

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

Faculté des Sciences et de la Nature et de la Vie
Département des Sciences Alimentaires
Filière : Sciences Biologique
Spécialité : Sciences Alimentation
Option : Cors gras



Réf :

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

**Etude de l'effet variétal sur les propriétés
physicochimiques de quelques variétés
d'huiles d'olives locales**

Présenté par :

AKMOUCHE Houria & OUTROUNE Souad

Soutenu le : **12 Juin 2016**

Devant le jury composé de :

Mme TAFININ .Z.	MAA	President
Mme MAMOU .F.	MAA	Encadreur
Melle ISSAADI .O	MAA	Examineur

Année universitaire : 2015 / 2016

REMERCIEMENTS

Nous remercions tout d'abord Dieu, le tout puissant de nous avoir accordé santé, courage et foie.

Au terme de ce travail nous tenons à exprimer nos remerciements et nos sincères gratitude à notre promotrice Mme MAMOU .F qui a dirigé ce travail et nous a fait bénéficier de son expérience et de ses conseils.

Nos remerciements vont également :

A Mme TAFININE .Z. pour l'honneur qu'elle nous fait de présider notre jury et Melle ISSAADI .O. d'avoir accepté d'examiner notre travail.

En fin nous remercions toute personne ayons contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Dédicaces

À l'aide de DIEU, le tout puissant ce travail est achevé, nous le dédions à tous ceux qui nous sont très chers.

À nous parents

Pour leurs présences et leurs soutiens durant ces années d'études.

Pour leurs dévouements.

Que ce travail soit le témoignage de nos affections et de nos reconnaissances.

En fin nous le dédions à toute personne ayons contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

HOURIA & SOUAD

Sommaire

Liste des figures et des tableaux

Introduction 1



Chapitre I : De l'olivier à l'huile d'olive

I Généralité sur l'olivier	02
II Olive	02
II.1. Définition	02
II.2. Composition chimique	03
II.3. Technologie d'élaboration de l'huile d'olives	04
II.3.1 Récolte, transport, effeuillage, et lavage des olives	04
II.3.2. Broyage des olives et malaxage de la pâte	04
II.3.3. Séparation des phases	04
III. Huile d'olive	05
III. 1. Définition	05
III.2. Différentes catégories de l'huile d'olive	05
III.3. Composition chimique	05
III.3.1.Fraction saponifiable	06
III.3.1.1.Acides gras	06
III.3.1.2.Triglycérides	06
III.3.1.3.Phospholipides	07
III.3.2.Fraction insaponifiable	07
III.3.2.1.Composés aromatiques	07
III.3.2.2.Composés phénoliques	07
III.3.2.3.Tocophérols	08
III.3.2.4.Stérols	08
III.3.2.5.Pigments	08

**Chapitre II : Qualité et propriété antioxydante
de l'huile d'olive**

I. Qualité de l'huile d'olive	09
I.1.Définition	09
I.2.Facteurs influencent la qualité de l'huile d'olive	09
I.2.1.Facteurs agronomique	09
I.2.1.1.Facteurs climatiques	09
I.2.1.2.Facteurs géographiques	09
I.2.1.3.Facteurs pédologiques	10
I.2.2.Facteurs propres aux fruits	10
I.2.3.Influence de la technologie d'extraction	10
II. Propriétés antioxydante de l'huile d'olive	10
II.1.Oxydation des cors gras	10
II.1.1.Définition des radicaux libres	10
II.1.2.Mécanismes d'oxydation	10
II.2.Activité antioxydante des composés phénoliques	11
II.3.Méthodes d'évaluation de l'activité antioxydante	11
II.3.1.Test au DPPH	11
II.3.2.Pouvoir réducteur	12
II.3.3.Test au ABTS	12
II.3.4.Test de β -carotène –linoléate	13
II.3.5.Test ORAC	13
III. Effets bénéfiques de l'huile d'olive sur la santé	13

Partie expérimentale

Chapitre I : Matériel et méthodes

I. Caractéristiques de site d'échantillonnage	14
II. Matériel végétal et échantillonnage	14
III. Méthodes d'Analyses	15
III.1. Analyses effectuées sur les olives	15
III.1.1. Indice de maturité	15
III.1.2. Poids moyen des olives	15
III.1.3. Taux d'humidité des fruits.....	16
III.1.4. Détermination de la teneur en huile par Soxhlet de la matière sèche.....	16
III.2. Analyse effectuées sur les huiles	17
III.2.1. Indices de qualité	17
III.2.1.1. Acidité	17
III.2.1.2. Indice de peroxyde.....	18
III.2.1.3. Analyse des absorbances spécifiques dans l'ultraviolet.....	18
III.2.2. Dosage des pigments: Chlorophylle et caroténoïdes.....	19
III.2.3. Extraction et dosage des composés phénoliques	19
III.2.3.1. Préparation de l'extrait méthanolique.....	19
III.2.3.2. Dosage des composés phénoliques totaux.....	20
III.2.3.3. Dosage des Ortho-diphénols.....	20
III.2.4. Indice d'amertume.....	21
III.2.5. Etude de l'activité anti-oxydante.....	21
III.2.5.1. Pouvoir réducteurs.....	21
III.2.5.2. Activité scavenger sur le radical DPPH	21
IV. Etude statistique	22

Chapitre II : Résultats et discussion

I. Déterminations sur les olives	23
I.1. Indice de maturité.....	23
I.2. Poids frais des olives	24
I.3. Teneur en eau des olives	25
I.4. Rendement en huile par matière sèche	26
II. Déterminations sur les huiles	27
II.1. Acidité.....	27
II.2. Indice de peroxyde.....	28
II.3. Absorbance dans l'UV	29
II.4. Chlorophylles et Caroténoïdes	30
II.5. Composés phénoliques totaux.....	32
II.6. Ortho-diphénols	33
II.7. Indice d'amertume	34
II.8. Activité antioxydante	35
II.8.1. Pouvoir réducteur.....	35
II.8.2. Activité scavenger du radical DPPH	36
Conclusion	38
Références bibliographiques	
Annexes	

Liste des figures

N°	Titre	Page
1	Différentes fractions du fruit de l'olivier	3
2	Structure chimique du radical libre DPPH• (2,2 DiPhenyle-1-PicrylHydrazyle)	12
3	Indice de maturité des d'olives étudiées	23
4	Poids moyen des d'olives étudiées	24
5	Teneur en eau des olives étudiées	25
6	Teneur en eau des olives	26
7	Acidité libre des échantillons d'huiles d'olive	27
8	Indice de peroxyde des échantillons d'huiles étudiées	28
9	Absorbances spécifiques à 270 nm à 232 nm des échantillons d'huiles étudiées	29
10	Teneur en chlorophylles des échantillons d'huiles d'olive	30
11	Teneur en caroténoïdes des échantillons d'huiles d'olive étudiées	31
12	Teneur en polyphénols totaux des échantillons d'huiles étudiées	32
13	Teneur en Ortho-diphénols des échantillons d'huiles étudiées	33
14	Indice d'amertume des échantillons d'huiles étudiées	34
15	pouvoirs réducteurs des échantillons d'huiles étudiées	35
16	Activité scavenger du radical DPPH des extraits phénoliques des échantillons d'huiles étudiées	36

Liste des tableaux

N°	Titre	Page
I	Composition chimique des différentes parties de l'olive exprimée en %	3
II	Les catégories de l'huile d'olive	5
III	Composition en acide gras d'une huile d'olive (% m/m d'esters méthyliques)	6

Introduction

L'huile d'olive représente une source typique de lipide de régime méditerranéen. Elle est l'une des huiles végétales les plus anciennes, et la seule qui peut être consommée sous sa forme brute sans traitement préalable (**Boskou, 2006**). Elle est préconisée par de nombreux diététiciens, elle a acquis une place essentielle dans la recherche sur ses propriétés médicinales et cosmétiques. La consommation de l'huile d'olive a été associée à une incidence limitée des maladies cardiovasculaires, neurologiques, certains types de cancers, ainsi qu'aux propriétés antioxydantes *in vivo* et *in vitro* (**Gimeno et al, 2002**).

