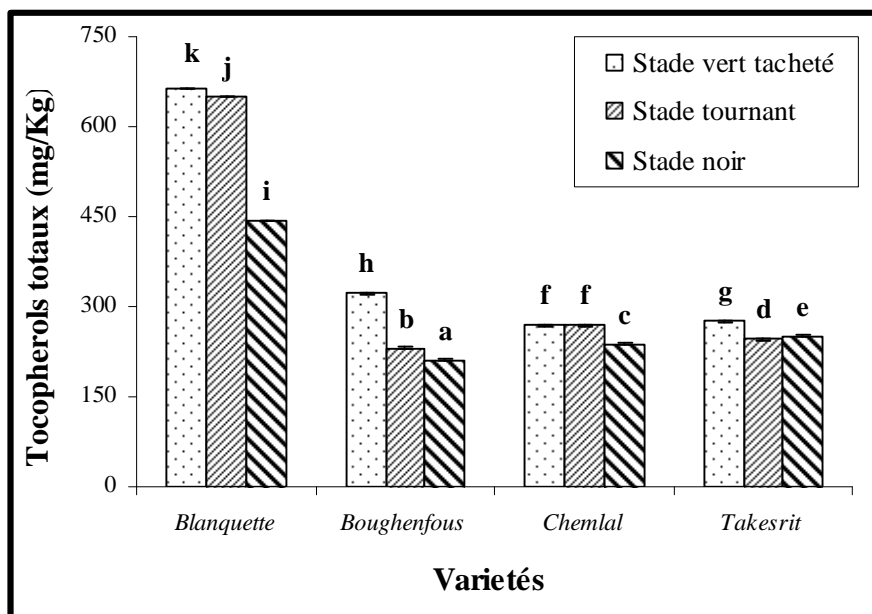


Figure 18 : Teneur en tocophérols totaux des huiles issues des olives à différents stades de maturité.

*Les barres verticales représentent les écarts-types.

Les teneurs en tocophérols totaux et en α tocophérol sont influencées significativement ($p < 0,05$) par la variété et le stade de maturité. Une différence non significative est notée entre le stade vert tacheté et le stade tournant pour la variété *Chemlal*.

La variété *Blanquette de Guelma* enregistre les teneurs les plus élevées en α tocophérol et en tocophérols totaux variant respectivement de 621,33 à 413,66 mg/kg et de 662,33 mg/kg à 443,33 mg/kg au cours de la maturation.

La variété *Takesrit* présente les valeurs les plus élevées en $\beta + \gamma$ tocophérols allant de 45,33 (stade vert tacheté) à 48,33 mg/kg (Stade noir). Aucune différence significative n'est notée pour la variété *Chemlal* entre les trois stades étudiés.

Les teneurs en α tocophérol et tocophérols totaux présentent des différences selon la variété et diminuent au cours du processus de la maturation des olives, confirmant ainsi les résultats obtenus par Garcia *et al.* (1996), Gimeno *et al.*, 2002; Matos *et al.* (2007a) et Matos *et al.* (2007b).

Les concentrations en α tocophérol et tocophérols totaux obtenues pour les huiles des trois variétés (*Boughenfous*, *Chemlal* et *Takesrit*), sont en concordance avec

celles établies par Matos *et al.* (2007a) pour trois variétés d'huiles portugaises (*Cobrançosa*, *Madural* et *Verdial transmontana*).

Beltan *et al.* (2005) ont constaté que la fréquence d'irrigation a une influence sur la teneur en tocophérols ; la quantité en α tocophérol est d'autant plus importante que la pluviométrie est faible. Gimeno *et al.* (2002) ont signalé qu'aucune différence n'est relevée entre les deux systèmes d'extraction d'huile (deux et trois phases) concernant les teneurs en α tocophérol pour les huiles d'olives récoltées à différents stades de maturité. Ce qui confirme le caractère totalement lipophile des tocophérols. Toutefois, les concentrations en ces composés dans l'huile extraite des olives vertes sont supérieures à celle issue des olives noires.

La diminution de la teneur en tocophérols totaux au cours de la maturation peut être expliquée par l'augmentation des acides gras polyinsaturés. Les tocophérols agissent en tant qu'inhibiteur du mécanisme d'oxydation de ces acides gras en piégeant les radicaux peroxytes avant qu'ils attaquent les autres substrats lipidiques. Un radical peroxyte capture un atome d'hydrogène sur l'hydroxyle de la molécule de tocophérol produisant un radical tocophéryl (Castera-Rossignol et Bosque, 1994; Poisson et Narce, 2003). Ces derniers sont stabilisés par une délocalisation électronique de la structure aromatique. Les tocophérols sont aussi actifs pour inhiber l'oxydation photosensibilisée des lipides insaturés par blocage de l'oxygène à l'état singulet (Pincemail *et al.*, 2002).

Des corrélations négatives ont été obtenues entre les tocophérols totaux et les acides gras polyinsaturés (acides linoléique et linoléique). Les coefficients de corrélation sont de -0,84 pour la variété *Blanquette*, -0,48 (*Boughenfous*), -0,88 (*Chemlal*) et -0,24 (*Takesrit*). Koutsaftakis *et al.* (2000) ont abouti à un coefficient de corrélation négatif ($r = -0,5$) entre l'acide linoléique et l' α -tocophérol.

II.2.2.3.3 Composés phénoliques totaux

Les teneurs de nos échantillons d'huile en polyphénols (figure 19) diffèrent significativement ($p < 0,05$) selon la variété et le degré de maturation des olives. Des différences significatives sont notées entre les différents stades pour l'ensemble des variétés étudiées.

Les teneurs les plus élevées en composés phénoliques sont enregistrées pour la variété *Chemlal* avec des valeurs variant de 553mg/kg pour le stade vert tacheté à 410,87 mg/kg pour le stade noir. Ces teneurs auraient pu être plus importantes, si le système d'extraction utilisé était celui à deux phases et non celui à trois phases qui entraîne des pertes en ces composés dans les margines tel signalé par des auteurs dont Angerosa et Di Giovacchino (1996) et Gimeno *et al.* (2002).

Les deux variétés (*Boughenfous* et *Takesrit*) présentent les valeurs les plus faibles en composés phénoliques au cours de la maturation (293,36 à 77, 63mg/kg) et (268,33 à 82 mg/kg) respectivement.

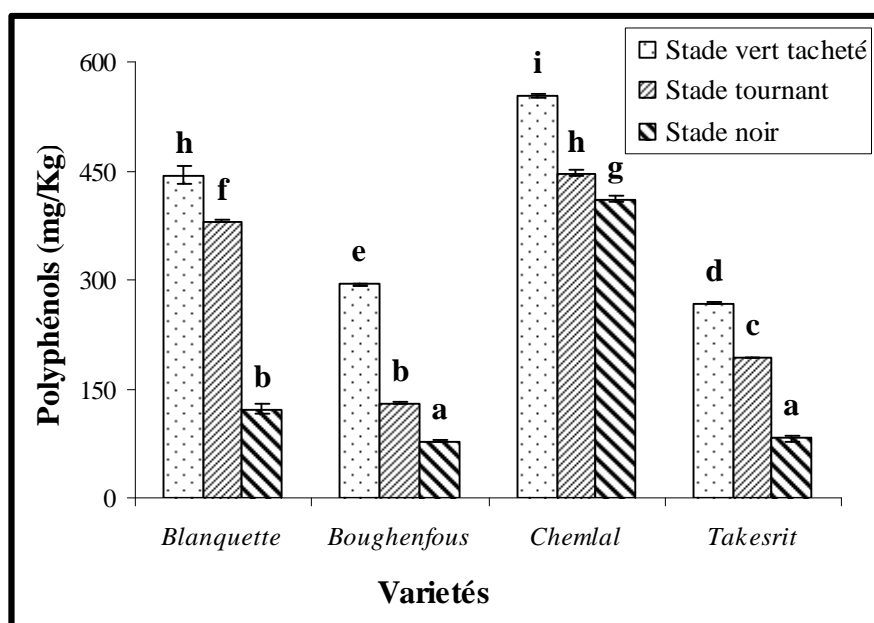


Figure 19 : Teneur en polyphénols totaux des huiles issues des olives à différents stades de maturité.

*Les barres verticales représentent les écarts-types.

Les résultats que nous avons obtenus pour la variété *Chemlal* sont très proches de ceux de Beltran *et al.* (2005) pour la variété espagnole *Hojiblanca*. Antérieurement, Tamendjari *et al.* (2004b), ont trouvé des teneurs inférieures pour la même variété étudiée (*Chemlal*) : 396,3mg/kg pour le stade vert et 290,3 mg/kg pour le stade noir.

Plusieurs hypothèses ont été développées par Baccouri *et al.* (2008a) pour expliquer la différence de la teneur en polyphénols entre les variétés : la première étant qu'une quantité d'eau élevée de la pâte d'olive peut solubiliser les phénols qui

sont plus hydrosolubles, la seconde est qu'une perte en ces composés durant le broyage et le malaxage est due à leurs liaisons avec les polysaccharides des parois cellulaires et enfin comme il a été démontré par Tovar *et al.* (2002) qu'un stress hydrique (faible irrigation) peut accentuer l'activité enzymatique de la L-phénylalanine ammonia-lyase (PAL); enzyme responsable de la synthèse des composés phénoliques.

La diminution de la teneur en composés phénoliques au cours de la maturation des quatre variétés étudiées est peut être due à la diminution de l'activité de la PAL durant le processus de maturation des olives tel rapporté par Tovar *et al.* (2002). Aussi, cette diminution peut être expliquée par l'augmentation de l'activité des estérases et des glucosidases sur l'oleuropéine durant la maturation, libérant ainsi des substances phénoliques et des substances non phénoliques (Ryan *et al.*, 2002) qui sont hydrosolubles. Cette diminution est peut être également due à l'activité de la peroxydase qui catalyse l'oxydation de ces composés par le système peroxyde d'hydrogène-dichlorophénol (Gandual Roja *et al.*, 2004) ainsi qu'à l'activité des polyphénoloxydases (PPO) (Soler-Rivas *et al.*, 2000).

Les teneurs faibles en polyphénols totaux obtenues pour les variétés *Boughenfous* et *Takesrit*, peuvent être expliquées par l'attaque des olives de ces deux variétés par *B.oleae* qui influe de façon négative sur les teneurs des échantillons d'huiles en ces composés; probablement due à l'activité des PPO (crésolase et catécholase) dans la pulpe des olives comme conséquence de la destruction des tissus par la mouche de l'olive (Tamendjari *et al.*, 2004a).

Brenes *et al.* (1999) ont constaté que les teneurs en hydroxytyrosol, tyrosol et lutéoline dans l'huile d'olive augmentent avec l'avancement de la maturation des fruits. Par contre, la vanilline, acide vanillique, acide p-coumarique et acide férulique restent pratiquement constants. Il a été également rapporté par Gomez-Rico *et al.* (2008) que les concentrations en secoiridoïdes contenant l'hydroxytyrosol et le tyrosol respectivement présentent une diminution significative au cours de la maturation pour les variétés espagnoles : *Cornicabra*, *Picolimon*, *Picudo* et *Picual* à l'exception de la variété *Morisca* qui montre une augmentation des dérivés secoiridoïdes de l'hydroxytyrosol durant la maturation. Ces différences dans les teneurs en composés phénoliques

dans l'huile sont expliquées par la variation des systèmes enzymatiques présents dans chaque variété.

* Indice d'amertume

L'indice d'amertume est considéré comme un paramètre chimique corrélé avec l'évaluation sensorielle. Les indices d'amertume (figure 20) présentent une évolution similaire aux composés phénoliques totaux en fonction des deux facteurs étudiés, la variété et le stade de maturité des olives. Les résultats obtenus sont en accord avec ceux de Morello *et al.* (2004); Beltran *et al.* (2005).

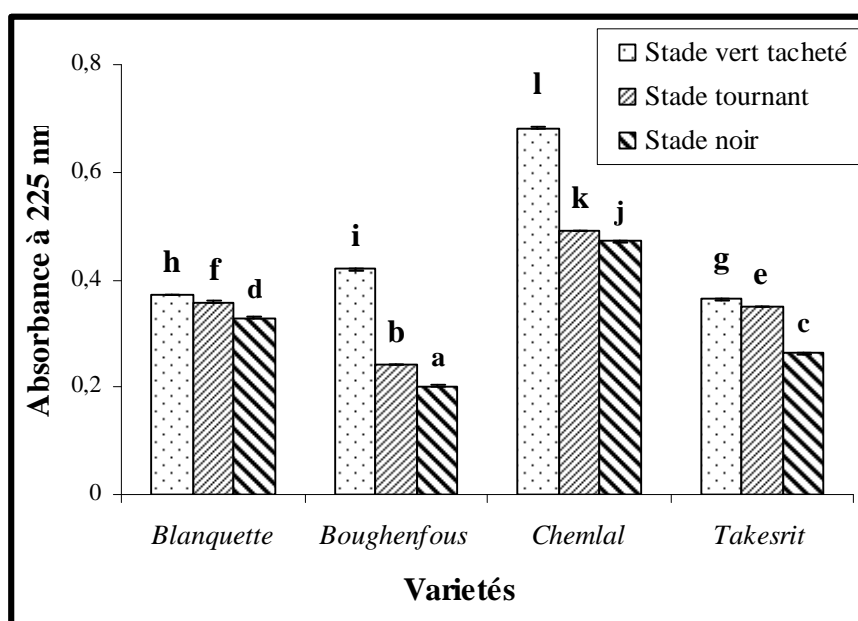


Figure 20 : Indice d'amertume des huiles issues des olives à différents stades de maturité.

*Les barres verticales représentent les écarts-types.

Des corrélations sont établies entre les résultats de la teneur en composés phénoliques totaux des échantillons d'huiles analysés et ceux de l'indice d'amertume : 0,99 (*Boughenfous*), 0,99 (*Chemlal*), 0,98 (*Blanquette de Guelma*) et 0,96 (*Takesrit*). Beltran *et al.* (2005) ont obtenu un facteur de corrélation de 0,89 pour la variété *Hojiblanca*.

Selon Visioli et Galli, 1994; Tsimidou, 1998; Idrissi *et al.* 2004, les acides phénoliques dérivés des acides cinnamique et benzoïque, l'oleuropéine glycoside et ses aglycones sont responsables du goût amer de l'huile d'olive

D'après les travaux menés par Garcia *et al.* (1996), des similitudes ont été relevées entre l'indice d'amertume et la stabilité de l'huile à l'oxydation au cours de la maturation. Ces deux paramètres sont donc fonction de la teneur en polyphénols. En effet, Dhifi *et al.* (2006) ont constaté que la richesse en oleuropéine de l'huile de la variété tunisienne *Chetoui*, est à l'origine de son amertume prononcée par rapport aux autres huiles étudiées. Donc la diminution de l'amertume des échantillons d'huile étudiés au cours de la maturation est due à la diminution de ces composés phénoliques tel rapporté par Baccouri *et al.* (2008b).

II.2.2.3.4 *Ortho*-diphénols

Les résultats de la quantification des *ortho*-diphénols sont illustrés dans la figure 21.

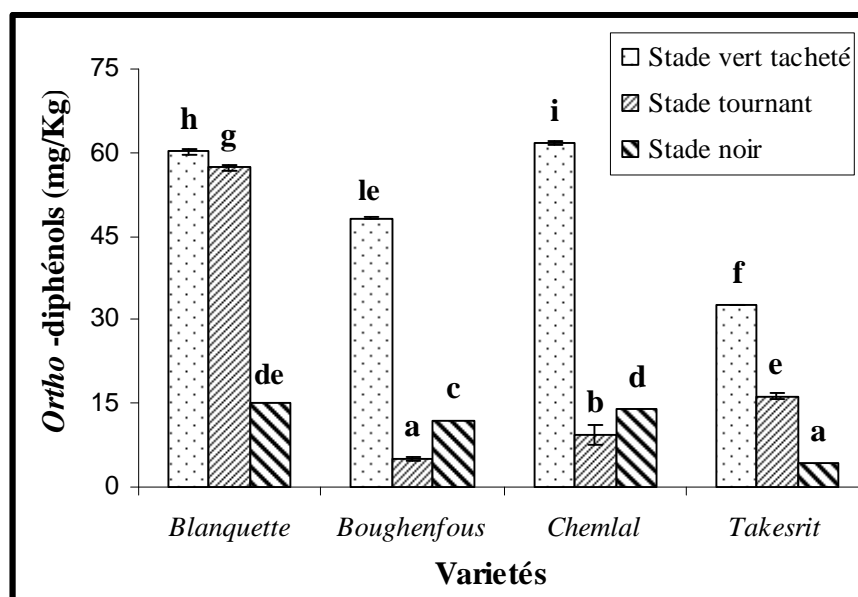


Figure 21 : Teneur en *ortho*-diphénols totaux des huiles issues des olives à différents stades de maturité.