Ces bienfaits de l'huile d'olive ont été liés à sa composition en acides gras bien-équilibrée (où l'acide oléique est le composant principal) et à sa richesse en biomolécules mineures (tocophérols, composés phénoliques, composés volatiles, etc.) avec des propriétés importantes prouvées par plusieurs études scientifiques depuis longtemps (**Visioli et Galli, 1998**). En effet, l'huile d'olive est très appréciée pour sa saveur caractéristique, ses valeurs biologiques et nutritionnelles. Ces caractéristiques sont fortement liées à la qualité qui est, elle-même, influencée par plusieurs facteurs tels que la maturité des olives, la variété, les techniques culturales et le mode d'extraction (**Chimi et Ouaouich, 2007**).

L'objectif du présent travail est d'évaluer l'effet variétal sur les caractéristiques physicochimiques et l'activité antioxydante des composés phénoliques de l'huile d'olive vierge de huit variétés algériennes : *Limli, Zeletni, Ferkani, Bouchouk Soummam, Chemlal de Sidi Aich, Taksrit, Hamra, Bouricha*, issues de la station expérimentale de l'ITAFV (Institut Technique de l'Arboriculture Fruitière et de la Vigne) de Takerietz, Sidi Aich wilaya de Bejaia.

Afin d'atteindre cet objectif, l'étude expérimentale est subdivisée en deux parties ; la première partie est réservée à la présentation de l'ensemble des méthodes d'analyse mises en œuvre pour la détermination des indices de qualité, des teneurs en pigments, en composés phénoliques et de l'activité antioxydante de chaque variété d'huile d'olive. Cependant, la deuxième partie, est consacrée à la présentation et à l'interprétation des résultats obtenus.

Chapitre I : De l'olivier à huile d'olive



I. Généralités sur l'olivier

Originnaire de la Méditerranée orientale; l'olivier a une origine très ancienne. Son apparition et sa culture remonterait à la préhistoire. De Candolle pense que la plante est originaire de Syrie, tandis que suivant Pelletier, elle serait originaire de l'Asie Mineure et aurait été transplantée en Europe par les Phocéens quand ils fondèrent en France leur colonie (**Loussert et Brousse, 1978**).

Sa culture fait un bond en dehors du bassin Méditerranéen; au cours de périodes plus récentes, l'olivier a poursuivi son expansion au-delà de la Méditerranée, s'implantant dans des régions fortes éloignées de son lieu d'origine comme l'Afrique du Sud, l'Australie, le Japon et la Chine (**Loussert et Brousse, 1978**).

L'olivier fait partie de la famille des oléacées, genre *Olea* qui englobe quelques huit sous espèces dont la variété *Olea Europaea*. Cette dernière comprend à son tour deux catégories : *Olea europaea Syvestris* qui est issue de l'olivier sauvage, et *Olea Europaea Sativa* celle issue de l'olivier cultivé et qui est destinée à plusieurs fins selon le type d'arbre considéré (**Vican, 2006**).

II. Olive

II.1. Définition

L'olive est une drupe, de forme ovoïde, son poids varie de 2 à 12 gramme et peut atteindre 20 gramme suivant la variété. Sa couleur varie du vert au noir suivant son degré de maturité. Elle est composée de trois parties : le noyau (endocarpe), la pulpe (mésocarpe) et la cuticule (épicarpe) (**COI, 2001**). La figure1 montre les différentes parties de l'olive selon **Amourettim et Comet (2000)**.

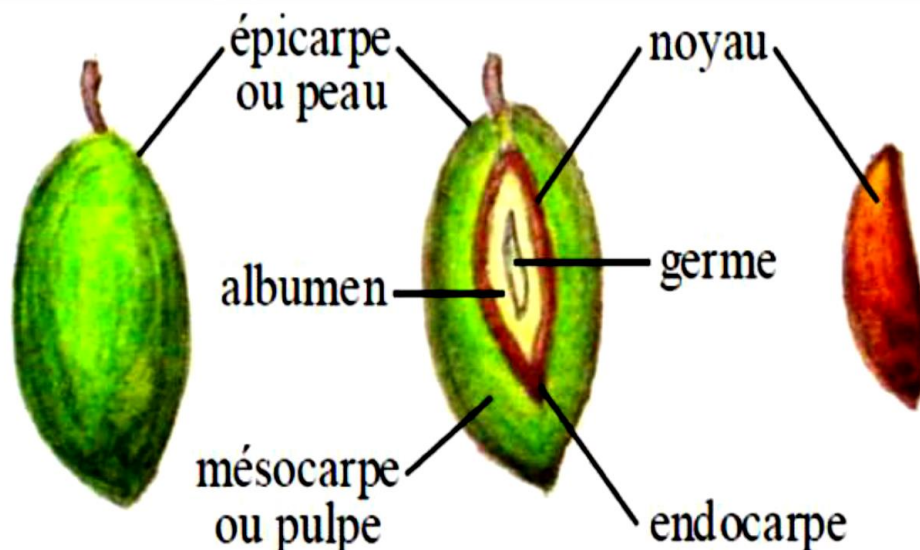


Figure 1: Différentes fractions du fruit de l'olivier (Amourettim et Comet, 2000)

II.2. Compositions chimique

Les données du tableau I, nous montrent que les différents constituants sont répartis différemment dans les différentes parties de l'olive. Leur teneur varie selon la variété du fruit et sa maturation (COI, 2001).

Tableau I: Composition chimique des différentes parties de l'olive (exprimée en pourcentage) (Rayan et Rebarbs, 1998).

Fraction de l'olive	Mésocarpe	Endocarpe	Amande
Constituant			
L'eau	50-60	9.3	30
Triglycérides	15-30	0.7	27.3
Matière azotée	2-5	3.4	10.3
Glucides (sucre)	3-75	41	26.6
Cellulose	3-6	38	1.9
Sels minéraux	1-2	4.1	1.5
Composés phénoliques	2-2.5	0.1	0.5-1
Autres composés (acides organiques, tanins, pigments, etc.)	/	3.4	2.4

II.3. Technologie d'élaboration de l'huile d'olives

Le procédé de fabrication de l'huile d'olive est relativement simple ; il passe par plusieurs étapes qui sont comme suit :

II.3.1. Récolte, transport, effeuillage et lavage des olives

La récolte des olives s'effectue dès qu'elles atteignent le degré de maturité approprié. Il est nécessaire d'acheminer les fruits vers les unités de trituration juste après la récolte (au maximum 3 jours entre la récolte et l'extraction) dans des caisses appropriées, permettant la circulation de l'air tout en évitant des réchauffements causés par l'activité catabolique des fruits (**Chimi et Ouaouichi, 2007**).

L'effeuillage et lavage des olives ont pour but de débarrasser ces dernières de toutes les impuretés. Ils sont effectués dans l'ordre, par des appareils automatiques munis d'un système d'aspiration pour l'élimination des feuilles et d'un bassin, à circulation forcée d'eau, pour le lavage des olives (**Uceda et al., 2010**).

II.3.2. Broyage des olives et malaxage de la pâte

Le broyage a pour but de dilacérer les cellules de la pulpe et de faire sortir les gouttelettes d'huile des vacuoles qui vont se séparer, après d'autres phases liquides et solides, de la pâte (**Di Giovacchino et al., 1994**).

Cependant, le malaxage consiste en un brassage continu et lent de la pâte d'olive. Il a pour but d'augmenter le pourcentage d'huile "libre" tout en favorisant, d'une part, la réunion des gouttelettes d'huile en gouttes plus grosses pour former la phase continue et, d'autre part, la rupture de l'émulsion huile/eau (**Chimi et Ouaouichi, 2007**).

II.3.3. Séparation des phases

Les unités de trituration équipés en chaîne continue à trois phases possèdent deux centrifugeuses; la première pour séparer le grignon des moûts huileux (centrifugation horizontale) et la seconde pour séparer l'huile des margines (centrifugation verticale). Par contre, les unités de trituration équipés d'un système à deux phases ou système écologique, possèdent une seule centrifugeuse permettant de séparer l'huile des grignons humidifiés par les eaux de végétation (**Di Giovacchino et al., 1994**).

III. Huile d'olive

III.1. Définition

L'huile d'olive vierge est l'huile obtenue du fruit de l'olivier uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions thermiques, notamment, qui n'entraînent pas son altération, et n'ayant subi aucun traitement que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration (COI, 2015).

III.2. Différentes catégories de l'huile d'olive

Différentes classes d'huiles d'olives ont été déterminées par le COI (2015), dont les limites établies pour chaque critère et chaque dénomination sont résumées dans le tableau II.

Tableau II: Les différentes catégories de l'huile d'olive (COI, 2015)

Catégories	Huile d'olive extra	Huile d'olive vierge	Huile d'olive courante	Huile d'olive lampante (Impropre à la consommation)
Acidité libre en % d'acide oléique	≤ 0.8	≤ 2	≤ 3.3	>3.3
Indice de Peroxyde (en meqd'O2/kg)	≤ 20	≤ 20	≤ 20	Non limité
Absorbance dans l'UV				
- à 270nm	≤ 0.22	≤ 0.25	≤ 0.3	-
- à 232nm	≤ 2.5	≤ 260		
- AK	≤ 0.01	≤ 0.01	≤ 0.01	
Teneur en eau et en matière volatiles	≤ 0.2	≤ 0.2	≤ 0.2	≤ 0.3
Médiane de fruité	>0	>0	-	-
Médiane des défauts	=0	0 < Me < 3.5	3.5 < Me < 6.0	Me > 6.0

Me : Médiane

III.3. Composition chimique

L'huile d'olive représente une composition chimique très variable en fonction de la variété (Salvador *et al.*, 2000), des conditions climatiques et des pratiques de culture (Civantos, 1986) Elle est constituée d'une fraction saponifiable, représentée

essentiellement par un mélange d'acides gras saturés et insaturés et une fraction saponifiable qui rassemble divers composés responsables des aspects liés à l'arôme, au goût, à la couleur et à la stabilité de l'huile (**Inglese, 1994**).

III.3.1. Fraction saponifiable

III.3.1.1. Acides gras

L'huile d'olive est composée à 98% d'acides gras sous forme de triglycérides. Cette composition est très influencée par plusieurs facteurs (**Rayan et Robards, 1998**). La variabilité en acides gras est relativement importante, en moyenne, l'huile d'olive vierge se compose de 14% d'acides gras saturés (AGS), 72% d'acides gras monoinsaturés (AGMI), et 14% d'acides gras polyinsaturés (AGPI) (**Harwood, 2000**). Les principaux acides gras, identifiés par la CPG, de l'huile d'olive sont illustrés dans le tableau III.

Tableau III : Composition en acide gras d'une huile d'olive (exprimés en % massique d'esters méthyliques) (**COI, 2015**)

Acide gras	Formule	Teneur (% m/m)
Acide Myristique	C14 :0	0.03
Acide Palmitique	C16 :0	7.5 – 20.0
Acide Palmitoléique	C16 :1n-7	0.3 -3.5
Acide Heptadécanoïque	C17 :0	≤ 0.30
Acide Heptadécenoïque	C17 :1	≤ 0.30
Acide Stéarique	C18 :0	0.5 – 5.0
Acide Oléique	C18 :1n-9	55.0 - 83.0
Acide Linoléique	C18 :2n-6	2.5 – 21.0
Acide α -Linoléique	C18 :3n-3	≤ 1.0
Acide Arachidique	C20 :0	≤ 0.60
Acide Béhénique	C22 :0	≤ 0.20
Acide Gadoléique	C22 :1n-9	≤ 0.40
Acide Lignocérique	C24 :0	≤ 0.20

III.3.1.2. Triglycérides

Ils constituent environ 98 % de l'huile d'olive, représentés, notamment, par les monoinsaturés. L'huile d'olive est constituée d'une vingtaine de triglycérides dont cinq sont majoritaires: OOO (trioléine; 27,53-59,34%), POO (palmitoyldioléine; 12,42-30,57%),

LOO (linoléyldioléine; 4,14- 17,46 %), POL (palmityl-2-oléo-3- linoléine; 2,69-12,31%) et SOO (stéaryldioléine; 3,17- 8,39%) (**Garcia-Gonzalez et al., 2008**).

III.3.1.3. Phospholipides

De très faibles teneurs de phospholipides ont été identifiées dans l'huile d'olive et qu'elles sont représentées, essentiellement, par la phosphatidylcholine et la phosphatidylamine (**Jacotot, 1993**).

III.3.2. Fraction insaponifiable

III.3.2.1. Composés aromatiques

L'arôme distinctive de l'huile d'olive vierge est attribuée à un large nombre de composés, de faible poids moléculaire possédant une volatilité à température ambiante, développés durant et après l'extraction de l'huile (**Kiritsakis et al., 1998; Vichi et al., 2003**).

En effet, plus de 120 composés volatils contribuent aux propriétés sensorielles, positives ou négatives, de l'huile d'olive ont été identifiés. Parmi ces composés, plus de 70 molécules contribuent au parfum et au goût particulier de l'huile d'olive, qui sont répartis en aldéhydes, alcools, esters, hydrocarbures, cétones et furanes (**Aparicio et al., 2006**).

III.3.2.2. Composés phénoliques

L'huile d'olive vierge renferme une quantité assez remarquable en composés phénoliques appartenant à plusieurs classes (**Bendini et al., 2007**), avec une teneur qui peut varier de 50 à 1000 mg/Kg (**Montedero et al., 1992**) où les polyphénols complexes, eux seuls, représentent approximativement 90% de polyphénols totaux (**Tasioula et al., 2001**).

Selon **Bendini et al. (2007)**, la famille des secoiridoïdes est la principale fraction phénolique caractérisant les plantes oléacées. Tandis que les acides phénoliques, les alcools phénoliques, les hydroxy-isochromans et les flavonoïdes constituent la fraction mineure des composés phénoliques de l'huile d'olive vierge (**Brenes et al., 1999; Servili et al., 2004**).

III.3.2.3. Tocophérols

La vitamine E est le terme générique utilisé pour désigner les différents tocophérols qui se distinguent entre eux par le nombre et la position des groupements méthyles fixés sur le noyau aromatique (**Le Grusse, 2003**). Les tocophérols communs de l'huile d'olive sont α , β , γ et δ tocophérols (**Beltran *et al.*, 2005**). Leur teneur est très variable, allant de quelques mg à 450 mg/kg d'huile (**Gutierrez, 1999; Boskou, 2006**), dont l'alpha-tocophérol représente, à lui seul, 90% de la totalité des tocophérols, mais on trouve également le bêta et le gamma tocophérol, alors que le delta tocophérol n'est présent qu'à l'état de traces (**Psomiadou et Tsimidou, 2002**).

III.3.2.4. Stérols

La caractérisation des stérols dans l'huile d'olive, servent à déterminer son type et l'authenticité de celle-ci (**Angerosa *et al.*, 2004; Garcia-Gonzalez *et al.*, 2008**). Sa concentration varie de 1,13 à 2,65 mg/g de l'huile. Ils sont rencontrés sous forme libre et/ou estérifiés avec les acides gras. Le bêta sitostérol est le stérol prédominant dans l'huile d'olive avec un taux variant de 90 à 95% du total (**Gutierrez *et al.*, 1999**).