*Les barres verticales représentent les écarts-types.

Les résultats obtenus indiquent que le stade vert tacheté se caractérise par la teneur la plus élevée en *ortho*-diphénols par rapport aux autres stades. L'huile issue des olives vertes tachetées de la variété *Chemlal* présente le taux le plus important

avec 61,71mg/kg, et l'huile issue des olives vertes tachetées de la variété de *Takesrit* ne renferme qu'une teneur de 32,62 mg/kg.

L'analyse statistique révèle l'existence de différences significatives entre nos échantillons ($p < 0,05$) quant à leur teneurs en *ortho*-diphénols, à l'exception des huiles issues des olives noires de *Blanquette de Guelma* et tournantes de *Takesrit* ainsi que des olives noires de *Blanquette* et noires de *Chemlal*.

L'évolution de la teneur en *ortho*-diphénols au cours de la maturation est fonction de la variété. Les deux variétés *Blanquette de Guelma* et *Takesrit* présentent la même évolution au cours de la maturation que celle des polyphénols; une diminution marquée de leurs teneurs est enregistrée en passant du stade vert tacheté au stade noir. Les concentrations en *ortho*-diphénols de ces deux variétés suivent la même évolution que les deux variétés espagnoles (*Arbequina* et *Picual*) étudiées par Yousfi *et al.* (2006).

Pour les deux autres variétés, *Chemlal* et *Boughenfous*, les teneurs en *ortho*-diphénols diminuent du stade vert tacheté au stade tournant et augmentent au stade noir. Ces différences dans les teneurs en ces composés avec les composés phénoliques dans l'huile peuvent être expliquées par la variation des systèmes enzymatiques présents dans chaque variété.

Une étude réalisée par Cerretani *et al.* (2004) sur deux variétés italiennes, révèle des teneurs largement supérieures, variant de 127 à 228 mg/kg pour la variété *Nostrana-di-Brisighella* et de 177 à 214, 97mg/Kg pour la variété *Ghiacciolo*. Cette différence est probablement liée à la variété, à l'origine géographique et à la méthode d'extraction utilisée par Cerretani et ces collaborateurs qui consiste en un mélange hydro-alcoolique méthanol eau (60 : 40, v/v). Salvador *et al.* (2003) ont obtenu des teneurs comprises entre 1,5 mg/kg et 10,4 mg/kg utilisant le même solvant d'extraction que Cerretani et ces collaborateurs mais l'acide caféique comme substance de référence. La différence dans la teneur en *ortho*-diphénols de l'huile d'olive est due également à l'effet variétal.

Les *ortho*-diphénols de l'huile d'olive sont l'hydroxytyrosol, acide caféique et les dérivés d'oleuropéine (Monti *et al.*, 2001; Oliveras-Lopez *et al.*, 2007). Il a été constaté par Baccouri *et al.* (2008a) que le taux de secoiridoïdes (oleuropéine aglycone

et ligstroside aglycone) diminue durant le processus de maturation suite à l'augmentation de l'activité des enzymes hydrolytiques (estérases). Cette diminution d'oleuropéine est accompagnée d'une accumulation d'hydroxytyrosol tel rapporté par Artajo Medina (2006).

La diminution des *ortho*-diphénols au cours de la maturation fait ressortir que ces composés sont sujets à deux types de réactions : l'hydrolyse (les estérases) et l'oxydation (les PPO et la peroxydase) ainsi qu'à l'activité de la PAL qui diminue au cours de la maturation.

Cette diminution peut être également expliquée par l'implication des *ortho*-diphénols surtout l'acide caféique dans la synthèse des anthocyanes (Ribéreau-Gayon, 1968).

II.2.3 Les activités antioxydantes

II.2.3.1 Pouvoir réducteur

L'analyse du pouvoir réducteur des échantillons d'huile d'olive (figure 22) montre que les huiles issues des olives vertes tachetées exercent les meilleures activités réductrices : 214, 196, 73 et 51 mg E. A. G./kg pour les variétés *Blanquette de Guelma*, *Chemlal*, *Takesrit* et *Boughenfous*, respectivement. Par contre, les huiles issues des olives noires présentent les pouvoirs réducteurs les plus faibles : 158 (*Chemlal*), 52 (*Blanquette*), 47 (*Takesrit*) et 30 mg E.A.G./kg (*Boughenfous*).

Le degré de maturité et la variété ont un effet significatif ($p < 0,05$) sur le pouvoir réducteur. D'après la figure 22, le pouvoir réducteur diminue au cours de la maturation et ce pour les quatre variétés étudiées. Les deux variétés *Takesrit* et *Boughenfous* montrent une diminution graduelle et c'est les moins performantes. Par contre *Blanquette* et *Chemlal* exercent les pouvoirs réducteurs les plus élevés. Ceci est dû aux teneurs élevées en composés réducteurs de ces deux variétés.

Plusieurs auteurs (Gulçin *et al.* , 2004; Benkeblia, 2005; Sousa *et al.*, 2006) ont montré que le pouvoir réducteur d'un extrait est essentiellement due aux composés phénoliques. Ceci est confirmé dans la présente étude, par l'existence de corrélations significative entre le potentiel réducteur des extraits d'huile d'olive et les teneurs en polyphénols et *Ortho*-diphénols. Les coefficients de corrélation sont de 0,99 et 0,72

pour la variété *Boughenfous*, 0,98 et 0,99 pour (*Chemlal*), 0,99 et 0,99 pour (*Blanquette*) et enfin 0,97 et 0,99 pour (*Takesrit*), respectivement.

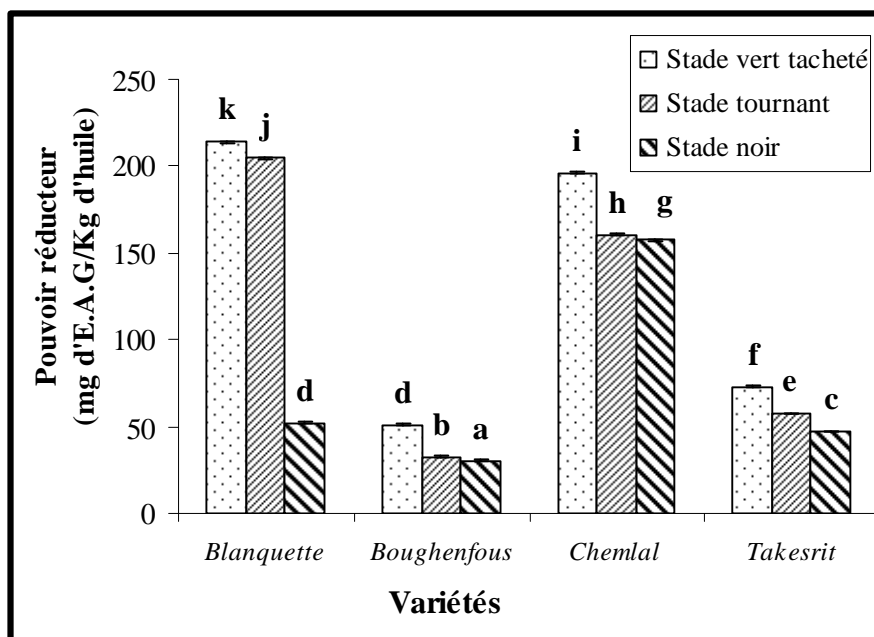


Figure 22 : Pouvoir réducteur des extraits méthanoliques des huiles issues des olives à différents stades de maturité.

*Les barres verticales représentent les écarts-types.

En mesurant le pouvoir réducteur de neuf échantillons d'huile d'olive commerciaux par la méthode FRAP, basée sur la réduction de tripyridyltriazine ferrique (Fe^{3+} - TPTZ) en tripyridyltriazine ferreux (Fe^{2+} - TPTZ), Szydłowska-Czerniak *et al.* (2008) ont constaté l'existence d'une corrélation significative ($r = 0,80$) entre la teneur en composés phénoliques et le potentiel réducteur.

II.2.3.2 Pouvoir antiradicalaire

II.2.3.2.1 Pouvoir antiradicalaire de l'extrait méthanolique

L'activité antiradicalaire des extraits méthanoliques des échantillons d'huile d'olive est illustrée en figures 23 et 24. Le pouvoir antiradicalaire des extraits d'huile d'olives montre des différences significatives ($p < 0,05$) selon le stade de maturité et la variété considérée et diminue au cours de la maturation.

Les extraits des huiles issues des olives vertes tachetées montrent les meilleures activités antiradicalaires. La variété *Blanquette* présente l'activité la plus élevée (90,80% correspondant à 603,34 mg E.A.G. / kg d'huile) ; l'activité minimale est obtenue avec la variété *Boughenfous* (28,23% correspondant à 187,59 mg E.A.G. / kg d'huile). Les plus faibles activités sont observées pour les huiles issues des olives noires des deux variétés *Blanquette* et *Takesrit* (30,70% et 16,28% respectivement) et l'huile issue des olives tournantes de *Boughenfous* et *Chemlal* (12,62% et 73,93% respectivement).

Une diminution du pouvoir antiradicalaire au cours de la maturation est notée en passant du stade vert tacheté au stade noir, excepté pour les huiles issues des olives tournantes et noires des deux variétés *Chemlal* et *Boughenfous* où l'activité antioxydante du stade noir est légèrement supérieure à celle du stade tournant. Ceci serait lié aux teneurs en *ortho*-diphénols étant plus élevée au stade noir qu'au stade tournant pour ces deux variétés. Les capacités antiradicalaires des quatre variétés étudiées suivent le même ordre que l'évolution des *ortho*-diphénols. Des corrélations significatives positives ont été obtenues entre le pouvoir antiradicalaire et les teneurs en *ortho*-diphénols. Les coefficients de corrélation sont de 0,93 pour (*Boughenfous*), et 0,99 pour les trois autres variétés (*Blanquette*, *Chemlal* et *Takesrit*).

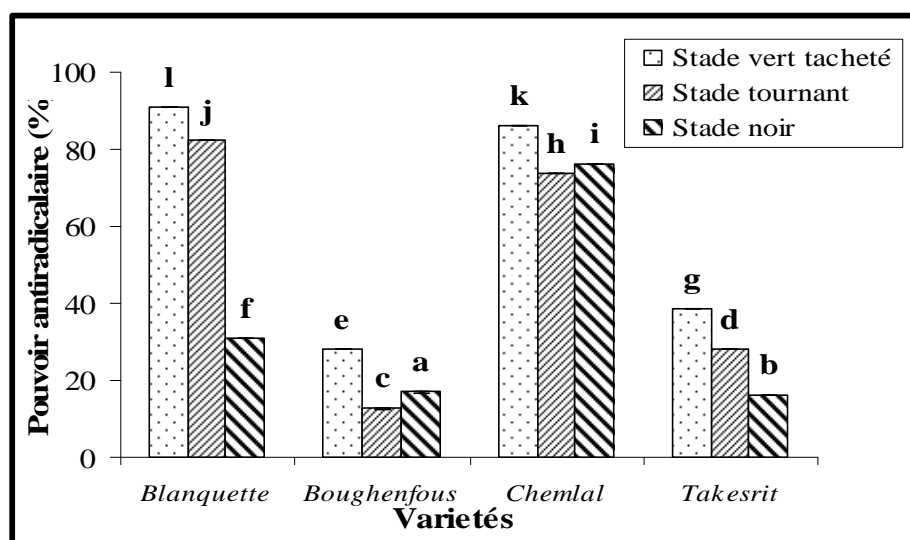


Figure 23 : Pouvoir antiradicalaire des extraits méthanoliques des huiles issues des olives à différents stades de maturité (en % d'inhibition).

*Les barres verticales représentent les écarts-types.

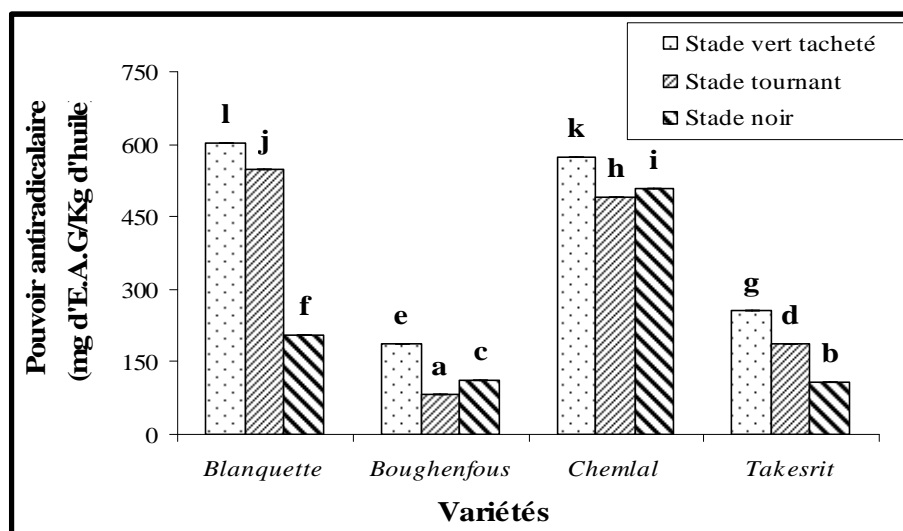


Figure 24 : Activité antiradicalaire des extraits méthanoliques des huiles issues des olives à différents stades de maturité.

*Les barres verticales représentent les écarts-types.

Nos résultats confirment les données de l'étude de Baccouri *et al.*, (2008b) à savoir que les secoiridoïdes (majoritaires au stade vert) présentent les activités antioxydantes les plus élevées.

D'après Baldioli *et al.* (1996) et Oliveras-Lopez *et al.* (2007), les composés phénoliques ayant la plus forte activité antioxydante appartiennent au groupe des *ortho*-diphénols. D'après Carrasco-Pancorbo *et al.* (2005), cités par Gómez-Caravaca *et al.* (2008), l'hydroxytyrosol, l'oleuropéine et la déméthyl-oleuropéine possédant une structure O-catécholique montrent de bonnes activités antioxydantes, contrairement aux phénols monohydroxylés comme le tyrosol et le ligstroside aglycone qui ont un faible pouvoir « scavenger » vis-à-vis des radicaux libres.

Visioli et Galli (1998), Monti *et al.* (2001) et Ollivier *et al.* (2004) ont expliqué la propriété antioxydante des *ortho*-diphénols par la présence de deux OH en position *ortho* qui facilite la donation d'hydrogène. La liaison hydrogène intramoléculaire qui se forme entre l'hydrogène libre du groupement hydroxy et l'hydroxyle du radical phénoxy conduit à la formation d'une quinone.

Le pouvoir puissant à piéger le radical DPPH par les extraits d'huile issue des olives vertes tachetées (pour l'ensemble des variétés) peut être expliqué par le contenu

phénolique de ces extraits. Plusieurs auteurs ont rapporté que l'activité antiradicalaire est directement liée à la teneur en composés phénoliques totaux (Zanoni *et al.*, 2005; Choi *et al.*, 2006; Pourmorad *et al.*, 2006; Bouaziz *et al.*, 2008).

Des corrélations significatives positives ont été obtenues entre le pouvoir antiradicalaire et les teneurs en composés phénoliques totaux. Les coefficients de corrélation sont de 0,87 (Boughenfous), 0,91 (Chemlal), 0,99 (Blanquette) et 0,99 (Takesrit). Samaniego Sanchez *et al.* (2007) ont obtenu un coefficient de corrélation de 0,79 entre le pouvoir antioxydant des extraits d'huile de la variété *Picual* vis-à-vis du radical DPPH et la teneur en composés phénoliques.

Bouskou *et al.* (2006) affirment que l'exposition des olives aux rayons solaires et l'action des catécholases génèrent la production des dérivés polyphénoliques ayant une faible activité antioxydante.