III.3.2.5. Les pigments

La couleur, allant du vert-jaunâtre à l'or, de l'huile d'olive est due essentiellement aux chlorophylles et aux caroténoïdes naturellement présents dans le fruit (**Psomiadou et Tsimidou, 2002**). La détermination de ces pigments, est un paramètre important, qui est considéré comme un attribut de base pour évaluer la qualité de l'huile d'olive. Leur contenu s'étend entre 1 et 20 ppm (**Boskou, 1996**). La fraction des chlorophylles (1 à 10 ppm) responsable de la couleur verte de l'huile, englobe la chlorophylle a et b et les phéophytines (**Ryan et Rebards, 1998**).

Chapitre II : Qualité de l'huile d'olive et propriétés antioxydante



I. Qualité de l'huile d'olive

I.1. Définition

La qualité de l'huile d'olive vierge est intimement liée à sa valeur commerciale, nutritionnelle, biologique, et organoleptique. En effet, des compositions "idéales" ont été identifiées, et une bonne huile doit avoir un équilibre prédéfini de ses taux d'acidité, des teneurs en vitamines et des rapports entre composants mineurs qui conditionnent ses propriétés organoleptiques. Une mauvaise qualité nuit à son image de marque qui justifiait jusque-là, pour le consommateur, son prix relativement élevé par rapport aux huiles de graines (Chimi et Ouaouich, 2007).

I.2. Facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive

I.2.1. Facteurs agronomiques

I.2.1.1. Facteurs climatiques

Le climat a une influence importante sur la maturité des olives et donc sur la composition chimique de l'huile d'olive extraite. En outre, la lumière et la température affectent la concentration en acides gras de l'huile d'olive. On a pu démontrer que la composition en acides gras insaturés, principalement en acide linoléique, augmentait avec la diminution de la température (Allalout *et al.*, 2011).

I.2.1.2. Facteurs géographiques

Les olives cultivées dans différentes zones géographiques présentent des caractéristiques différentes. Ainsi, la qualité de l'huile d'olive est affectée par l'altitude, notamment, sa composition en acides gras (acide oléique). De même, elle présente un effet sur l'acidité, l'indice de peroxyde et la teneur en polyphénols (Osman *et al.*, 1994 ; Mousa *et al.*, 1996).

I.2.1.3. Facteurs pédologiques

L'influence du sol sur la qualité de l'huile d'olive est un phénomène complexe : la nature, le pH ainsi que la composition chimique du sol peuvent influencer sur la qualité de l'huile issue (Ranalli *et al.*, 1997).

I.2.2. Facteurs propres au fruit

Il est bien démontré, dans plusieurs études, que le type de cultivar ainsi que le degré de maturité des olives, au moment de la récolte, influent sur la qualité de l'huile d'olive obtenue (**Matos *et al.*, 2007**) et surtout, sur ses caractéristiques organoleptiques ; en effet, chaque variété donnera une huile avec un profil sensoriel qui lui est propre (**León *et al.*, 2011**).

I.2.3. Influence de la technologie d'extraction

Les phases successives de récolte, de transport, de conservation et de transformation des olives ont des effets inévitables sur la qualité et les propriétés de l'huile d'olive extraite. De ce fait, les conditions de stockage de l'huile avant sa distribution, requiert l'emploi de techniques et de matériaux appropriés, et des précautions nécessaires afin d'empêcher l'apparition de défauts éventuels et de retarder le processus d'oxydation (**Uceda *et al.*, 2010**).

II. Propriété antioxydante de l'huile d'olive

II. 1. Oxydation des corps gras

II.1.1. Définition des radicaux libres

Un radical libre est une espèce chimique possédant un électron célibataire sur sa couche périphérique. La molécule d'oxygène présente la particularité d'avoir la structure d'un biradical libre, en raison de ses deux électrons célibataires situés sur les deux orbitales de plus grande énergie. Ne possédant qu'un seul électron sur ses orbitales, l'oxyde d'azote (NO) est un radical peu réactif (**Rezaire, 2012**).

II.1.2. Mécanisme d'oxydation

L'oxydation est l'un des processus les plus producteurs des radicaux libres dans les aliments et les tissus vivants après dégradations, notamment, des macromolécules et d'acide nucléique (**Merouane *et al.*, 2014**). Les acides gras, surtout les polyinsaturés, sont les plus susceptibles à ces phénomènes, dont le mécanisme est parfaitement élucidé ; celui de la réaction de peroxydation ou d'autoxydation lipidique (**Allalout *et al.*, 2009**).

Cette réaction radicalaire se déroule en trois phases consécutives qui commence par la phase d'*initiation*, qui consiste en la rupture homolytique, occasionnée par un initiateur radicalaire, d'une liaison C-H d'un acide gras, ce qui en fait un composé radicalaire très réactif vis-à-vis de l'oxygène et qui va donc se transformer en radical peroxy, suivie par la phase de *propagation*, au cours de laquelle le radical peroxy va arracher un atome d'hydrogène à un autre acide gras, créant un nouveau radical et entretenant ainsi une réaction en chaîne, pour se transformer en hydroperoxyde. Ce dernier finira par se dégrader en aldéhydes volatiles expliquant l'odeur nauséabonde, et enfin, par la phase *terminale*, entraînée par la réaction de deux radicaux pour donner une espèce moléculaire ou par intervention d'un composé antioxydant dit « briseur de chaîne » (**Hennebelle et al., 2004**).

II.2. Activité antioxydante des composés phénoliques de l'huile d'olive

Les principaux modes d'action des polyphénols est de réagir avec les radicaux libres pour former des radicaux moins réactifs, incapables de réagir avec les biomolécules, ou pour réparer chimiquement une cible endommagée. Cette classe de composés est souvent nommée «piégeurs des radicaux libres»(**Benlemlih et Ghanam, 2012**).

Dans les systèmes utilisant l'oxydation des métaux de transition tels que le cuivre et le fer, les polyphénols peuvent chélater ces ions, qui sont des initiateurs des réactions de fenton, pouvant générer de fortes concentration de radical hydroxyle. Toute fois, l'activité anti-oxydante la plus importante est liée à la capacité anti-radicalaire, en brisant la chaîne des réactions déclenchées par les radicaux libres. Cette propriété est associée à la capacité des polyphénols à former des liaisons hydrogènes intramoléculaires entre le groupe hydroxyle et les radicaux phénoxylique (**Benlemlih et Ghanam, 2012**).

II.3. Méthodes d'évaluation de l'activité antioxydante

II.3.1. Test au DPPH

Le DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle) fut l'un des premiers radicaux libres utilisé pour étudier la relation structure-activité antioxydante des composés phénoliques. Il possède un électron non apparié sur un atome du pont d'azote. Du fait de cette délocalisation, les molécules du radical ne forment pas des dimères ;le DPPH• reste dans sa forme monomère relativement stable à la température ordinaire. La

délocalisation donne aussi la couleur bleue bien caractéristique de la solution de DPPH•. La mesure de l'efficacité d'un antioxydant se fait en mesurant la diminution de cette couleur, due à une recombinaison avec les radicaux DPPH•, mesurable par spectrophotométrie à 515-518 nm (Popovici *et al.*, 2009).

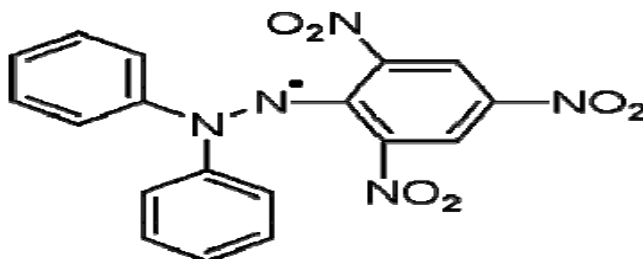


Figure 2: Structure chimique du radical libre DPPH• (2,2 DiPhenyl-1-Picrylhydrazyle) (Popovici *et al.*, 2009)

II.3.2. Pouvoir réducteur

La présence des réducteurs dans les extraits des plantes provoque la réduction de Fe^{3+} , complexe ferricyanide à la forme ferreuse. Par conséquent, Fe^{2+} peut être évalué en mesurant et en surveillant l'augmentation de l'intensité de la couleur bleue dans le milieu réactionnel à 700 nm. En d'autres termes, le système $FeCl_3/K_3Fe(CN)_6$ rend la méthode plus sensible pour la détermination semi-quantitative des concentrations des polyphénols, qui participent à la réaction redox (Bougandoura et Bendimerad, 2012).

II.3.3. Test au ABTS

En réagissant avec le persulfate de potassium ($K_2S_2O_8$), l'ABTS (acide 2,2'-azino-bis (3-éthylbenz-thiazoline-6-sulfonique)) forme le radical $ABTS^+$, de couleur bleue à verte. L'ajout d'antioxydant va réduire ce radical et provoquer la décoloration du mélange. Le dosage est réalisé par spectrophotomètre à 734 nm, cette mesure est proportionnelle à la concentration en antioxydants présents dans le milieu. La méthode est généralement standardisée par rapport au TROLOX (vitamine E sous forme hydrosoluble, dépourvu de chaîne carbonée) (Rolland, 2004; Samaniago-Sanchez *et al.*, 2007).

II.3.4. Test de β -carotène-linoléate

La spectrophotométrie à 470 nm a été employée pour déterminer la destruction du β -carotène par les produits de dégradation de l'acide linoléique. Le degré de décoloration est évaluée par la différence dans l'absorbance mesurée au début de l'essai et après deux heures (Samaniago-Sánchez *et al.*, 2007).

II.3.5. Test ORAC

Le principe du test ORAC (oxygen radical absorbance capacity) consiste à mesurer la destruction d'une protéine végétale, qui possède la propriété de fluorescer lorsqu'elle est soumise à un rayonnement lumineux spécifique, sous l'action des radicaux libres présents dans le milieu réactionnel, la protéine détruite et perd sa fluorescence. Tandis qu'en présence d'un capteur de radicaux libres (antioxydants) la fluorescence persiste. Ce test permet d'évaluer la capacité globale d'antioxydant (pouvoir antiradicalaire) d'un extrait végétal, par référence à un standard qui est le TROLOX (Judde, 2004).

III. Effets bénéfiques de l'huile d'olive sur la santé

De nombreuses recherches récentes ont confirmé les bienfaits de l'huile d'olive pour la santé. Sa consommation a un indiscutable intérêt dans la médecine préventive; ainsi les maladies cardiovasculaires par athérosclérose, digestives, hépatobiliaires et l'ostéoporose, peuvent être prévenues ou diminuées par la consommation de quantités suffisantes de graisses mono insaturées de l'huile d'olive. Ces bienfaits de l'huile d'olive sont corrélés, d'une part, à sa composition en acides gras avec prédominance d'un acide gras monoinsaturé (notamment l'acide oléique), et d'autres parts, à sa relative richesse en composés mineurs, notamment en antioxydants, il s'agit, essentiellement, d'alpha-tocophérol, de bêta-carotène, de composés phénoliques (en particulier l'hydroxytyrosol), etc. (Mansouri *et al.*, 2014).

Partie expérimentale

Chapitre I : Matériel et méthodes

I. Caractéristiques du site d'échantillonnage

La présente étude a été menée dans la station expérimentale de Takarietz (l'ITAFV) située à une cinquantaine de Km à l'Ouest du chef-lieu de la wilaya de Bejaia ; entre la RN 26 et l'Oued Soummam qui l'encadre du Nord-est au Nord-Ouest. Les coordonnées géographiques de la station sont: (altitude : 300 m, latitude : 40°64', longitude : 2°57') pendant la campagne agricole 2015/2016. Le domaine de l'expérimentation se caractérise par des sols alluviaux : de faible profondeur, brun rouge, peu calcaires, argilo-sableux.

La Soummam est une région qui reçoit une pluviométrie annuelle moyenne de l'ordre de 826.22 mm, les précipitations sont étalées entre les mois de septembre et mai, et concernent en grande partie les mois de décembre et janvier. Par ailleurs, la saison sèche dure entre les mois de juin et aout.

La moyenne des températures minimales a varié entre 8° C pour le mois le plus froid (décembre) et 30°C pour le mois le plus chaud (juillet).

II. Matériel végétal et échantillonnage

La présente étude porte sur huit variétés d'huile d'olives qui sont : *Limli*, *Zeletni*, *Ferkani*, *Bouchouk Soummam*, *Chemlal de Sidi Aich*, *Taksrit*, *Hamra* et *Bouricha*. La récolte des olives a été réalisée durant la campagne 2015/2016, de la ferme de démonstration L'ITAFV (Institut Technique de l'Arboriculture de la Figue et de la Vigne), situé à Takarietz, commune de Souk-Oufella, wilaya de Bejaïa. L'huile est extraite à l'aide d'un Oléodoseur, qui simule les conditions d'extraction industrielle; les olives ont été triturées dans un broyeur à marteaux, puis la pâte obtenue subit un malaxage pendant 30 minutes, par la suite centrifugée pour extraire l'huile. Après décantation, les huiles sont recueillies dans des flacons en verre fumé, étiquetés et stockés à 4°C dans l'attente d'être analysées.

III. Méthodes d'Analyses

III.1. Analyses effectuées sur les olives

III.1.1. Indice de maturité

L'indice de maturité est un paramètre qui peut nous renseigner, d'une façon globale, sur la maturité des Fruits (**Ajana et al., 1999**). Sa détermination est réalisée selon la méthode mise au point par l'Institut National des Recherches Agronomiques de Jean en Espagne, en se basant sur la couleur des Fruits (épiderme et pulpe).

Sur cent fruits (100), choisis au hasard, une notation visuelle a été réalisée (selon une échelle de coloration de **0** à **7** variant d'une peau verte intense jusqu'à une peau noire et une pulpe entièrement violette). Alors, l'indice de maturité (IM) des olives est calculé comme suit:

$$\text{IM} = [(0 \cdot n_0) + (1 \cdot n_1) + (2 \cdot n_2) + (3 \cdot n_3) + (4 \cdot n_4) + (5 \cdot n_5) + (6 \cdot n_6) + (7 \cdot n_7)] / 100$$

Où n est le nombre de fruits, et les chiffres de 0 à 7 représentent:

0: épiderme vert intense;

1: épiderme vert jaunissant;

2: épiderme vert avec taches rougeâtres;

3: épiderme rougeâtre à violet;

4: épiderme noir à pulpe blanche;

5: épiderme noir et pulpe violette sur moins de la moitié de la pulpe;

6: épiderme noir et pulpe violette sur plus de la moitié de la pulpe;

7: épiderme noir et pulpe entièrement violette.

III.1.2. Poids moyen des olives

Le poids moyen des olives permet d'évaluer la grosseur du fruit. Un échantillon de cent fruits est prélevé au hasard puis pesé par une balance analytique (**El Antari et al., 2003**).

III.1.3. Taux d'humidité des fruits

Taux d'humidité ou teneur en eau est la perte de masse que subit l'échantillon, après séchage à une température voisine de 105°C, dans une étuve isotherme et à une pression atmosphérique, jusqu'à stabilisation du poids (Agar *et al.*, 1998).

Ce taux est exprimé en pourcentage massique selon la formule ci-après:

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

H(%): Taux d'humidité de l'échantillon (exprimé en pourcentage);

P₀ : Poids de l'échantillon avant séchage (g);

P₁: Poids de l'échantillon après séchage (g).

III.1.4. Détermination de la teneur en huile par Soxhlet de la matière sèche

Le rendement en huile est déterminé par rapport aux caractéristiques des fruits d'olives et de la pâte, par extraction sur Soxhlet avec de l'hexane (COI, 2011).