Le pouvoir antiradicalaire des extraits phénoliques des huiles étudiées, se justifie par leur capacité à céder aisément des électrons et des protons (Saint-Cricq de Gaulejac *et al.* 1999; Prior *et al.*, 2005; Balasundram *et al.*, 2006). Cependant, d'autres facteurs peuvent être à l'origine de la variation de l'activité antiradicalaire :

- La position et le degré d'hydroxylation (Kahkonen *et al.*, 1999; Pulido *et al.*, 2000);
- La polarité, la solubilité et la stabilité du radical phénoxy (Balasundram *et al.*, 2005);
- L'existence d'une synergie entre les polyphénols ou avec d'autres molécules tels les vitamines ou les sucres qui pourraient augmenter l'activité antioxydante (Nijveldt *et al.*, 2001; Abdille *et al.*, 2005; Muchuweti *et al.*, 2006);
- La présence d'autres substituants donneurs d'hydrogène ou d'électron tels les groupements (-SH et -NH) (Son et Lewis, 2002; Balasundram *et al.*, 2005).

II.2.3.2.2 Pouvoir antiradicalaire de l'huile

Les résultats de l'activité antiradicalaire des échantillons d'huiles d'olive, exprimés en pourcentage d'inhibition du radical DPPH, sont illustrés en figure 25.

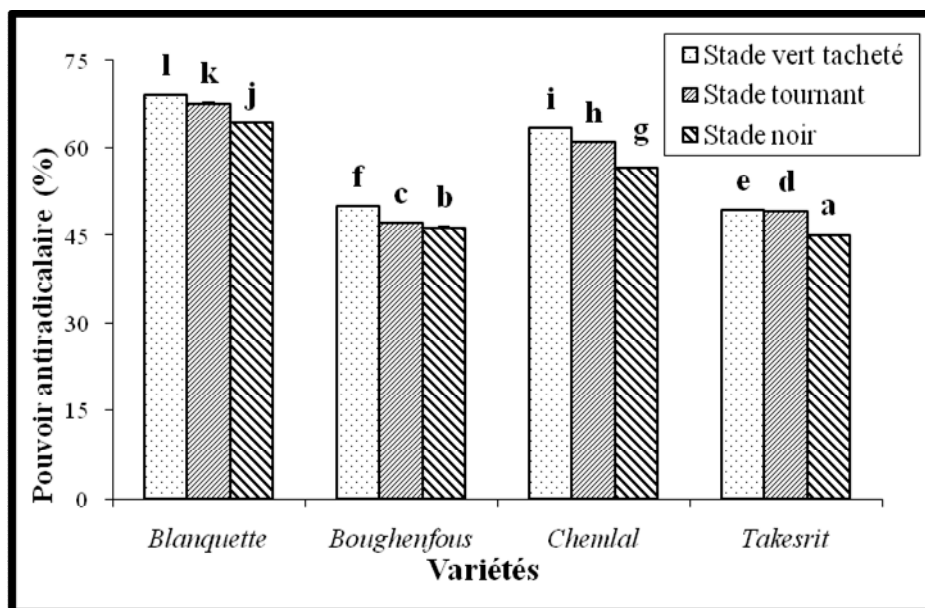


Figure 25 : Activité antiradicalaire des huiles issues des olives à différents stades de maturité.

*Les barres verticales représentent les écarts-types.

Tous les échantillons d'huile d'olive analysés possèdent la capacité de piéger le radical DPPH et leurs capacités diffèrent significativement ($p < 0,05$) selon la variété et le degré de maturité.

Les huiles issues des olives vertes tachetées exercent les meilleures activités antiradicalaires : 69,65% (*Blanquette de Guelma*), 63,3% (*Chemlal*), 49,9% (*Boughenfous*) et 49,41% (*Takesrit*). Les huiles issues des olives tournantes sont les moins performantes, avec des pourcentages d'inhibition de 69,01 % pour *Blanquette* et 47,13% pour *Takesrit*. Les activités les plus faibles sont enregistrées par les huiles issues des olives noires dont la valeur minimale est obtenue par la variété *Takesrit* (45,04%).

Le pouvoir antiradicalaire des huiles des quatre variétés étudiées montre une diminution au cours de la maturation en passant du stade vert tacheté au stade noir. Les meilleures activités sont notées pour les deux variétés *Blanquette* et *Chemlal* (de 69,01% à 64,20% et de 63,3% à 56,53% respectivement).

Les forts pourcentages d'inhibition obtenus pour le stade vert tacheté des quatre variétés sont liés à leur richesse en antioxydants tel rapporté par Oueslati *et al.* (2009).

Ces auteurs ont constaté que les huiles présentant des pourcentages d'inhibition élevés contiennent des quantités importantes en composés phénoliques et en tocophérols.

Nos résultats sont en parfait accord avec ceux de Jiang *et al.* (2005) qui ont noté une diminution progressive de l'activité antiradicalaire au cours de la maturation des olives de quatre variétés (*Manzanillo*, *Lucca*, *Nevadillo Blanco* et *Mission*). Ces auteurs relient cette diminution à l'évolution des deux principaux antioxydants (les tocophérols et les composés phénoliques) qui diminuent au cours de la maturation des olives. Ceci est confirmé par nos résultats où des corrélations sont établies entre l'activité antiradicalaire et les teneurs en différents antioxydants (tableau VIII).

Tableau VIII : Facteurs de corrélation entre l'activité antiradicalaire des huiles et leurs teneurs en antioxydants.

Variété	Polyphénols totaux	Ortho-diphénols	Tocophérols totaux	Caroténoïdes
<i>Blanquette de Guelma</i>	r = 0,99	r = 0,97	r = 0,96	r = 0,85
<i>Boughenfous</i>	r = 0,99	r = 0,66	r = 0,99	r = 0,99
<i>Chemlal</i>	r = 0,90	r = 0,71	r = 0,94	r = 0,97
<i>Takesrit</i>	r = 0,94	r = 0,85	r = 0,65	r = 0,87

Les EC₅₀ des huiles analysées (tableau IX) montrent des différences significatives entre les échantillons, excepté les huiles issues des olives vertes tachetées et tournantes de la variété *Blanquette*.

Tableau IX : Valeurs moyennes des EC₅₀ des huiles d'olive des différentes variétés aux trois stades de maturité.

Variété	Stade de maturation	EC ₅₀ (mg/ml)
<i>Blanquette de Guelma</i>	Vert tacheté	29,96 ± 0,07 a
	Tournant	30,06 ± 0,03 a
	Noir	43,42 ± 0,13 c
<i>Boughenfous</i>	Vert tacheté	104,60 ± 0,06 i
	Tournant	156 ± 0,10 j
	Noir	171,04 ± 0,28 k
<i>Chemlal</i>	Vert tacheté	36,09 ± 0,09 b
	Tournant	44,92 ± 0,02 d
	Noir	50,01 ± 0,06 e
<i>Takesrit</i>	Vert tacheté	74,38 ± 0,09 f
	Tournant	81,08 ± 0,15 g
	Noir	97,26 ± 0,16 h

La variété *Blanquette* a la plus importante activité avec un maximum pour le stade vert tacheté où seulement une quantité de 29,96 mg d'huile est nécessaire pour inhiber 50% du radical DPPH, suivie par la variété *Chemlal* (36,09 mg/ml); les deux variétés *Takesrit* et *Boughenfous* présentent les activités les plus faibles (74,38 mg/ml et 104,6 mg/ml respectivement).

Malgré une augmentation des EC₅₀ au cours de la maturation, correspondant à une diminution de l'activité antiradicalaire pour les deux variétés *Blanquette* et *Chemlal*, les valeurs atteintes sont très inférieures à celles des deux autres variétés : *Boughenfous* et *Takesrit*.

Les EC₅₀ des différentes huiles testées sont largement supérieures aux standards utilisés : EC₅₀ (acide gallique) = 0,013 mg/ml, EC₅₀ (acide caféique) = 0,016 mg/ml, EC₅₀ (BHA) = 0,017 mg/ml et EC₅₀ (α-tocophérol) = 0,062 mg/ml. Ceci est due à la composition de l'huile; présence d'autres composants autres que les antioxydants.

En testant l'activité antiradicalaire de l'huile essentielle d'une plante (*Origanum vulgare ssp. vulgare*) et de son extrait méthanolique, Şahin *et al.* (2004) ont constaté

que l'extrait a un pouvoir antiradicalaire plus élevé que l'huile qui est expliqué par la composition de cette dernière.

Ramadan et Morsel (2006) ont rapporté que l'activité antiradicalaire de l'huile peut être interprétée par l'action combinée de ses différents antioxydants. Cependant, la variation du pouvoir antiradicalaire des huiles des différentes variétés d'olives peut être le résultat de :

- La différence dans les teneurs et la composition en insaponifiables;
- La diversité des caractéristiques structurales des antioxydants présents dans l'huile;
- La différence dans la cinétique du potentiel antioxydant;
- L'existence d'une synergie entre les composés polaires et les autres composants de l'huile d'olive.

II.2.3.3 Activité scavenger du peroxyde d'hydrogène

La figure 26 montre que les huiles issues des olives vertes tachetées exercent les meilleures activités avec des pourcentages d'inhibition du peroxyde d'hydrogène variant de 74,94% pour la variété *Blanquette* à 41,68% pour *Boughenfous*. Les huiles issues des olives noires sont les moins performantes avec un pourcentage le plus faible (12,46%) enregistré pour la variété *Takesrit*.

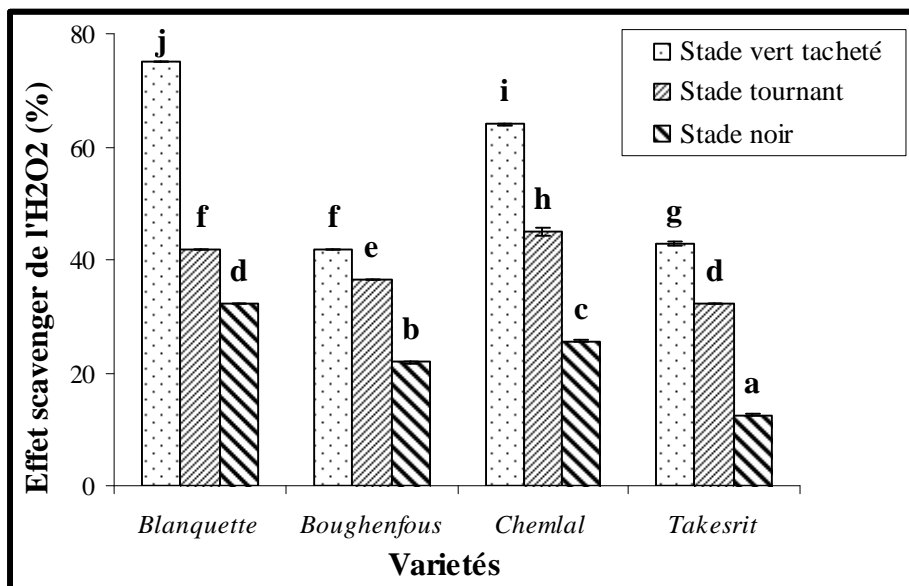


Figure 26 : Effet scavenger du peroxyde d'hydrogène des huiles issues des olives à différents stades de maturité.

*Les barres verticales représentent les écarts-types.

L'analyse statistique indique que l'effet scavenger des extraits phénoliques des huiles d'olive sur le peroxyde d'hydrogène est influencé significativement par la variété et la maturation des olives.

L'activité scavenger des extraits sur le H₂O₂ montre une diminution au cours de la maturation pour l'ensemble des variétés. Cette diminution est progressive pour les variétés *Boughenfous*, *Chemlal* et *Takesrit*. Une diminution importante de l'effet scavenger est notée entre le stade vert tacheté et le stade tournant de la variété *Blanquette de Guelma*, laquelle peut être attribuée à la teneur et au type de composés phénoliques présents dans les extraits méthanoliques. En effet, l'étude menée par Wang *et al.* (2007) affirme que l'effet scavenger de H₂O₂ est attribué aux composés phénoliques qui sont responsable du transfert d'électrons pour neutraliser le H₂O₂ en eau, comme le montre la réaction ci-après :



Des corrélations sont établies entre les résultats de l'effet scavenger de l'H₂O₂ et ceux des teneurs en composés phénoliques totaux des extraits analysés : 0,78 (*Blanquette de Guelma*), 0,85 (*Boughenfous*), 0,96 (*Chemlal*) et 0,99 (*Takesrit*).

Des corrélations significatives sont également observées entre l'activité scavenger de H₂O₂ et la concentration en *ortho*-diphénols pour les trois variétés : *Chemlal*, *Blanquette de Guelma* et *Takesrit* qui sont respectivement de 0,82, 0,71 et 0,97. Pour ce qui est de la variété *Boughenfous* un coefficient de ($r=0,14$) a été obtenu entre ces deux paramètres.

II.2.3.4 Test de l'inhibition de l'oxydation lipidique

La mesure de l'inhibition du degré d'oxydation de l'acide linoléique est l'une des méthodes les plus utilisées pour la détermination de l'activité antioxydante de l'huile d'olive. La présence d'antioxydants inhibe l'oxydation des lipides par la réduction des radicaux libres.

Les résultats des pourcentages d'inhibition de l'oxydation de l'acide linoléique des extraits phénoliques des différents échantillons d'huile d'olive sont illustrés dans la figure 27.

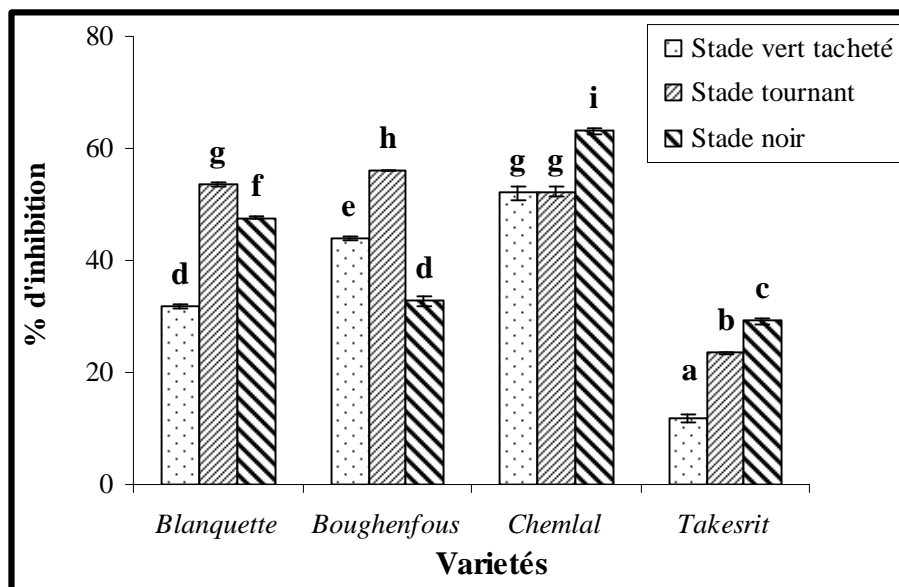


Figure 27 : Pourcentages d'inhibition de l'oxydation de l'acide linoléique des huiles issues des olives à différents stades de maturité.

*Les barres verticales représentent les écarts-types.

L'étude statistique révèle l'existence de différences significatives entre les pourcentages d'inhibition de l'oxydation de l'acide linoléique pour les différents stades de maturité et pour l'ensemble des variétés, à l'exception des extraits issus des olives vertes tachetées et tournantes de *Chemlal* ainsi que tournantes de *Blanquette*.

En comparant les stades de maturité, il ressort que les extraits des huiles issues du stade tournant des deux variétés *Boughenfous* et *Blanquette* exercent les meilleures activités (56,03% et 53,53% respectivement) par rapport aux variétés *Chemlal* et *Takesrit* où le stade noir se montre le plus performant avec des pourcentages d'inhibition de l'oxydation de l'acide linoléique de 63,04 et 29,16% respectivement. Les extraits de la variété *Chemlal* exercent les plus grandes inhibitions sur l'oxydation de l'acide linoléique passant du stade vert tacheté (52%) au stade noir (63,04%).