Après broyage des olives, la pâte obtenue subit un séchage puis broyée pour obtenir une poudre, qu'on va mettre dans des cartouches placées dans l'appareil de Soxhlet, à 45°C pendant 6 heures. Le rendement en huile **R(%)** est déterminé, après évaporation totale du solvant et obtention d'un poids constant, selon la formule suivante:

$$R (\%) = (M_0 - M_1) / M_0 \times 100$$

Où:

M₀ : masse de la prise d'essai de la pâte (10g);

M₁ : masse de l'extrait après séchage (g).

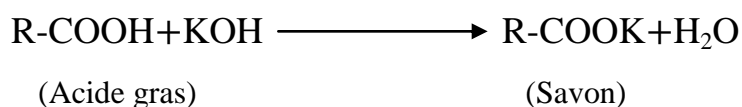
III.2. Analyse effectuées sur les huiles

III.2.1. Indices de qualité

III.2.1.1. Acidité

L'acidité, nous renseigne sur le degré d'hydrolyse et le taux d'acide gras libres présents dans une huile. Selon la nature des matières grasses, elle est exprimée en acide oléique dans le cas de l'huile d'olive (**U.I.C.P.A., 1979**).

Le principe est basé sur la neutralisation d'une quantité connue de matière grasse avec une solution d'hydroxyde de potassium préparée dans l'éthanol à une normalité bien déterminée, pour donner des savons comme l'explique la réaction suivante (**AFNOR, 1984**):



A 5g d'huile d'olive on ajoute 20ml d'éther-diéthylique /éthanol (V/V). Après agitation on titre le tout avec une solution de KOH (0.1N) en présence de phénolphtaléine (1%) jusqu'au virage de l'indicateur coloré et apparition d'une couleur rose, persistante pendant au moins 10 secondes, un essai témoin a été réalisé dans les mêmes conditions. L'acidité est exprimée en pourcentage en poids d'acide oléique, et elle est donnée par la formule suivante:

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

V et V₀:Volumes des solutions de KOH nécessaires pour neutraliser l'échantillon et le blanc respectivement (ml) ;

N:Normalité de l'hydroxyde de potassium utilisé pour titrer l'échantillon (0.1N) ;

M:Masse molaire de l'acide oléique (282g/ml) ;

m:masse de la prise d'essai (5g).

III.2.1.2. Indice de peroxyde

Cet indice représente la quantité de substances contenues dans un Kilogramme de produit, exprimée en milliéquivalents d'oxygène, qui oxydent l'iodure de potassium. Il permet la mesure quantitative des hydroperoxydes, du degré d'altération ainsi que d'évaluer l'état de fraîcheur des huiles (**Tanouti et al., 2011**).

20 g d'huile d'olive sont mélangés avec 10ml de chloroforme, tout en agitant afin de dissoudre l'huile; ensuite 15ml d'acide acétique glaciale et 1ml d'iodure de potassium saturé (KI) sont ajoutés. Après agitation et incubation à l'obscurité pendant 5 min, 75ml d'eau distillée sont additionnée, en présence de quelques gouttes d'empois d'amidon (0,1%). Le tout est titré avec le thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) à 0,01N, en agitant vigoureusement jusqu'à disparition de la couleur. Un essai à blanc est effectué simultanément et l'indice de peroxyde est donné par l'expression ci-après:

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

Où:

N:Normalité de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2 \text{S}_2 \text{O}_3$) (0,01N);

V, V₀: Volumes de $\text{Na}_2 \text{S}_2 \text{O}_3$ nécessaires pour le titrage de l'échantillon et de l'essai à blanc, respectivement (ml);

m:masse en de la prise d'essai (2g).

III.2.1.3. Analyse des absorbances spécifiques dans l'ultraviolet

Cette méthode consiste à déterminer les absorbances à 232nm et à 270nm qui correspondent au maximum d'absorbance des hydroperoxydes et des produits secondaires d'oxydation respectivement (**U.I.C.P.A., 1979**).

L'extinction spécifique est déterminée selon la méthode décrite par le **COI (2003)**. Après filtration des échantillons d'huile d'olive, on prend 0,1g dans une fiole de 10ml, qui sont ajustés avec du cyclohexane. L'absorbance est mesurée à deux longueurs d'ondes 232nm et 270nm. Les coefficients d'extinction K_{232} et K_{270} sont exprimés par l'équation suivante:

$$K = A \lambda C * l$$

Où:

K:Extinction spécifique à la longueur d'onde λ ;

A λ :Absorbance mesurée à la longueur d'onde λ ;

C:La concentration de la solution (g/100ml);

I:Epaisseur de la cuve en centimètre.

III.2.2. Dosage des pigments: Chlorophylle et caroténoïdes

Le protocole décrit par **Minguez-Mosquera *et al.*, (1991)**, est adopté pour estimer la teneur des pigments (chlorophylles et caroténoïdes) dans nos échantillons. Pour cela, 3g d'huile d'olive sont filtrées et introduits dans des fioles de 10 ml. Le volume est ajusté au trait de jauge avec de cyclohexane et l'absorbance est mesurée à 670 nm (pour les chlorophylles) et à 470 nm (pour les caroténoïdes) contre un tube témoin contenant le cyclohexane.

Les teneurs en chlorophylles sont déterminées par la formule suivante:

$$\begin{aligned} \text{Chlorophylle (ppm)} &= (A_{670} \times 10^6) / (613 \times 100 \times l) \\ \text{Caroténoïde (ppm)} &= (A_{470} \times 10^6) / (2000 \times 100 \times l) \end{aligned}$$

Où:

A λ : absorbance à la longueur d'onde λ .

I: épaisseur de la cuve en centimètre (1cm).

613:Coefficient spécifique de la phéophytine a comme standard.

2000 : Coefficient spécifique de la lutéine comme standard.

III.2.3.Extraction et dosage des composés phénoliques

III.2.3.1. Préparation de l'extrait méthanolique

L'extraction des composés phénoliques est réalisée suivant le protocole décrit par **Favati *et al.* (1994)**. Un gramme d'huile d'olive filtrée est dissout dans 10 ml d'hexane. Cette solution est introduite dans une colonne d'octadecyl C₁₈ préalablement activée avec 6ml de méthanol et 10ml d'hexane. Les composés phénoliques sont récupérés en versant 8 ml du méthanol après lavage de la colonne avec 10ml d'hexane.

III.2.3.2. Dosage des composés phénoliques totaux

Le principe de la réaction de dosage des composés phénoliques est basé sur leur capacité de réduire les acides phosphotungstique ($H_3PM_{12}O_{40}$) et phosphomolybdique ($H_3PW_{12}O_{40}$), présent dans le réactif de Folin-Ciocalteu, en oxyde de tungstène et molybdène (couleur bleu) (Vuorela, 2005).

La détermination des polyphénols totaux dans nos extraits, est réalisée selon la méthode préconisée par Favati *et al.*, (1994). Dans des fioles de 10ml, sont mélangés 0.5ml d'extrait méthanolique, 2.5 ml d'eau distillée et 0.5 ml de réactif de Folin-Ciocalteu. Après 3 minutes de réaction, 2ml de solution de carbonate de sodium (10%) sont ajoutés, le volume est ajusté à 10ml avec l'eau distillée. Après 90 minutes d'incubation à l'obscurité, le mélange est filtré et la lecture des absorbances est faite à 765nm, avec un tube témoin préparé dans les mêmes conditions.

Les concentrations en polyphénols totaux des échantillons analysés sont exprimées en mg d'équivalent d'acide gallique/kg d'huile, en se référant à la courbe d'étalonnage préparée avec l'acide gallique comme standard (Annexe I).

III.2.3.3. Dosage des *Ortho*-diphénols

La méthode est basée sur la formation d'un complexe jaune entre les *ortho*-diphénols et les ions molybdates (Olivier *et al.*, 2004).

La concentration en ces substances dans les extraits méthanoliques est déterminée suivant la méthode de Bendini *et al.* (2003). 0,5ml d'extrait méthanolique est additionné de 5ml de méthanol-eau (V/V). À partir de ce mélange un volume de 4ml est prélevé dans lequel on ajoute 1ml de la solution de molybdate de sodium déshydraté à 5% préparé dans l'éthanol-eau (V/V).Le mélange est agité vigoureusement au vortex pendant 1min. L'absorbance est mesurée à 370nm, avec un témoin qui est préparé dans les mêmes conditions.