Les résultats obtenus sont surprenants dans la mesure où ils ne présentent pas de similitudes avec les teneurs en composés phénoliques totaux et *ortho*-diphénols; des corrélations significatives négatives sont notées entre ce test et les teneurs en composés phénoliques concernant les deux variétés *Chemlal* et *Takesrit* (-0,7 et -0,95 respectivement), et aucune corrélation n'est établie pour les variétés *Blanquette* et

Boughenfous avec ce test. Pour ce qui est des *ortho*-diphénols, seule la variété *Takesrit* présente un facteur de corrélation négatif (-0,99).

En effet, nous nous attendions à avoir une plus grande inhibition de l'oxydation de l'acide linoléique dans les échantillons contenant des teneurs élevée en polyphénols ; agents réducteurs permettant d'inhiber la peroxydation de l'acide linoléique par la réduction du radical peroxyde LOO° . Ces observations nous conduisent à penser qu'il existe, en plus de la présence des agents réducteurs, d'autres facteurs qui influent l'inhibition de l'oxydation de l'acide linoléique. Selon Son et Lewis (2002), l'activité antioxydante dans un système d'émulsion ne dépend pas seulement de la concentration en polyphénols et du nombre de groupements hydroxyles mais aussi de la solubilité, de l'hydrophobicité et de la stabilité des composés présents dans les extraits. En effet, les lipides dans un milieu aqueux forment un système hétérogène constitué de micelles et les radicaux peroxydes qui résultent de la peroxydation des lipides se déplacent à l'intérieur du corps lipophile de ces micelles. Si un composé ne peut pas interagir avec la surface de la micelle et traverser la barrière pour atteindre ou s'insérer à l'intérieur du corps lipophile, son activité antioxydante sera diminuée (Zhiyong et Yuanzong, 2004).

L'augmentation du potentiel inhibiteur de la peroxydation lipidique du stade noir des deux variétés *Chemlal* et *Takesrit* et du stade tournant de *Boughenfous* et *Blanquette* peut être expliqué par la libération, dans le milieu, de molécules dotées d'un fort pouvoir antioxydant qui ont inhibé l'oxydation de l'acide linoléique tel l'hydroxytyrosol. D'après Nissiotis et Tasioula-Margari (2002), l'effet antioxydant des composés phénoliques dans l'huile d'olive suit l'ordre décroissant suivant : hydroxytyrosol, oleuropéine, tyrosol. Sachant qu'au cours de la maturation des olives, il y'a hydrolyse de l'oleuropéine et accumulation de l'hydroxytyrosol qui peut facilement pénétrer à l'intérieur de la micelle. La non concordance des résultats de ce test peut être aussi due aux erreurs de manipulation et la qualité des réactifs utilisés.

Les résultats de la présente étude indique l'existence de corrélations significatives positives entre les trois méthodes (pouvoir réducteur, effet scavenger du radical DPPH et H_2O_2) concernant les quatre variétés, ce qui nous mène à penser qu'il

y'a présence d'antioxydants putatifs ayant à la fois un potentiel réducteur et un effet piégeur vis-à-vis des radicaux libres. Donc les trois méthodes sont intéressantes pour l'étude de l'activité antioxydante de l'huile d'olive.

Pour ce qui est de la méthode de l'inhibition de l'oxydation de l'acide linoléique, seulement la variété *Boughenfous* qui présente un facteur de corrélation ($r = 0,69$) entre ce test et l'effet scavenger de H_2O_2 .

Conclusion

Conclusion

Le travail réalisé a été consacré à l'évaluation de la qualité et au dosage des substances antioxydantes de l'huile de quatre variétés d'olives (*Blanquette de Guelma*, *Boughenfous*, *Chemlal* et *Takesrit*) à trois stades de maturité (vert tacheté, tournant et noir) ainsi qu'à l'évaluation de leur pouvoir antioxydant.

Les résultats obtenus des analyses effectuées sur les olives des quatre variétés aux trois stades de maturité indiquent que : le poids moyen, l'humidité et la teneur en huile des olives varient en fonction de la variété ainsi que du degré de maturité. Les olives récoltées au stade noir sont plus riches en huile. La variété *Blanquette de Guelma* se distingue des autres variétés par un rendement en huile le plus élevé.

La détermination des indices de qualité des huiles étudiées montrent que les valeurs obtenues d'acidité, d'indice de peroxyde et des coefficients d'extinction spécifique (K_{232} et K_{270}) sont inférieures aux limites établies par COI (2003) pour une huile d'olive extra vierge, ce qui nous mène à classer les huiles des quatre variétés issues des trois stades dans cette catégorie. Toutefois, de faibles réactions d'hydrolyse et d'oxydation sont notées au cours de la maturation.

La composition en acides gras est influencée par la variété et le degré de maturité. Toutes les huiles ont des proportions en acide oléique supérieures à 56%, les valeurs les plus élevées sont enregistrées chez la variété *Boughenfous*. Les teneurs en cet acide gras diminuent considérablement au cours de la maturation des olives pour l'ensemble des variétés à l'opposé des acides palmitique et linoléique, qui tendent à augmenter.

Le rapport acide oléique / acide linoléique (utilisé comme paramètre de stabilité oxydative) diminue au cours de la maturation pour les quatre variétés.

Les teneurs en chlorophylles et en caroténoïdes diminuent considérablement au cours de la maturation des olives, et ce, pour l'ensemble des variétés. Les huiles issues des olives vertes tachetées présentent les teneurs en ces pigments les plus élevées; l'huile de la variété *Boughenfous* en est la plus riche. Les huiles issues des olives noires renferment les plus faibles concentrations en pigments.

Les résultats de la présente étude montrent également que les teneurs en différents antioxydants (caroténoïdes, tocophérols, polyphénols totaux et *ortho*-diphénols) est

fonction de la variété considérée et du stade de maturité. Les teneurs en ces substances diminuent au cours de la maturation. La variété *Blanquette* se distingue des autres variétés par les teneurs les plus élevées en tocophérols et *ortho*-diphénols ainsi que la variété *Chemlal* qui apparaît la plus riche en composés phénoliques totaux.

L'activité antioxydante des extraits méthanoliques des échantillons d'huile d'olive diminue au cours de la maturation pour l'ensemble des variétés (exception faite pour l'activité inhibitrice de l'oxydation de l'acide linoléique), elle est fonction de la nature, de la concentration et de la solubilité des composés phénoliques.

Les extraits phénoliques des deux variétés *Blanquette* et *Chemlal* montrent de meilleures activités : antiradicalaire, réductrices et « scavenger » du peroxyde d'hydrogène.

La variété *Boughenfous* s'ajoute aux deux variétés (*Blanquette* et *Chemlal*) quant à l'activité inhibitrice de l'oxydation de l'acide linoléique avec le meilleur pourcentage d'inhibition pour le stade tournant (*Blanquette* et *Boughenfous*) et le stade noir (*Chemlal*); seule la variété *Takesrit* présente une capacité antioxydante réduite.

La variété *Blanquette* se montre également la plus performante avec les plus faibles concentrations en huile pour neutraliser 50% du radical DPPH.

Des corrélations significatives ont été établies entre les composés phénoliques totaux et les *ortho*-diphénols avec les quatre tests évaluant le pouvoir antioxydant des extraits phénoliques des huiles étudiées ainsi que les différents antioxydants (composés phénoliques totaux, *ortho*-diphénols, tocophérols et caroténoïdes) avec l'activité antiradicalaire des échantillons d'huile d'olive, témoignant ainsi que la teneur et la nature en substances antioxydantes contrôle l'activité antioxydante.

Globalement les résultats obtenus font ressortir que la teneur en acide oléique, les paramètres de qualité, les composés mineurs et l'activité antioxydante sont importants au stade vert tacheté. Mais, pour des raisons organoleptiques (huiles amères de couleur légèrement verte moins appréciées par le consommateur), le stade de récolte précoce tournant permettrait d'obtenir des huiles de qualité et qui présentent des teneurs appréciables en acide oléique et en composés antioxydants.

La bonne qualité de nos huiles leur ouvrira des perspectives certaines sur le marché mondial de plus en plus demandeur. D'ailleurs un projet de labellisation de l'huile d'olive algérienne est en cours.

Mais pour concurrencer les pays producteurs, de nombreux défis sont à surmonter tels l'amélioration des capacités de transformation et de conditionnement, l'amélioration de la qualité (création de laboratoires spécialisés), une organisation officielle de la filière oléicole et une amélioration de son organisation à l'exportation.

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

- De procéder à l'analyse sensorielle, qui est un élément fondamental dans l'évaluation de la qualité de l'huile d'olive ;
- D'élargir l'échantillonnage sur d'autres cultivars d'olives et à d'autres stades de maturité (vert, vert jaunâtre, jaune verdâtre.....);
- D'isoler, d'identifier et de quantifier les composés phénoliques, les stérols et les substances aromatiques;
- D'étudier l'activité antimicrobienne de l'huile ainsi que ses principaux composés phénoliques tels l'oleuropéine et l'hydroxytyrosol;
- De réaliser des tests *in vivo* pour une meilleure évaluation de l'activité antioxydante de l'huile d'olive.

*Références
bibliographiques*

Références bibliographiques

A

Abaza L., Msalem M., Daoud D. and Zarrouk M. 2002. Caractérisation des huiles de sept variétés d'olivier tunisiennes. *Oléagineux Corps gras Lipides*, 9 (2) : 9-174.

Abdille M. H., Singh R. P., Jayaprakasha G.K. and Jena B.S. 2005. Antioxydant activity of the extract from *Dillenia indica* fruits. *Analytical Nutritional and clinical Methods. Food Chemistry*, 90: 801-896.

Ait Yacine Z., Serhrouchni M. and Hilali S. 2002. Evolution de la composition acide de l'huile d'olive à différents stades de la maturité des olives. Cas du Périmètre du Tadla- Maroc. *Olivae*, 94 :51-53.

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

Akagawa M. and Suyama K. 2001. Amine oxidase-like activity of polyphenols mechanism and properties. *European Journal of Biochemistry*, 268: 1953-1963.

Alais C., Linden G. and Miclo L. 2003. Lipides. In: *Biochimie alimentaire*. Ed Dunod. pp. 51-71.

Ames B.N., Shigenaga M.K. and Hagen T. M. 1993. Oxidants, Antioxydants and the degenerative diseases of aging. *Product Natural Academic Science of USA*, 90: 7915-7922.

Amro B., Aburjai T. and Al-Khalil S. 2002. Antioxydative and radical scavenging affects of olive cake extract. *Fitoterapia*, 73: 456-461.

Angerosa F., D'Alessandro N., Konstantinou P. and Di Giacinto L. 1995. GC-MS Evaluation of phenolic Compounds in Virgin Olive Oil. *Journal of Agricultural Food Chemistry*, 43: 1802-1807.

Angerosa F. and Di Giovacchino L. 1996. Natural antioxidants of virgin olive oil obtained by two and tri-phase centrifugal decanters. *Grasas y Aceites*, 47 (4): 247-254.

Angerosa F., Mostallino R., Basti C. and Vito R. 2001. Influence of malaxation temperature and time on the quality of virgin olive oils. *Food Chemistry*, 72: 19-28.

Aparicio R. and Luna G. 2002. Characterisation of monovarietal virgin olive oils. *European Journal of Lipids Science and Technology*, 104:1-12.

Artajo Medina L.S. 2006. Phenolic compounds: Their role during olive oil extraction and in flaxseed – transfer and antioxidant function. Thèse doctorat Technologie des aliments. pp. 1-21.

Assmann G. and Wahrburg U. 1999. Effets des composants mineurs de l'huile d'olive sur la santé. Institut de recherche sur l'athérosclérose, Université de Mûnste, Allemagne :1-8.

Avlessi F., Dangou J., Wotto V.D., Alitonou G. A., Sohounhloue D. K. and Menut C. 2004. Propriétés antioxydantes de l'huile essentielle des feuilles de *Clausena anisata* (Wild) Hook. Comptes Rendus Chimie, 7:1057–1061.

B

Baccouri B., Ben Temime S., Campeol E., Cioni P. L., Daoud D. and Zarouk M. 2007. Application of solid-phase microextraction to the analysis of volatile compounds in virgin olive oils from five new cultivars. Food Chemistry, 102: 850-856.

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

Baccouri O., Cerretani L., Bendini A., Lercker G., Zarrouk M. and Daoud Ben Miled D. 2008b. Phenol content as correlated to antioxidant activity and gustative characteristics of Tunisian monovarietal virgin olive oils. La Rivista Italiana delle Sostanze Grasse, 85 : 189–193.

Balasundram N., Yew Ali T., Sambanthamurthi R., Sundram K. and Samman S. 2005. Antioxidant properties of palm fruit extracts. Asia Pacific Journal Clinical Nutrition, 4 (4) : 319-324.

Balasundram N., Sundram K. and Samman S. 2006. Phenolic compounds in plants and agri-industrial by-products: Antioxidant activity, occurrence, and potential uses. Analytical Nutritional and Clinical Methods. Food Chemistry, 99: 191-203.

Balatsouras G., 1997. Encyclopédie mondiale de l'oliver. Conseil Oléicole International. pp. 295-342.

Baldioli M., Servili M., Perretti G. and Montedoro G. F. 1996. Antioxidant activity of tocopherols and phenolic compounds of virgin olive oil. American Journal Oil Chemist's Society, 73 (11): 1589-1593.

Beltran G., Paz Aguilera M., Del Rio C., Sanchez S. and Martinez L. 2005. Influence of fruit ripening process on the natural antioxidant content of *Hojiblanca* virgin olive oils. Food Chemistry, 89: 207–215.

Bendini A., Bonoli M., Cerretani L., Bigguzi B. Lercker G. and Toschi T.G. 2003. Liquid-liquid and solid-phase extractions of phenols from virgin olives oil and their separation by chromatographic and electrophoretic methods. Journal of chromatography A. 985:425-433.

Benkeblia N. 2005. Free-Radical scavenging capacity and antioxydant properties of some selected onions (*Allium cepa L.*) and garlic (*Allium sativum L.*) extracts. *Brazilian Archives of Biology and Technology*, 48 (5) : 753-759.

Benyahia N. and Zein K. 2003. Analyse des problemes de l'industrie de l'huile d'olive et solutions récemment développées. *Contribution spéciale de sustainable Business (Suisse)* : 1-8.

Bešter E., Butinar B., Bucar-Miklavcic M. And Golob T. 2008. Chemical changes in extra virgin olive oils from Slovenian Istra after thermal treatment. *Food Chemistry*, 108: 446–454.

Bisignano G. Tomaino A. Lo Cascio R. Crisafi G. Uccella N. and Saija A. 1999. Acyivité antimicrobienne in vitro de l'oleuropéine et de l'hydroxytyrosol. *Pharmacology*, 51(8): 971-974.

Berra B. 1998. Les composants mineurs de l'huile d'olive : aspects biochimiques et nutritionnels. *Olivae*, 73 : 29-30.

Blazovics A., Lugasi A., Szentmihalyi K. and Kéry A. 2003. Reducing power of the natural polyphenols of *Sempervivum tectorum* in vitro and in vivo. *Acta Biologica Szegediensis*, 47 (14): 99-102.

Bouaziz M., Fki I., Jemai H. Ayadi M. and Sayadi S. 2008. effect of storage on refined and husk olive oils composition : Stabilization by addition of natural antioxydants from *Chemlali* olive leaves.

Bruni U., Cortesi N. and Fiorano P. 1994. Influence des techniques agronomiques, des cultivars et des zones d'origine sur les caractères de l'huile d'olive vierge et les niveaux de certains de ses composants « mineurs ». *Olivae*, 53 : 28-34.

Brenes M., Garcia A., Garcia P., Rios J.J. and Garrido A. 1999. Phenolic Compounds in Spanish Olive Oils. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47: 3535-3539.

Bonnefont-Rousselot D., Thérond P. and Delattère. 2003. radicaux libres et antioxydants. In : *biochimie pathologique : aspects moléculaires et cellulaires*. Ed. Flammarion Medecine-Sciences. pp. 59-81.

Bouskou G., Salta F. N., Chrysostomou S., Mylona A., Chiou A. and Andrikopoulos N. K. 2006. Antioxidant capacity and phenolic profile of table olives from the Greek market. *Food Chemistry*, 94: 558–564

Bouvier F. and Camara B. 2007. The role of plastids in ripening fruits. In. *The structure and Function of plastids*. Ed. Springer. PP. 419-432.

Busconi M., Foroni C., Corradi M., Bongiorno C., Cattapan F. and Fogher C. 2003. DNA extraction from olive oil and its use in the identification of the production cultivar. *Food Chemistry*, 83:127–134

Byrne J.A., Grieve D.J., Cave A.C., Shah A.M. and Mal Coeur A. 2003. Oxidative Stress and Heart Failure. Archives des maladies du coeur et des vaisseaux, 96(3) : 214-21.

C

Caselli S., Modi G., Nizzi Grifi F and Fiorino P. 1993. Variabilité de la composition en acides gras, en stérols et en alcools de l'huile d'olive de cultivars de la Toscane. Olivae, 47 : 46-50.

Castera-Rossignol A. and Bosque F. 1994. Nouvelle approche des anti-oxydants. Oléagineux Corps gras Lipides, 1(2) : 131-143.

Çavusoglo A. and Oktar A. 1994. Les effets des facteurs agronomiques et des conditions de stockage avant la mouture sur la qualité de l'huile d'olive. Olivae, 52 :18-24.

Chartzoulakis K.S. 2005. Salinity and olive: Growth, salt tolerance, photosynthesis and yield. Agricultural Water Management, 78: 108–12.

Chimi H. 2006. Technologies d'extraction de l'huile d'olive et gestion de sa qualité. Bulletin mensuel d'information et de liaison du programme national de transfert de technologie en agriculture, 141 : 1-4.

Choi Y. M., Noh D.O., Cho S. Y., Suh H. J., Kim K.M. and Kim J.M. 2006. Antioxydant and antimicrobial activities of propolis from several regions of Korea. Food Science and Technology, 39 (7) : 756-761.

C.E. 2002. Commission Européenne Direction Generale de l'agriculture. Le secteur de l'huile d'olive dans l'union européenne : 1-8.

CEE 2568/91. Communauté économique 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 : 27-30.

Cercaci L., Passalacqua G., Poerio A., Rodriguez-Estrada M.T. and Lercker G. 2007. Composition of total sterols (4-desmethyl-sterols) in extravirgin olive oils obtained with different extraction technologies and their influence on the oil oxidative stability Food Chemistry, 102: 66–76.

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

Cichelli A. and Pertesana G. P. 2004. High-performance liquid chromatographic analysis of chlorophylls, pheophytins and carotenoids in virgin olive oil: chemometric approach to variety classification. Journal of Chromatography A,1046:141-146.

Criado M.N., Motilva M.J., Goni M. and Romero M.P. 2007. Comparative study of the effect of the maturation process of the olive fruit on the chlorophyll and carotenoid fractions of drupes and virgin oils from Arbequina and Farga cultivars. Food Chemistry, 100: 748–755.

C.O.I. 1996. Analyse spectrophotométrique dans l'ultraviolet. Conseil Oleicole international/ T20/ Doc 19 6 juin 1996, Madrid. Espagne.

C.O.I. 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.

C.O.I. 2008. La production de l'huile d'olive. Conseil Oléicole International.

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

Cortesi N., Fiorino P. and Ponzetti A. 2000. La composition de l'huile d'olive : rapport entre cultivar et systèmes d'extraction. *Olivae*, 81 : 36-38.

Cortesi N. and Rovellini P. 2004. L'état d'oxydation de l'huile d'olive vierge : effet des antioxydants naturels. *Olivae*, 101 : 27-33.

Covas M.I. 2007. Olive oil and the cardiovascular system. *Nutritional Pharmacology*, 55 (3): 175-186.

Cunha S. S., Fernandes J. O. and Oliveira M. B.P.P. 2006. Quantification of free and esterified sterols in Portuguese olive oils by solid-phase extraction and gas chromatography–mass spectrometry. *Journal of Chromatography A*, 1128: 220–227.

Cuvelier M.E. and Martel P. 2002. Additifs antioxygènes In Additifs et auxiliaires de fabrication dans les industries agroalimentaires 3^{ème} Ed. techniques et documents. pp. 207-235.

D

Delplanque B., Jusselin I., Le Roy B. and Motta C. 1999. intérêt nutritionnel des huiles d'olive. *Oléagineux Corps gras Lipides*, 6 (1) : 86-89.

Derbel S. and Ghedira K. 2005. Les phytonutriments et leur impact sur la santé. *Phytothérapie et nutrition*, 1 : 28-34.

De Stefano G., Piacquadio P., Servili M., Di Giovacchino L. and Sciancalepore V. 1999. Effect of extraction systems on the phenolic composition of virgin olive oils. *Fett/Lipid*, 101 (9): 328-332.

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

Di Giovachino L. 1991. L'extraction de l'huile d'olive par le système de la pression, de la centrifugation et de la percolation: incidence des techniques d'extraction sur les rendements en huile. *Olivae*, 36 :14-40.

Djeridane A., Yousfi M., Nadjemi B., Boutasouna D., Stocker P. and Vidal N. 2005. Antioxidant activity of some Algerian medicinal plants extracts containing phenolic compounds. *Food Chemistry*, 97 (4): 654-660.

Dourtoglou V.G., Mamalos A. and Makris D.P. 2006. Storage of olives (*Olea europaea*) under CO₂ atmosphere: Effect on anthocyanins, phenolics, sensory attributes and in vitro antioxidant properties. *Food Chemistry*, 99: 342–349

Dugo G., Lo Turco V., Pollicino D., Mavrogeni E. and Pipitone F. 2004. Caractérisation d'huiles d'olive vierges siciliennes. Variation qualitative des huiles des fruits des cultivars « *Biancolilla* », « *Nocellara del Belice* », « *Cerasuola* », « *Tonda Iblea* » et « *Crastu* » en fonction des techniques et de l'époque de récolte des olives. *Olivae*, 101 : 44-52.

E

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

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

El Antari A., El Moudni A. and Ajana H. 2003a. Evolution comparative de la qualité et de la composition acide de l'huile d'olive chez quelques variétés méditerranéennes cultivées au Maroc. *Olivae*, 95 : 26-31.

El Antari A., El Moudni H., Ajana H. and Cert A. 2003b. Etude de la composition lipidique de deux compartiments du fruit d'olive (pulpe et amande) de six variétés d'oliviers cultivées au Maroc. *Olivae*, 98 : 20-28.

Es-Safi N., Kollmann A., Khlifi S. and Ducrot P.H. 2007. Antioxydative effect of compounds isolated from *Globularia alypum L.* Structure activity relationship. *Food Science and Technology*, 40: 1246-1252.

F

Fakourelis N., Lee E.C. and Min D.B. 1987. Effect of chlorophyll and β -carotene on the oxidation stability of olive oil. *Journal of Food Science*. 52 (1): 234-235.

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

Favier A.2003. Le stress oxydant : Intérêt conceptuel et expérimental dans la compréhension des mécanismes des maladies et potentiel thérapeutique. Mécanismes biochimiques. L'actualité chimique, 108-115.

Fogliano V., Verde V., Randazzo G. and Ritieni A. 1990. Method for measuring antioxydant activity and its application to monitoring the antioxydant capacity of wines. Journal of Agricultural Food Chemistry, 47:1035-1040.

G

Gandul-Rojas B. and Minguéz-Mosquera M. 1996. Chlorophyllase activity in olive fruits and its relationship with the loss of chlorophyll pigments in the fruits and oils. Journal of Science and Food Agriculture, 72: 291-294.

Gandual-Roja B., Roca M. and Minguéz-Mosquera M.I. 2004. Chlorophyll and carotenoid degradation mediated by thylakoid-associated peroxidative activity in olives (*Olea europaea*) cv. *Hojiblanca*. Journal of Plant Physiology, 161 : 499-507.

Garcia J.M., Seller S. and Perez-Camino C. 1996. Influence of fruit ripening on olive oil quality. Journal of Agricultural Food Chemistry, 44: 3516-3520.

Ghedira K. 2008. L'olivier. Phytothérapie, 6 (2) : 83-89.

Gil M. I., Tomas-Barberan F.A., Hess-Pierce B., Holcroft D. M. and Kader A.A. 2000. Antioxidant Activity of Pomegranate Juice and Its Relationship with Phenolic Composition and Processing. Journal of Agricultural Food Chemistry, 48:4581-4589.

Gimeno E., Castellote A.I., Lamuela-Raventos R.M., De la Torre M.C. and 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

Giuffrida D., Salvo F. Salvo A. La Pera L. and Dugo G. 2007. Pigments composition in monovarietal virgin olive oils from various Sicilian olive varieties. Food chemistry, 101 (2) : 833-837.

Gomez-Caravaca A.M., Cerretani L., Bendini A., Seguera-Carretero A., Fernandez-Gutierry A., Del Carlo M., Compagnone D. and Cechelli A. 2008. Effect of fly attack (*Bactrocera oleae*) on the phenolic profile and selected chemical parameters of olive oil. Journal of Agricultural Food Chemistry, 56: 4577-4583.

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

Gorinstein S., Martin-Belloso O., Katrich E., Lojek A., Ciz M., Gligelmo-Miguel N., Haruenkit R., Park Y. S., Jung S.T. and Trakhtenberg S. 2003. Comparison of the contents of the main biochemical compounds and the antioxidant activity of some Spanish olive oils as determined by four different radical scavenging tests. *Journal of Nutritional Biochemistry*, 14: 154–159.

Grattan S.R., Berenguer M.J., Connell J.H., Polito V.S. and Vossen P.M. 2006. Olive oil production as influenced by different quantities of applied water. *Agricultural Water Management*, 8 5: 133-140.

Guilland J.C. 2003. Réparation des vitamines dans la nature In. *Les vitamines dans les industries agroalimentaires*. Ed. Techniques et documents. pp. 25-56.

Gülçin I., Küfrevioğlu O.I., Oktay M. and Emin Büyükkokuroğlu M. 2004 . Antioxidant, antimicrobial, antiulcer and analgesic activities of nettle (*Urtica dioica* L.). *Journal of Ethnopharmacology*, 90: 205-215.

H

Halliwel B., Rafter J. and Jenner A. 2005. Health promotion by flavonoids, tocopherols, tocotrienols, and other phenols: direct or indirect effects? Antioxidant or not?. *American Journal of Clinical Nutrition*, 81(1) :268–276.

Hanasaki Y., Ogawa S. and Fukui S. 1994. The correlation between active oxygens scavenging and antioxidative effects of flavonoids. *Free Radical of Biology Medecine*, 16: 845-850.

Hennebelle T., Sahpaz S. and Bailleul F. 2004. Polyphénols végétaux, sources, utilisations et potentiel dans la lutte contre le stress oxydatif. *Phytothérapie*, 1: 2-5.

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

Huang H.H., Kwok K.C. and Liang H.H. 2005. Effect of tea polyphenols on the activities of soybean trypsin inhibitors and trypsin. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 84: 121-126.

I

Idrissi I.J., Rahmani M. and Souizi A.A. 2004. Essais de désamérisation biologique des olives de table à échelle industrielle. *Olivae*, 101 : 34-37.

Inglese P. 1994. L'influence de la variété sur les caractéristiques qualitatives de l'huile d'olive. *Olivae*, 54 : 42-44.

J

Jacotot B. and Le Parco J.C. 1992. Nutrition et alimentation 2^{ème} Ed. Masson. pp . 22-32.

Jacotot B. 2001. Intérêt nutritionnel de l'huile d'olive. *Olivae*, 86 : 27-29.

Jahouach-Rabai W., Trabelsi M., Van Hoed V., Adams A., Verhe R., De Kimpe N. And Frikha M.H. 2008. Influence of bleaching by ultrasound on fatty acids and minor compounds of olive oil. Qualitative and quantitative analysis of volatile compounds (by SPME coupled to GC/MS). *Ultrasonics Sonochemistry*, 15 (4) : 590-597.

Jiang L., Yamaguchi T., Takamura H. and Matoba T. 2005. Characteristics of shodo island olive oils in Japan: Fatty acid composition and antioxydative compounds. *Food science and technology research*, 11(3):254-260.

K

Kahkonen M.P., Hopia A.I., Vuorela H.J., Rauha J.P. and Pihlaja K. 1999. Antioxydant activity of plant extracts containing phenolic compounds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47: 3954-3962.

Kalogeropoulos N., Chiou A., Mylona A., Ioannou M. S., Andrikopoulos N. K. 2007. Recovery and distribution of natural antioxidants (a-tocopherol, polyphenols and terpenic acids) after pan-frying of Mediterranean finfish in virgin olive oil. *Food Chemistry*, 100: 509–517.

Koechlin-Ramonatxo C. 2006. Oxygène, stress oxydant et suppléments antioxydantes ou un aspect différent de la nutrition dans les maladies respiratoires. *Nutrition Clinique et Métabolisme*, 20: 165–177.

Koutsaftakis A., Kotsifaki F. and Stefanoudaki E. 2000. La caractérisation des huiles d'olive vierges extra crétoises obtenues à partir de la variété *Koroneiki*. Influence du site d'origine sur plusieurs paramètres chimiques. *Olivae*, 81 : 20-25.

Kroyer G.T. 2003. Red clover extract as antioxidant active and functional food ingredient Innovative. *Food Science and Emerging Technologies*, 5: 101-105.

L

Lecoq R. 1965. Manuel d'analyse alimentaire et expertises usuelles. Ed. Doin. Paris.

Lee J., Koo N. and Min D.B. 2004. Reactive oxygen species, aging, and antioxidative Nutraceuticals. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 3: 21-33.

Leon Carralafuente E. 2003. Les bienfaits de l'huile d'olive. *Diabetes Voice*, 48(4) : 36-38.

Leger C.L. 2003. L'huile d'olive : sa place dans l'alimentation humaine. In : *Lipides et corps gras alimentaires*. Ed. Technique et Documents. pp.81-101.

Lesage-Messen L., Navarro D., Maunier S., Sigoillot J-C., Lorquin J., Delattre M., Simon J-L., Asther M. and Labat M. 2001. Simple phenolic content in olive oil residues as a function of extraction systems. *Food Chemistry*, 75: 501-507.

Lo Curto S., Dugo G., Mondello L. Errante G. and Russo M.T. 2001. Variation in tocopherol content in Italian virgin olive oils. *Italian Journal of Food Science*, 13 (2): 221-228.

Lopez Ortiz C.M., Prats Moya M.S. and Berenguer Navarro V. 2006. A rapid chromatographic method for simultaneous determination of β -sitosterol and tocopherol homologues in vegetable oils. *Journal of Food Composition and Analysis*, 19:141-149

Luna G., Morales M.T. and Aparicio R. 2006. Characterisation of 39 varietal virgin olive oils by their volatile compositions. *Food chemistry*, 98: 243-252.

M

Manach C., Scalbert A., Morand C., Rémésy C. and Jiménez L . 2004. Polyphenols: food sources and bioavailability. *American Journal of Clinical Nutrition*, 79 (5): 727-747.

Manfred M. and Moll N. 1998. Additifs alimentaires et auxiliaires technologiques. 2^{ème} Ed. Dunod, pp. 93.

Manian R., Anusuya N., Siddhuraju P. and Manian S. 2008. The antioxidant activity and free radical scavenging potential of two different solvent extracts of *Camellia sinensis L. O. Kuntz*, *Ficus bengalensis L.* and *Ficus racemosa L.* *Food Chemistry*, 107: 1000-1007.

Marc F., Davin A., Deglène-Benbrahim L., Ferrand C., Baccaunaud M. and Fritsch P. 2004. Méthodes d'évaluation du potentiel antioxydant dans les aliments. *Médecine sciences*, 20(4) :1-24.

Mata A.T., Proença C., Ferreira A.R., Serralheiro M.L.M., Nogueira J.M.F. and Araujo M.E.M. 2007. Antioxidant and antiacetylcholinesterase activities of five plants used as Portuguese food spices. *Food Chemistry*, 103 : 778-786.

Matos L.C., Cunha S.C., Amaral J.S., Pereira J.A., Andrade P.B., Seabra R. M. and Oliveira B. P.P. 2007a. Chemometric characterization of three varietal olive oils (Cvs. *Cobrancosa*, *Madural* and *Verdeal Transmontana*) extracted from olives with different maturation indices. *Food Chemistry*, 102: 406-414.

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

Meda A., Zamien C.E., Romito M., Millog J. and Nacoulma O.G. 2005. Determination of the total phenolic, flavonoid and praline contents in Burkina Fasan honey, as well as their radical scavenging activity. *Food chemistry* 99 (2005) 191-198.