Les concentrations en *Ortho*-diphénols des échantillons sont déterminées à partir d'une courbe d'étalonnage (Annexe I) réalisée avec l'acide caféique comme standard. Ces concentrations sont exprimées en mg d'équivalent d'acide caféique /Kg d'huile.

III.2.4. Indice d'amertume

L'indice d'amertume est évalué, après extraction des composés amers de l'huile d'olive, suivant la méthode décrite par **Morello et al., (2004)**. Un échantillon d'huile d'olive filtrée (1g) est dissout dans 4ml d'hexane puis introduit dans la colonne d'octadecyle C₁₈ préalablement activée (6 ml de méthanol et 10 ml d'hexane). Celle-ci est lavée avec 10ml d'hexane pour éliminer toute trace de gras et la fraction polaire retenue est éluee ainsi avec 25ml du méthanol-eau (V/V). L'absorbance est mesurée à 225nm contre un blanc qui est méthanol-eau (V/V). Les résultats sont exprimés en termes d'absorbance.

III.2.5. Etude de l'activité anti-oxydante

III.2.5.1. Pouvoir réducteurs

Ce pouvoir mesure la capacité d'un antioxydant à réduire le fer ferrique Fe³⁺ (FeCl₃) en fer ferreux Fe²⁺ (FeCl₂) en présence d'un agent chromogène ferricyanure de potassium K₃[Fe(CN)₆]. Ceci se traduit par le virage de la couleur de ferricyanure de potassium vers une couleur bleu verte dont l'intensité dépend du pouvoir réducteur de l'antioxydant (**Chou et al., 2003**).

Le protocole de **Conde et al.,(2009)** est utilisé pour évaluer le pouvoir réducteur des extraits méthanoliques. Un volume de 1 ml d'extrait est additionné de 1ml de tampon phosphate (0,2 M, pH = 6,6) et 1ml de ferricyanure de potassium K₃ [Fe(CN)₆] à 1%. Après incubation à 50°C pendant 20 min, 1ml d'acide trichloracétique à 1% sont ajoutés au mélange puis, centrifugé pendant 10 min à 4600 tours/min. 1 ml du surnageant sont mélangés à 1ml d'eau distillée et 0,2ml de trichlorure ferrique (FeCl₃) à 0,1%. L'absorbance est mesurée à 700nm après 10 min d'incubation. La quantité d'antioxydants ayant un pouvoir réducteur est déterminée à partir d'une courbe d'étalonnage réalisée avec l'acide gallique (Annexe I).

III.2.5.2. Activités scavenger sur le radical DPPH

La technique au DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl) est largement employée pour évaluer l'activité anti-oxydante. Elle est rapide et facile à mettre en œuvre comparée à d'autres méthodes. Elle s'effectue à température ambiante ce qui permet de préserver les molécules testées de l'éventuelle dégradation thermique.

La délocalisation d'un électron autour de la molécule de DPPH, qui est un radical stable, est responsable de sa couleur violette foncée, en présence d'une substance

antioxydante et après libération d'un proton ou d'un électron, et lorsque un antioxydant réagit avec le radical DPPH[•], ce dernier est converti en DPPH. Alors on obtient une couleur jaune. L'effet antioxydant est évalué en observant une diminution de l'absorption à 515nm (Martysiak-Żurowska et wenta, 2012).

2,9 ml de la solution méthanolique du radical 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl (DPPH) sont ajoutés à 0,1 ml d'extrait méthanolique d'huile d'olive. L'absorbance est mesurée à 515nm après 30 min d'incubation à l'obscurité. Un témoin est préparé en mélangeant une quantité de la solution de DPPH avec la même quantité de méthanol. L'activité antiradicalaire est exprimée en pourcentage d'inhibition du radical DPPH selon la formule suivante :

$$\% \text{ d'inhibition} = [(Abs_t - Abs_e) / Abs_t] \times 100$$

Où :

Abs_t et **Abs_e** sont les absorbances respectives du témoin et de l'échantillon.

IV. Etude statistique

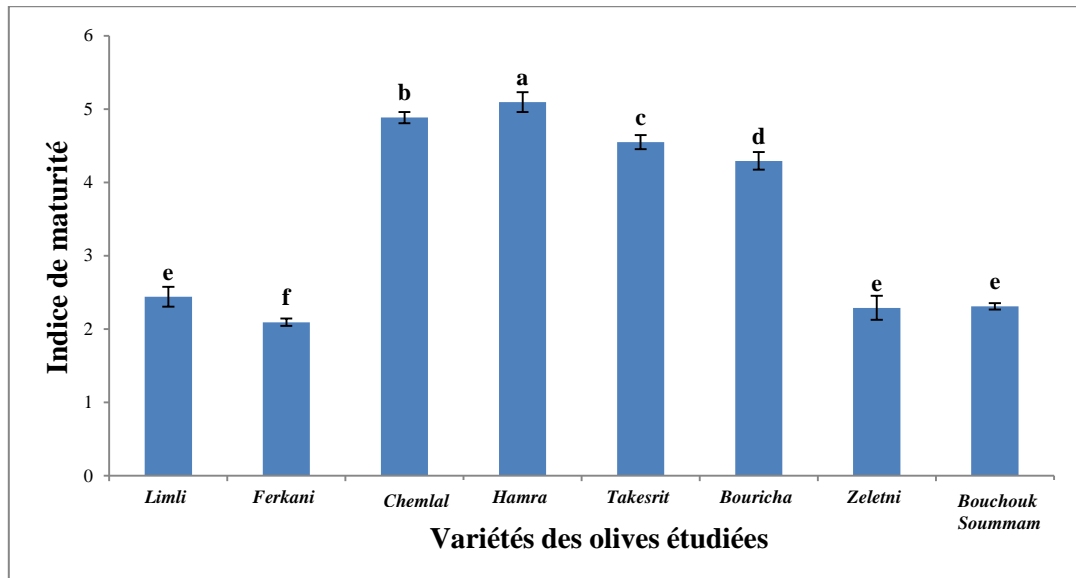
Les résultats obtenus pour chaque échantillon représentent la moyenne de trois essais. L'étude statistique a été réalisée pour la comparaison de ces résultats et la mise en évidence des différences significative ou non entre les échantillons, et ce, pour chaque paramètre en appliquant une analyse de la variance (ANOVA) à l'aide d'un logiciel STATISTICA 5.5 (test LSD ou comparaison planifiée). Le seuil de signification des résultats est pris à la probabilité $p < 0,05$.

Chapitre II:
Résultats et discussion

I. Déterminations sur les olives

I.1. Indice de maturité

Les résultats de l'indice de maturité des variétés d'olives étudiées sont enregistrés dans la figure 3.



Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative ($p < 0,05$). Les barres verticales représentent les écarts types avec $a > b > c > d > e > f$.

Figure 3 : Indice de maturité des olives étudiées

D'après les résultats obtenus (figure 3) pour l'indice de maturité, nous notons que la variété *Ferkani* enregistre la plus faible valeur (2.093) par contre la variété *Hamra* donne la valeur la plus élevée (5.095). L'étude statistique a révélé des différences significative ($p < 0,05$) entre la pluparts des résultats obtenus.