Mendoza J. A. 1999. Separation des phases solide et liquide (Analyse des différentes methodes). Seminaire international sur les innovations scientifiques et leur applications en oléiculture et oleotechnique, Florence, 10, 11 et 12 mars 1999. Conseil oleicole International, 1-20.

Michaelakis N. 1992. L'amélioration de la qualité de l'huile d'olive en Grece : passé, present et avenir. *Olivae*, 42:22-30.

Michaelakis S. 1990. Influence des ravageurs et des maladies sur la quantité et la qualité de l'huile d'olive. *Olivae*, 30: 38-40.

Middleton E. JR. , Kandaswami C. and Theoharides T. C. 2000. The Effects of Plant Flavonoids on Mammalian Cells: Implications for inflammation, heart disease, and cancer. *Pharmacological Review*, 52 (4): 673-751.

Miller H.E. 1971. A simplified method for the evaluation of antioxydant. *Journal of the American Oil Chemists Society*, 48 (2) : 91-97.

Minguez-Mosquera M.I, Gandul-Rojas B., Garrido-Fernandez J., and Gallardo-Guerrero L. 1990. Pigments present in virgin olive oil. *Journal of American Oil Chemistry Society*, 67 (3):192-196.

Mompon B., Lemaire B., Mengal P. and Surbled M. 1998. Extraction des Polyphenols du laboratoire à la production industrielle. In : *Polyphenols*. Ed. INRA. pp. 31-43.

Monti S.M., Ritieni A., Sacchi R., Skog K., Borgen E. and Fogliano V. 2001. Characterization of Phenolic Compounds in Virgin Olive Oil and Their Effect on the Formation of Carcinogenic/Mutagenic Heterocyclic Amines in a Model System. *Journal of Agricultural Food Chemistry*, 49: 3969-3975.

Morello J.R., Motilva M.J., Tovar M.J. and Romero M.P. 2004. Changes in commercial virgin olive oil (*cv Arbequina*) during storage, with special emphasis on the phenolic fraction. *Food Chemistry*, 85: 357-364.

Muchuweti M., Nyamukonda L., Chagonda L.S., Ndhlala A. R., Mupure C. and Benhura M. 2006. Total phenolic content and antioxydant activity in selected medicinal plants of Zimbabwe. *International Journal of Food Science and Technology*, 41(33):28-33.

N

Nefzaoui A.1999. The olive cakes. In : *Olive tree by-products*. Ed.Icadra.pp.19-64.

Ninfali P., Aluigy G., Bacchiocca M. and Magniani M. 2001. Antioxydant capacity of extra-virgin olive oil. *American Journal Oil Chemist's Society*, 78 (3): 243-247.

Nijveldt R.J., Nood E.V., Hoorn D.EV., Boelens P.G., Norren K.V. and Leeuwen P.A.V. 2001. Flavonoids : a review of probable mechanisms of action and potential applications. *American Journal of Clinical Nutrition*, 74: 418-425.

Nissiotis M. and Tasioula-Margari M. 2002. Changes in antioxidant concentration of virgin olive oil during thermal oxidation. *Food Chemistry*, 77: 371–376.

O

Ohshima T. 2003. Quel avenir pour les antioxydants naturels? In. *Lipides et corps gras alimentaires*. Ed. Tec et Doc : 379-402.

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

Oliveras-L'opez M.J., Innocenti M., Giaccherini C., Ieri F., Romani A. and Mulinac N. 2007. Study of the phenolic composition of spanish and italian monocultivar extra virgin olive oils: Distribution of lignans, secoiridoidic, simple phenols and flavonoids. *Talanta*, 73: 726–732.

Oueslati I., Anniva C., Daoud D., Tsimidou M.Z. and Zarrouk M. 2009. Virgin olive oil (VOO) production in Tunisia: The commercial potential of the major olive varieties from the arid Tataouine zone. *Food Chemistry*, 112: 733–741.

P

Panaro V., Clodoveo M. L., Leone A. and Montel G. L. 2003. Productivité de différentes méthodes de récolte et influence sur la qualité de l'huile d'olive vierge extra. *Olivae*, 98 : 29-35.

Pardo J.E., Cuesta M.A. and 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., Serafini M., Colombi B., Del Rio D., Salvatore S., Bianchi M. and Brighenti F. 2003. Total Antioxidant Capacity of Plant Foods, Beverages and Oils Consumed in Italy Assessed by Three Different In Vitro Assays. *Journal of Nutrition*, 133: 2812–2819.

Perrin J.L. 1992. Les composés mineurs et les antioxygènes naturels de l'olive et de son huile. *Etude et recherche*, 4 : 25-31.

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

Pietta P.G. 2000. Flavonoids as antioxydants. *Journal of Natural Product*, 63 : 1035-1042.

Pinatel C.1999. Variabilité organoleptique des huiles d'olive en fonction de la maturité et des techniques culturales. *Oléagineux Corps gras Lipides*, 6(1) : 80-84.

Pincemail J., Bonjean K., Cayeux K. and Defraigne J.O. 2002. Mécanismes physiologiques de la défense antioxydante. Physiological action of antioxidant defences. Nutrition et Stress Oxydant. Nutrition Clinique et Métabolisme, 16: 233–239.

Poisson J.P. and Norce M. 2003. Corps gras alimentaires: Aspects chimiques, biochimiques et nutritionnels. In. Lipides et corps gras alimentaires. Ed. Tec et doc. pp. 1-50.

Pokorny J., Kalinova L. and Dysseler P. 1995. Determination of chlorophyll pigments in crude vegetable oils. Pure and Applied Chemistry, 67 (10): 1781-1787.

Pourmorad F., Hosseinimehr S. J. and Shahabimajd N. 2006. Antioxidant activity, phenol and flavonoid contents of some selected Iranian medicinal plants. African Journal of Biotechnology, 5 (11): 1142-1145.

Prior R.L., Wu X. and Schaich K. 2005. Standardized methods for the determination of antioxidant capacity and Phenolics in food and dietary supplements. Journal of agricultural and food chemistry, 4: 1-12

Pulido R., Bravo L. and Saura-Calixto F. 2000. Antioxidant activity of dietary polyphenols as determined by a modified ferric reducing/antioxidant power assay. Journal of Agricultural Food Chemistry, 48: 3396-3402.

R

Rahmani M. 1996. Critères d'évaluation de l'époque optimale de récolte des olives. 9^{ème} cour international sur l'amélioration de la qualité de l'huile d'olive, Espagne : 1-8.

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

Ranalli A., Tompesi A., Ferrante M. L. and De Mattia G. 1998. Respiratory rate of olive drupes during their ripening cycle and quality of oil extracted. Journal of the Science of Food and Agriculture, 77 : 359-367.

Ribereau-Gayon P. 1968. Les composés phénoliques des végétaux. Ed. Dunod. 173-201.

Roca M. and Mínguez-Mosquera M.I. 2001. Changes in Chloroplast Pigments of Olive Varieties during Fruit Ripening. Journal Agricultural and Food Chemistry, 49: 832-939.

Roca M. and Mínguez-Mosquera M.I. 2003. Carotenoid levels during the period of growth and ripening in fruits of different olive varieties (*Hojiblanca*, *Picual* and *Arbequina*). Journal of Plant Physiology, 160: 451–459.

Rodriguez-Amaya D.B.Ph.D. 2001. Nature of carotenoids in foods. In: A guide to carotenoid analysis in foods. Ed. Usaid. pp. 1-13.

Rolland Y. 2004. Antioxydants naturels végétaux. Oléagineux Corps gras Lipides, 11(6) : 419-424.

Rovellini P. and Cortesi N. 2003. Détermination des composants phénoliques de différents cultivars au cours de la maturation des olives par chromatographie liquide couplée à la spectrométrie de masse. *Olivae*, 95 : 32-38.

Ruiz L.F., Rodriguez A.G. O., Fernandez M.H., Marquez A. J., Pozo P. L. D., Bernardino J. M., Ayuso T. R. and Ojeda M. U.1999. Consejería de Agricultura y pesca. 2eme Ed. Informaciones técnicas comunidad europea. pp. 17-44.

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

Ryan D., Robardas K. and Lavee S. 1998. Evaluation de la qualité de l'huile d'olive. *Olivae*, 72 : 26-38.

Ryan D., Antolovich M., Prenzler P., Robards K. and Lavee S. 2002. Biotransformations of phenolic compounds in *Olea europaea L.* *Scientia Horticulturae*, 92: 147-176.

S

Şahin F., Gulluce M., Daferera D., Sokmen A., Sokmen M., Polissiou M., Agar G. and Ozer H. 2004. Biological activities of the essential oils and methanol extract of *Origanum vulgare ssp. vulgare* in the Eastern Anatolia region of Turkey. *Food Control*, 15 : 549-557.

Salas J.J., Sanchez J., Ramli U.S., Manaf A.M., Williams M. and Harwood J.L. 2000. Biochemistry of lipid metabolism in olive and other oil fruits. *Progress in Lipid Research*, 39: 151-180.

Salvador M.D., Aranda F. and Fregapane G. 2001. Influence of fruit ripening on 'Cornicabra' virgin olive oil quality: A study of four successive crop seasons. *Food Chemistry*, 73: 45-53.

Salvador M.D., Aranda F., Gomez-Alonso S. and Fregapane G. 2003. Influence of extraction system, production year and area on *Cornicabra* virgin olive oil: a study of five crop seasons. *Food Chemistry*, 80: 359-366.

Sanchez Casas J.J., De Miguel Gordillo C. and Marin Exposito J. 1999. La qualité de l'huile d'olive provenant de variétés cultivées en Estrémadure en fonction de la composition et de la maturation de l'olive. *Olivae*, 75 : 31-36.

Samaniego Sanchez C., Troncoso Gonzalez A.M., Garcia-Parrilla M.C., Quesada Granados J.J., L'opez Garcia de la Serrana H. and L'opez Martinez M.C. 2007. Different radical scavenging tests in virgin olive oil and their relation to the total phenol content. *Analytica Chimica Acta*, 593:103-107.

Saint-Cricq de Gaulejac N., Glories Y. and Vivas N. 1999. Free radical scavenging effect of anthocyanins in red wines. *Food Research International*, 32:327- 333.

Schoefs B. 2002. Chlorophyll and carotenoid analysis in food products. Properties of the pigments and methods of analysis. *Food Science and Technology*, 13 : 361-371.

Schoefs B. 2004. Determination of pigments in vegetables. *Journal of Chromatography A*, 1054 : 217-226.

Schwartz H., Ollilainen V., Piironen V. and Lampi A M. 2008. Tocopherol, tocotrienol and plant sterol contents of vegetable oils and industrial fats. *Journal of Food Composition and Analysis*, 21:152–161.

Sivakumar G., Briccoli Bati C., Perri E. and Uccella N. 2006. Gas chromatography screening of bioactive phytosterols from mono-cultivar olive oils. *Analytical, Nutritional and Clinical Methods. Food Chemistry*, 95: 525–528.

Skerget M., Kotnik P., Hadolin M., Hras A. R., Simoni M. and Knez Z. 2005. Phenols, proanthocyanidins, avones and avonols in some plant materials and their antioxidant activities. *Food Chemistry*, 89: 191-198.

Soler Riva C., Espin J.C. and Wichers H.J. 2000. Oleuropein and related compounds. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 80 : 1013-1023.

Son S. and Lewis B.A. 2002. Free Radical Scavenging and Antioxidative Activity of Caffeic Acid Amide and Ester Analogues: StructureActivity Relationship. *Journal of Agricultural Food Chemistry*, 50:468-472.

Soni M.G., Burdock G.A., Christian M.S., Bitler C.M. and Crea R. 2006. Safety assessment of aqueous olive pulp extract as an antioxidant or antimicrobial agent in foods. *Food and Chemical Toxicology*, 44: 903-915.

Sousa A., Ferreira I. C. F. R., Calhelha R., Andrade P. B., Valentao P., Seabra R., Estevinho L., Bento A. and Pereira J.A. 2006. Phenolics and antimicrobial activity of traditional stoned table olives ‘alcaparra’. *Bioorganic and Medicinal Chemistry*, 14: 8533–8538.

Szydłowska-Czerniak A., Karlovits G., Dianoczki C., Recseg K. and Szlyk S. 2008. Comparison of two analytical methods for assessing antioxidant capacity of rapeseed and olive oils. *J Am Oil Chem Soc* , 85:141–149

T

Tamendjari A., Bellal M.M. Laribi R. and Angerosa F. 2004a. Impact de l’attaque de *Bactrocera oleae* et du stockage des olives de la variété *Chemlal* sur la qualité de l’huile. *La Rivista Italiana delle Sostanze Grasse*, 81 : 23-27.

Tamendjari A., Bellal M.M. and Angerosa F. 2004b. Influence of *Bactrocera oleae* infestation on olive oil quality during ripening of *Chemlal* olives. *Italian Journal Food Science*, 16 (3): 345-356.

Tovar M J., Paz Romero M., Girona J. and Motilva M J. 2002. L-Phenylalanine ammonia-lyase activity and concentration of phenolics in developing olive (*Olea europaea* L

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

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

V

Uzzan A. 1994. Huile d'olive. In : manuel des corps gras. Ed. Technique et Documents. pp. 763-766.

V

Vazquez Roncero A. 1978. Les polyphénols de l'huile d'olive et leur influence sur les caractéristiques de l'huile. *Revue Française des Corps Gras*, 78(4) : 21-26.

Vattem D.A, Ghaedian R. and Shetty K. 2005. Enhancing health benefits of berries through phenolic antioxidant enrichment: focus on cranberry. *Asia Pacific Journal Clinical Nutrition*, 14 (2):120-130.

Visioli F. and Galli C. 1994. Oleuropein protects low density lipoprotein from oxidation. *Life Sciences*, 55 (24): 1965-1971.

Visioli F. and Galli C. 1998. Olive Oil Phenols and their Potential Effects on Human Health. *Journal of Agricultural Food Chemistry*, 46: 4292-4296.

Visioli F., Poli A. and Galli C. 2002. Antioxidant and other biological activities of phenols from olives and olive oil. *Medicinal Research Reviews*, 22 (1): 65-75.

Wang H., Dong Gao X., Zhou G., Cai L. and Yao W.B. 2007. In vitro and in vivo antioxidant activity of aqueous extract from *Choerospondias axillaris* fruit. *Food Chemistry*, 106: 888-895.

Wen-Rehaba A. I. 2002. Etude des activités biologiques et de la toxicité aigue de l'extrait aqueux des feuilles de *Mangifera indica* L. (*Anacardiaceae*). Thèse doctorat en sciences chimiques. pp. 127.

Y

Yadegarinia D., Gachkar L., Bagher Rezaei M., Taghizadeh M., Alipoor Astaneh S. and Rasooli I. 2006. Biochemical activities of Iranian *Mentha piperita* L. and *Myrtus communis* L. essential oils. *Phytochemistry*, 67: 1249–1255.

Yousfi K. Cert R.M. and Garcia J.M. 2006. Changes in quality and phenolic compounds of virgin olive oils during objectively described fruit maturation. *European Food Research Technology*, 223: 117–124.

Z

Zamora R., Alaiz M. and Hidalgo F.J. 2001. Influence of cultivar and fruit ripening on olive (*Olea europaea*) fruit protein content, composition, and antioxidant activity. *Journal of Agricultural Food Chemistry*, 49: 4267-4270.

Zanoni B., Bertuccioli M., Rovellini P. and Marotta F. 2005. A preliminary approach to predictive modelling of extra virgin olive oil stability. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 85: 1492-1498.

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

Zhiyong C. and Yuanzong L. 2004. Reducing power: the measure of antioxidant activities of reductant compounds? *Redox Report*, 9(4):213-216.

Zunin P., Boggia R., Lanteri S., Leardi R., De Androis R. and Evangelisti F. 2004. Direct thermal extraction and gas chromatographic-mass spectrometric determination of volatile compounds of extra-virgin olive oils. *Journal of Chromatography A*, 1023: 271-276.

Glossaire

- **Antiagrégantes** : Substances qui s'opposent au regroupement en amas des globules ou des plaquettes dans les vaisseaux, donc à la coagulation du sang.
- **Antithrombotiques** : Substances très utilisées dans la prévention primaire et secondaire des maladies thrombotiques cérébrovasculaires ou cardiovasculaires.
- **Cellules promocytaires** : Précurseurs de ces cellules se trouvant dans la moelle osseuse rouge sous formes de monoblastes qui évolueront en promonocytes.
- **Cholestérol HDL** : Appelé "bon cholestérol", est une lipoprotéine qui ramène le cholestérol au foie.
- **Cholestérol LDL** : Appelé "mauvais cholestérol", est une lipoprotéine qui amène le cholestérol aux tissus.
- **Diurétiques** : Substance qui a pour effet d'augmenter la production d'urine.
- **Drupe** : Fruit charnu, à noyau.
- **Faune entomophage** : Faune qui se nourrit d'insectes.
- **Formes athérogènes** : Substance qui accélère le processus d'altération dégénérative de la paroi interne du vaisseau avec formation d'une plaque jaunâtre de dépôts lipidiques.
- **Hypoglycémiant** : Terme désignant tout ce qui peut diminuer le taux de sucre dans le sang.
- **Inflammation**: Ensemble de phénomènes réactionnels pouvant se produire.
- **Ion peroxy-nitrite** : ONOO^- .
- **Macrophages** : Cellules du système immunitaire, qui détruisent et phagocytent les cellules malades et les germes.
- **Monocytes** : Cellules sanguines de la famille des leucocytes (globules blancs) qui évoluent en macrophages.
- **Radical libre**: Espèce chimique possédant un électron non apparié.

•**Thrombose** : Terme désignant la formation d'un caillot de sang au sein d'une veine, entravant la circulation sanguine.

•**Scavenger** : Terme anglais signifiant piègeur.

•**Vaso-relaxantes** : Substances qui permettent la relaxation des cellules musculaires lisses artérielles.

Annexes

Tableaux I : Caractéristiques des variétés d'olives.

Caractéristiques	<i>Blanquette de Guelma</i>	<i>Boughenfous</i>	<i>Chemlal</i>	<i>Takesrit</i>
Poids	Moyen	Faible	Faible	Faible
Forme	Ovoïde	Alongée	Allongée	Allongée
Symétrie	Légère asymétrique	Légère asymétrique	Asymétrique	Légère asymétrique
Position du diamètre transversal maximal	Centrale	Centrale	Centrale	Centrale
Sommet	Pointu	Pointu	Pointu	Pointu
Base	Arrondie	Tronquée	Arrondie	Tronquée
Mamelon	Absent	Absent	Absent	Absent
Présence de lenticelles	Nombreuses	Peu nombreuses	Nombreuses	Peu nombreuses
Dimension de lenticelles	Petites	Petites	Petites	Petites
Début de la véraison	Uniformément	Uniformément	Uniformément	A partir du sommet
Couleur en pleine maturation	Noire	Noire	Noire	Noire
Origine	Guelma	Bouandas	Kabylie	El kseur (Béjaia)
Synonymes	Pas de synonymes connus	Pas de synonymes connus	Achamlal Achamli Achemlal	Pas de synonymes connus
Diffusion	Assez répandue dans le Nord –Est Constantinois	Restreinte	Occupe 40% du verger oléicole algérien	Basse vallée de la soummam
Utilisation	Huile	Huile	Huile	Huile
Rendement en huile	18 à 22%	22 à 26%	18 à 22%	16 à 20%
Rapport pulpe noyau moyen	05,58	/	/	03,33
Productivité	Moyenne et alternante	Moyenne et alternante	Elevée et peu alternante	Moyenne et constante
Variété	Tardive	Tardive	Rustique et tardive	/

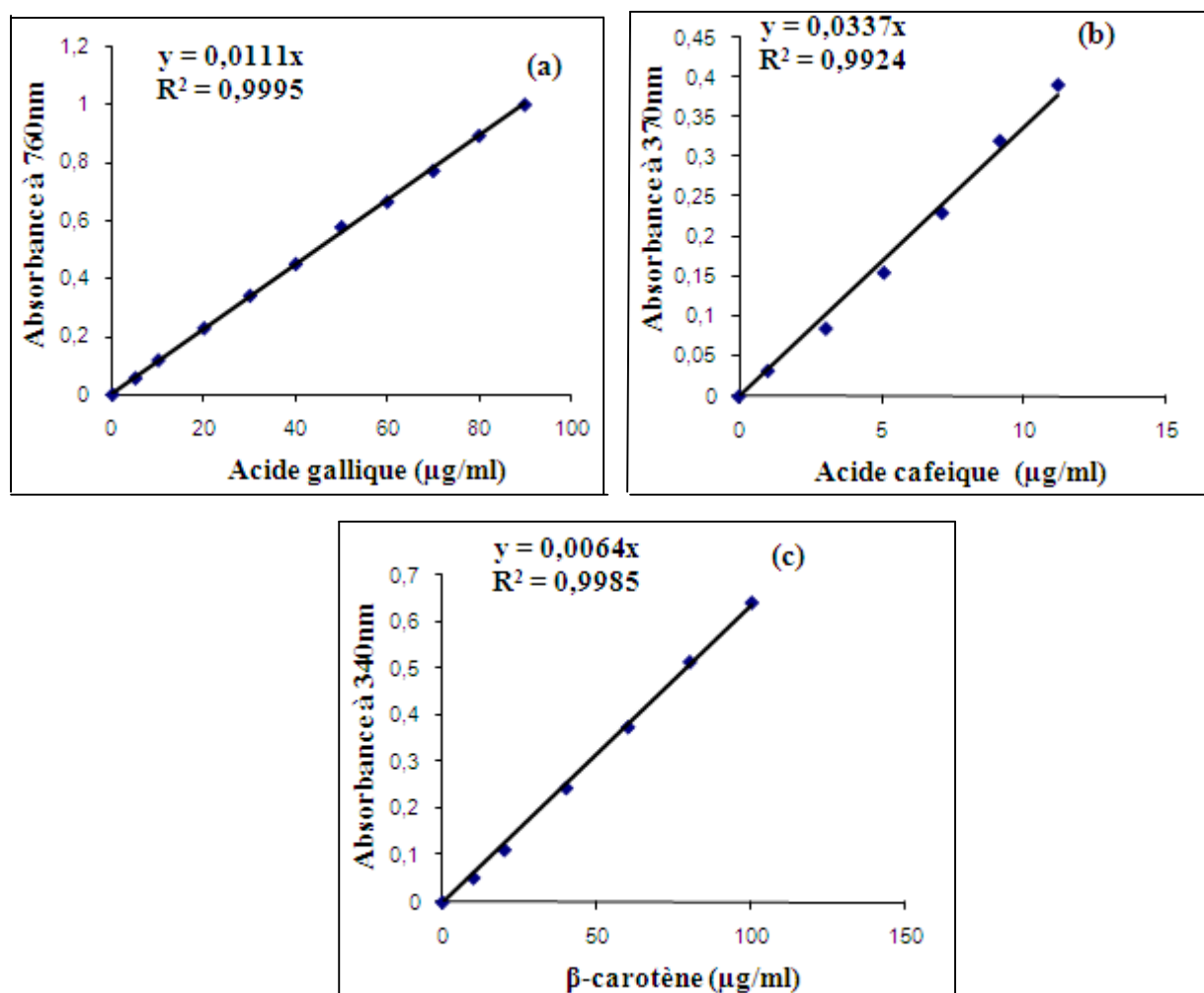


Figure 1 : Courbes d'étalonnage pour le dosage des composés phénoliques (a), des ortho-diphénols (b) et des caroténoïdes (c).

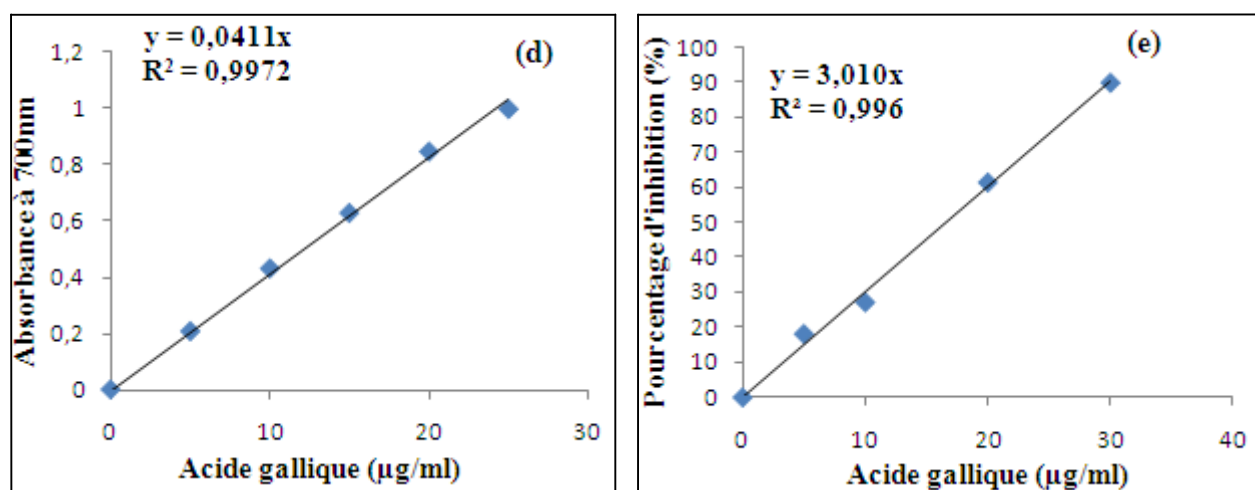
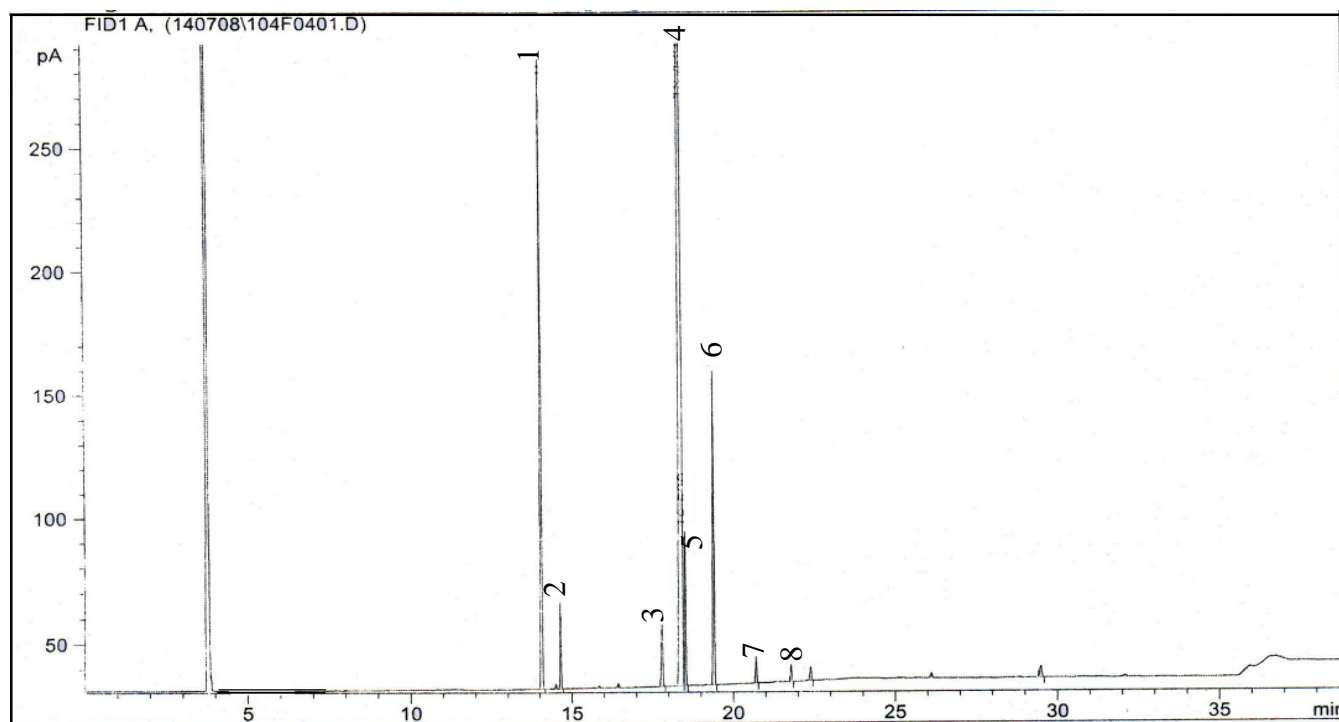


Figure 2 : Courbes d'équivalences pour le pouvoir réducteur (d) et le pouvoir antiradicalaire de l'extrait méthanolique (e).



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

Figure 3 : Chromatogramme des acides gras d'un échantillon d'huile d'olive.

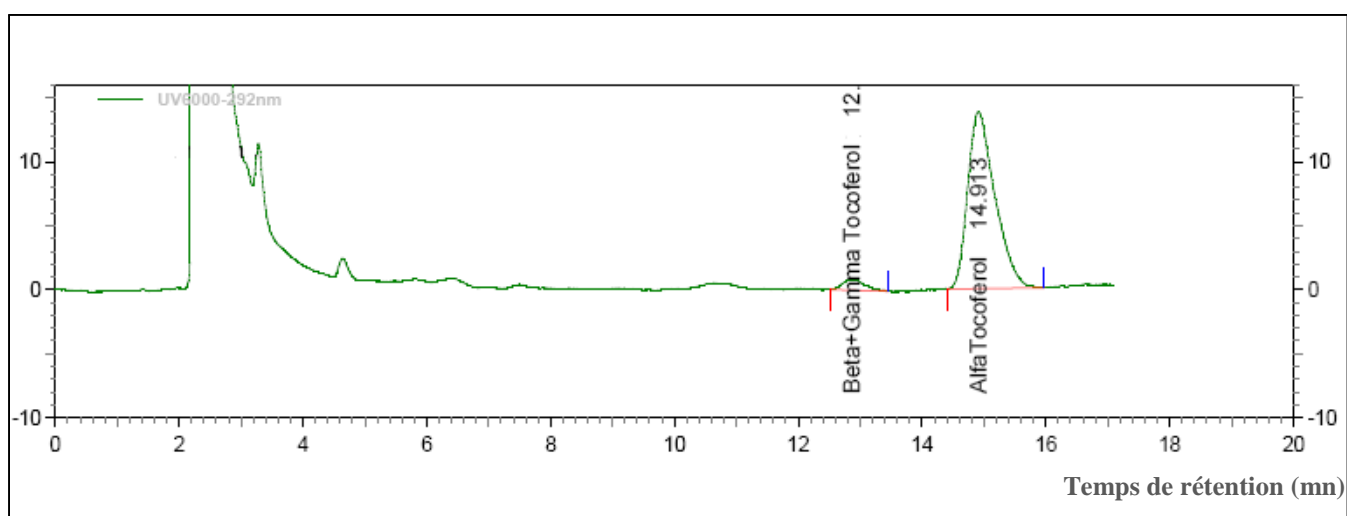


Figure 4 : Chromatogramme des tocophérols d'un échantillon d'huile d'olive.

Tableaux II : Coefficients de corrélation de la variété *Blanquette de Guelma*

	Poids	Humidité	Rendement	Acidité	Indice de peroxyde	Caroténoïdes	Composés phénoliques	<i>Ortho</i> -diphénols	Indice d'amertume	α -tocophérol	B- γ -tocophérol	Tocophérol totaux	Pouvoir réducteur équivalent acide gallique	Activité anti radicalaire de l'extrait (%)	Activité anti radicalaire de l'huile	Activité scavenger de H ₂ O ₂	Activité de l'inhibition de l'oxydation de l'acide linoléique
Poids	1.00																
Humidité	0.61	1.00															
Rendement	0,95	-0,96	1.00														
Acidité	0,99	0.55	-0.52	1.00													
Indice de peroxyde	0,95	0.35	-0.33	0,97	1.00												
Caroténoïdes	-0,94	-0.30	0.26	-0,96	-0,99	1.00											
Composés phénoliques	-0,95	-0,82	0,78	-0,93	-0,81	0,79	1.00										
<i>Ortho</i> -diphénols	-0,91	-0,88	0,83	-0,88	-0,75	0,72	0,99	1.00									
Indice d'amertume	-0,99	-0,72	0,67	-0,97	-0,90	0,87	0,98	0,96	1.00								
α -tocophérol	-0,90	-0,89	0,84	-0,87	-0,73	0,70	0,99	0,99	0,95	1.00							
B- γ -tocophérol	-0,54	-0,99	0,95	-0,48	-0,26	0,21	0,77	0,83	0,65	0,84	1.00						
Tocophérol totaux	-0,89	-0,90	0,86	-0,86	-0,72	0,68	0,99	0,99	0,95	0,99	0,86	1.00					
Pouvoir réducteur équivalent acide gallique	-0,91	-0,88	0,83	-0,88	-0,75	0,71	0,99	0,99	0,96	0,99	0,83	0,99	1.00				
Activité anti radicalaire de l'extrait (%)	0,67	-0,18	0,19	0,72	0,85	-0,88	0,99	0,99	0,98	-0,29	0,26	-0,26	-0,30	-0,38			
Activité anti radicalaire de l'huile	-0,22	0,63	-0,62	-0,29	-0,50	0,85	0,99	0,97	0,08	0,94	-0,69	0,96	-0,19	-0,11	1.00		
Activité scavenger de H ₂ O ₂	-0,93	-0,29	0,26	-0,96	-0,99	0,99	0,78	0,71	0,87	0,69	0,21	0,68	0,71	0,76	0,55	1.00	
Activité de l'inhibition de l'oxydation de l'acide linoléique	0,67	-0,18	0,19	0,72	0,85	-0,88	-0,41	-0,31	-0,55	-0,29	0,26	-0,26	-0,30	-0,38	-0,87	-0,89	1.00

Les valeurs en rouge indiquent une corrélation significative ($p < 0,05$).

Tableaux III : Coefficients de corrélation de la variété *Boughenfous*.

	Poids	Humidité	Rendement	Acidité	Indice de peroxyde	Caroténoïdes	Composés phénoliques	<i>Ortho</i> -diphénols	Indice d'amertume	α -tocophérol	B- γ -tocophérol	Tocophérol totaux	Pouvoir réducteur équivalent acide gallique	Activité anti radicalaire de l'extrait (%)	Activité anti radicalaire de l'huile	Activité scavenger de H ₂ O ₂	Activité de l'inhibition de l'oxydation de l'acide linoléique
Poids	1.00																
Humidité	-0.54	1.00															
Rendement	0.98	-0.67	1.00														
Acidité	0.63	-0.68	0.75	1.00													
Indice de peroxyde	0.67	-0.80	0.79	0.93	1.00												
Caroténoïdes	-0.72	0.87	-0.84	-0.88	-0.93	1.00											
Composés phénoliques	-0.75	0.87	-0.87	-0.88	-0.93	0.99	1.00										
<i>Ortho</i> -diphénols	0.04	0.67	-0.17	-0.57	-0.61	0.67	0.63	1.00									
Indice d'amertume	-0.70	0.87	-0.83	-0.89	-0.93	0.99	0.99	0.68	1.00								
α -tocophérol	-0.70	0.87	-0.83	-0.88	-0.93	0.99	0.99	0.68	0.99	1.00							
B- γ -tocophérol	-0.77	0.81	-0.87	-0.78	-0.87	0.96	0.97	0.58	0.96	0.96	1.00						
Tocophérol totaux	-0.70	0.87	-0.83	-0.88	-0.93	0.99	0.99	0.68	0.99	0.99	0.96	1.00					
Pouvoir réducteur équivalent acide gallique	-0.66	0.88	-0.80	-0.88	-0.92	0.99	0.99	0.72	0.99	0.99	0.95	0.99	1.00				
Activité anti radicalaire de l'extrait (%)	-0.77	0.86	-0.88	-0.89	-0.93	0.99	0.87	0.93	0.99	0.99	0.97	0.99	0.99	1.00			
Activité anti radicalaire de l'huile	-0.72	0.89	-0.85	-0.87	-0.93	0.99	0.99	0.66	0.99	0.99	0.96	0.99	0.99	0.99	1.00		
Activité scavenger de H ₂ O ₂	-0.98	0.65	-0.99	-0.74	-0.77	0.83	0.85	0.14	0.82	0.82	0.86	0.82	0.78	0.87	0.83	1.00	
Activité de l'inhibition de l'oxydation de l'acide linoléique	-0.80	0.5	-0.66	-0.15	-0.15	0.16	0.21	-0.62	0.14	0.14	0.26	0.14	0.09	0.24	0.17	0.68	1.00

Les valeurs en rouge indiquent une corrélation significative ($p < 0,05$).

Tableaux IV : Coefficients de corrélation de la variété *Chemlal*.

	Poids	Humidité	Rendement	Acidité	Indice de peroxyde	Caroténoïdes	Composés phénoliques	<i>Ortho</i> -diphénols	Indice d'amertume	α -tocophérol	B- γ -tocophérol	Tocophérol totaux	Pouvoir réducteur équivalent acide gallique	Activité anti radicalaire de l'extrait (%)	Activité anti radicalaire de l'huile	Activité scavenger de H ₂ O ₂	Activité de l'inhibition de l'oxydation de l'acide linoléique
Poids	1.00																
Humidité	-0.6	1.00															
Rendement	0,60	-0.99	1.00														
Acidité	0.5	-0.99	0.98	1.00													
Indice de peroxyde	0.8	-0.92	0.88	0.89	1.00												
Caroténoïdes	-0.7	0.97	-0.95	-0.95	-0.93	1.00											
Composés phénoliques	-0.99	0.70	-0.67	-0.65	-0.90	0.80	1.00										
<i>Ortho</i> -diphénols	-0.99	0.43	-0.38	-0.38	-0.73	0.57	0.94	1.00									
Indice d'amertume	-0.99	0.58	-0.53	-0.53	-0.82	0.70	0.99	0.99	1.00								
α -tocophérol	-0.6	0.99	-0.99	-0.99	-0.91	0.96	0.70	0.44	0.6	1.00							
B- γ -tocophérol	0.0	-0.49	0.50	0.54	0.26	-0.57	-0.13	0.08	-0.00	-0.48	1.00						
Tocophérol totaux	-0.6	0.99	-0.99	-0.99	-0.91	0.96	0.71	0.44	0.60	0.99	-0.45	1.00					
Pouvoir réducteur équivalent acide gallique	-0.99	0.56	-0.52	-0.52	-0.81	0.69	0.98	0.99	0.99	0.57	-0.06	0.57	1.00				
Activité anti radicalaire de l'extrait (%)	-0.99	0.34	-0.29	-0.29	-0.66	0.50	0.91	0.99	0.99	0.34	0.11	0.35	0.97	1.00			
Activité anti radicalaire de l'huile	-0.8	0.94	-0.91	0.91	-0.98	0.97	0.90	0.71	0.82	0.94	-0.36	0.94	0.81	0.64	1.00		
Activité scavenger de H ₂ O ₂	-0.9	0.87	-0.84	-0.84	-0.97	0.93	0.96	0.82	0.90	0.87	-0.28	0.88	0.89	0.76	0.99	1.00	
Activité de l'inhibition de l'oxydation de l'acide linoléique	0.6	-0.98	0.97	0.96	0.89	-0.95	-0.70	-0.44	-0.6	-0.98	0.45	-0.98	-0.56	0.64	-0.93	-0.87	1.00

Les valeurs en rouge indiquent une corrélation significative (p<0,05).

Tableaux V : Coefficients de corrélation de la variété *Takesrit*.

	Poids	Humidité	Rendement	Acidité	Indice de peroxyde	Caroténoïdes	Composés phénoliques	<i>Ortho</i> -diphénols	Indice d'amertume	α -tocophérol	B- γ -tocophérol	Tocophérol totaux	Pouvoir réducteur équivalent acide gallique	Activité anti radicalaire de l'extrait (%)	Activité anti radicalaire de l'huile	Activité scavenger de H ₂ O ₂	Activité de l'inhibition de l'oxydation de l'acide linoléique
Poids	1.00																
Humidité	-0.99	1.00															
Rendement	0,45	-0.48	1.00														
Acidité	0.81	-0.80	0.07	1.00													
Indice de peroxyde	0.89	-0.90	0.30	0.73	1.00												
Caroténoïdes	-0.73	0.65	-0.42	-0.36	-0.59	1.00											
Composés phénoliques	-0.99	0,99	-0.43	-0.84	-0.89	0.66	1.00										
<i>Ortho</i> -diphénols	-0.95	0.98	-0.41	-0.87	-0.88	0.49	0.98	1.00									
Indice d'amertume	-0.98	0.95	-0.45	-0.73	-0.85	0.85	0.96	0.88	1.00								
α -tocophérol	-0.59	0.66	-0.77	-0.77	-0.61	-0.11	0.66	0.79	0.42	1.00							
B- γ -tocophérol	0.95	-0.94	0.69	0.69	0.92	-0.76	-0.94	0.88	-0.95	-0.50	1.00						
Tocophérol totaux	-0.60	0.68	-0.75		-0.69	-0.07	0.68	0.80	0.45	0.98	-0.55	1.00					
Pouvoir réducteur équivalent acide gallique	-0.95	0.97	-0.37	-0.89	-0.87	0.48	0.97	0.99	0.87	0.81	-0.87	0.81	1.00				
Activité anti radicalaire de l'extrait (%)	-0.98	0.99	-0.42	-0.86	-0.90	0.59	0.99	0.99	0.93	0.72	-0.92	0.73	0.99	1.00			
Activité anti radicalaire de l'huile	-0.97	0.93	-0.45	-0.71	-0.84	0.87	0.94	0.85	0.99	0.37	-0.95	0.65	0.84	0.91	1.00		
Activité scavenger de H ₂ O ₂	-0.99	0.99	-0.44	-0.83	-0.89	0.70	0.99	0.97	0.97	0.62	-0.94	0.64	0.96	0.99	0.96	1.00	
Activité de l'inhibition de l'oxydation de l'acide linoléique	0.92	-0.95	0.34	0.88	0.85	-0.40	-0.95	-0.99	-0.82	-0.84	0.83	-0.84	-0.99	-0.97	-0.79	-0.94	1.00

Les valeurs en rouge indiquent une corrélation significative ($p < 0,05$).

Résumé

L'objectif de cette étude est de caractériser des huiles de quatre variétés (*Blanquette de Guelma*, *Boughenfous*, *Chemlal* et *Takesrit*) issues des olives à différents stades de maturité (vert tacheté, tournant et noir) et de déterminer la période optimale de récolte qui permettrait un meilleur équilibre entre les caractères du produit et son activité antioxydante.

Les résultats des analyses physico-chimiques permettent de classer ces échantillons d'huiles dans la catégorie huiles d'olives vierge extra. La composition en acides gras est influencée par la variété et le degré de maturité. Toutes les huiles ont des proportions en acide oléique supérieures à 56%, les valeurs les plus élevées sont enregistrées pour la variété *Boughenfous*. Les teneurs en cet acide gras diminuent considérablement au cours de la maturation des olives pour l'ensemble des variétés à l'opposé des acides palmitique et linoléique, qui tendent à augmenter. Les huiles issues des olives vertes tachetées sont les plus riches en pigments chlorophylliens et caroténoïdes avec un maximum pour *Boughenfous* (23,23 mg/kg et 82,54 mg/kg respectivement); leurs teneurs diminuent considérablement au cours de la maturation. Les teneurs en substances antioxydantes (tocophérols, polyphénols totaux et *ortho*-diphénols) diminuent au cours de la maturation. La variété *Blanquette* se distingue des autres variétés par les teneurs les plus élevées en tocophérols et *ortho*-diphénols ainsi que la variété *Chemlal* qui apparaît la plus riche en composés phénoliques totaux. L'activité antioxydante des extraits méthanoliques des deux variétés *Blanquette* et *Chemlal* montrent de meilleures activités: antiradicalaire, réductrices et « scavenger » du peroxyde d'hydrogène. La variété *Blanquette* se montre également la plus performante avec les plus faibles concentrations en huile pour neutraliser 50% du radical DPPH passant du stade vert tacheté (29,96 mg/ml) au stade noir (43,42 mg/ml).

Une récolte précoce permettrait de produire des huiles de qualité contenant des teneurs appréciables en antioxydants.

Mots clés : Huile d'olive; maturation ; pigments; acides gras; antioxydants ; activité antioxydante.

Abstract

The objective of this study is to characterize oils of four varieties (*Blanquette de Guelma*, *Boughenfous*, and *Chemlal Takesrit*) from olives at different stages of ripeness (green mottled, turning, black) and to determine the optimal time of harvest that allow a better balance between the characters of the product and its antioxidant activity.

The results of physico-chemical analysis used allow classifying the oil samples in the extra virgin olive oil category. The fatty acid composition is influenced by the variety and ripeness. All oils have oleic acid in proportions greater than 56%, the highest values are recorded for the variety *Boughenfous*. The levels of this fatty acid decreased considerably during the ripening of olives for all varieties in contrast to palmitic and linoleic acids, which tend to increase. The oils from the olive green mottled are the richest in chlorophyll and carotenoid pigments with maximum for *Boughenfous* (23.23 mg / kg and 82.54 mg / kg respectively), their levels decrease significantly during ripeness. The levels of antioxidant substances (tocopherols, polyphenols and total *ortho*-diphenol) decrease during ripeness. *Blanquette* variety is distinguished from other varieties by the highest levels in tocopherols and *ortho*-diphenols and the variety that appears the richest in total phenolic compounds is *Chemlal* variety. The antioxidant activity of methanolic extracts of both *Blanquette* and *Chemlal* varieties show better activities: antiradical, reducing and "scavenger" of hydrogen peroxide. *Blanquette* variety is also more efficient with lower concentrations of oil to neutralize 50% of DPPH radical from the mottled green stage (29.96 mg/ml) at black (43.42 mg/ml). An early harvest would produce quality oils containing appreciable levels of antioxidants.

Key words : olive oil; maturation; pigments; fatty acids; antioxidants; antioxidant potentiel.

خلاصة

الهدف من هذه الدراسة هو تصنيف أربعة أنواع من الزيوت (بلونكات، بوقنفوس، شمالل وتاكسريت) المحصل عليها خلال ثلاثة مراحل من النضج للزيتون (أخضر مرقش، متوسط النضج والأسود) وتحديد أفضل وقت للجني من أجل إيجاد أفضل توازن بين صفات المنتج والقدرة المضادة للأكسدة.

نتائج التحليل الفيزيوكيميائي تسمح بتصنيف عينات الزيت في قسم زيت الزيتون البكر الممتاز. محتوى الزيت من حيث الأحماض الدهنية يتأثر بالصنف ودرجة النضج. كل الزيوت لديها نسبة أكبر من 56% من حمض الأوليك، و أكبر القيم مسجلة عند صنف البوقنفوس. مستويات هذا الحمض الدهني سجلت انخفاضا كبيرا خلال النضج وذلك لجميع الأصناف على عكس حمض البالمتيك واللينوليك التي تميل الى الزيادة. تعتبر الزيوت الناتجة عن الزيتون الأخضر المرقش الاغني من الكلوروفيل والكاروتينويد كحد أقصى عند بوقنفوس (23.23 ملغ/كغ و 82.54 ملغ/كغ، على الترتيب) وقيمها تتناقص مع النضج. قيمة المادة المضادة للأكسدة (توكوفرول، بوليفنول وأرتوديفينول) تتناقص مع النضج. صنف البلونكات تتميز عن غيرها من الأصناف بقيم عادية من التوكوفرول و الأرتوديفينول. أما المركبات الفينولية تتواجد بنسب عادية عند صنف الشمالل. المستخلصات الميتانولية للصنفين البلونكات والشمالل تملك أكبر قدرة مضادة للجذور (DPPH و H₂O₂) وقدرة الإرجاع. أضف إلى ذلك صنف البلونكات يعتبر الأكثر فعالية مع التراكيز الأقل من الزيت لتثبيت 50% من جذر DPPH وذلك مرورا من مرحلة الأخضر المرقش (29.96 ملغ/مل) إلى الأسود (43.52 ملغ/مل).

الجني المبكر للزيتون يؤدي إلى إنتاج زيوت تحتوي على مستويات معتبرة من المواد المضادة للأكسدة.

كلمات مفتاح: زيت الزيتون، النضج، أصبغة، الأحماض الدهنية، المواد المضادة للأكسدة، القدرة المضادة للأكسدة.