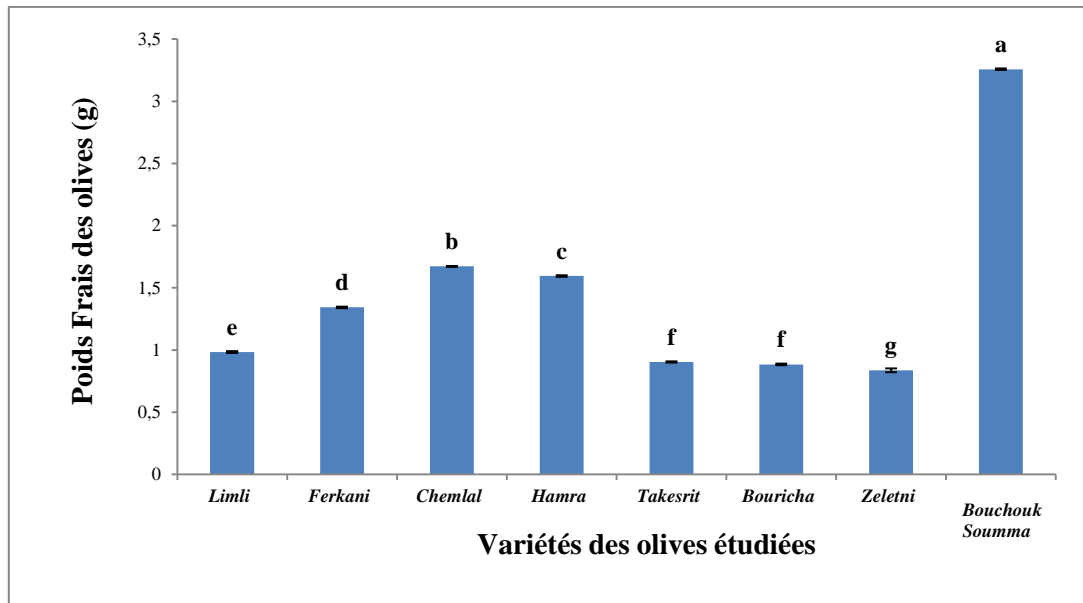
D'après la littérature, l'indice de maturité varie d'une variété à une autre, de la date de récolte et de la charge des oliviers. En effet, avec la charge des arbres en fruits, il se produit une grande compétition entre ces fruits, et par conséquent de faibles valeurs de l'indice de maturité, au moment de la récolte, ont été trouvées (Cimato, 1990).

Selon Bendriss (2010), la période optimale de récolte est estimée aux valeurs de l'indice de maturité allant de 2.8 à 3.5. C'est la fourchette coïncidant à un

rendement maximale en huile et un taux en polyphénols le plus élevé (Mahhou *et al.*, 2011).

I.2.Poids frais des olives

Les résultats de poids frais des olives des variétés étudiées sont enregistrés dans la figure 4.



Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative ($p < 0,05$). Les barres verticales représentent les écarts types avec $a > b > c > d > e > f > g$.

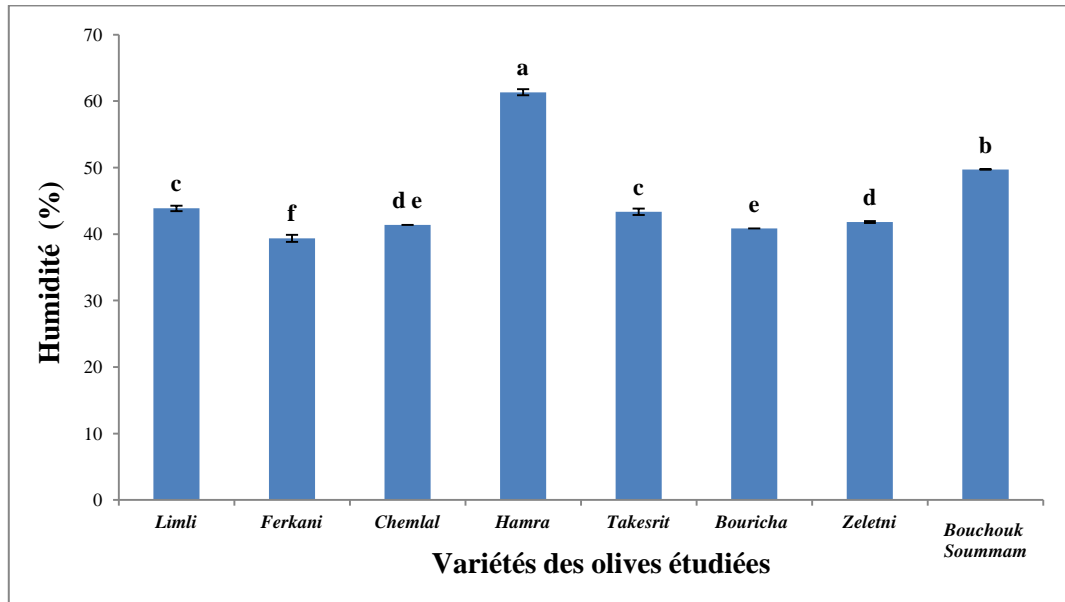
Figure 4 : Poids frais des olives étudiées

La figure 4 nous montre que la variété *Bouchouk Soummam* présente le poids frais le plus élevé (3.257 g) suivi par la variété *Chemlal* (1.676 g), *Hamra* (1.595g) et *Ferkani* (1.349 g), tandis que les olives des variétés *Limli*, *Bouricha*, *Zeletni* et *Takesrit* présentent des poids moyen faibles (< 1 g) (figure 4). Ces résultats varient de manière significative ($p < 0,05$) d'un échantillon à un autre.

Nous constatons clairement (figure 4) que le cultivar influe fortement sur le poids moyen des fruits d'olives. De plus, d'après **COI (1997)** toutes nos variétés peuvent être classées dans la catégorie des olives à poids faible (< 2 g), mis à part la variété *Bouchouk Soummam* qui est classée dans le groupe des olives à poids moyen (2-4 g) et qui peut être destinée aussi à la conserverie contrairement aux variétés précédentes qui sont uniquement des variétés à huile.

I.3. Teneur en eau des olives

Les résultats de taux d'humidité des olives étudiées sont illustrés dans la figure 5.



Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative ($p < 0,05$). Les barres verticales représentent les écarts types avec $a > b > c > d > e > f$.

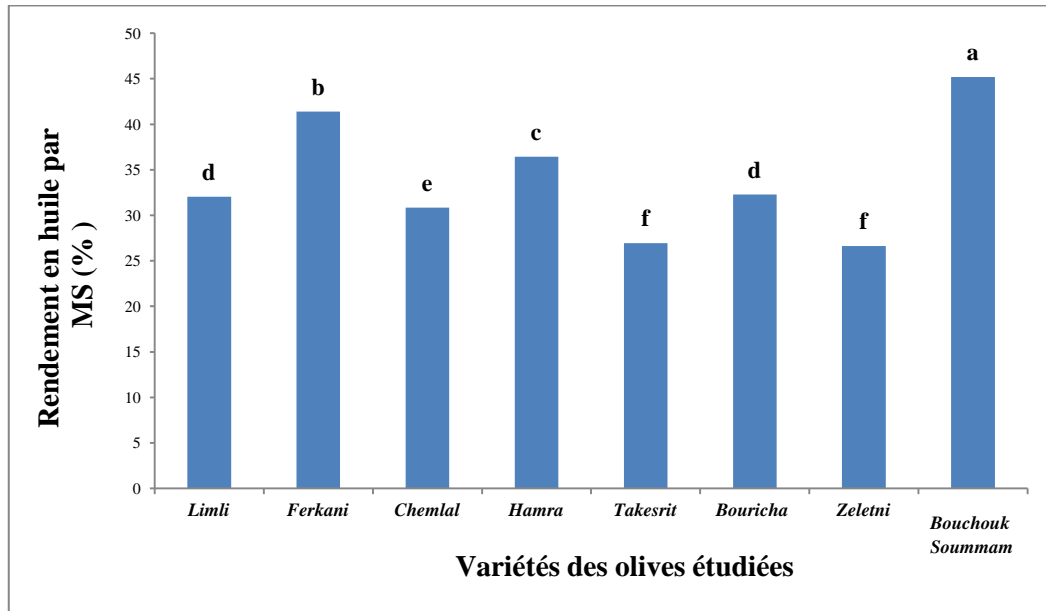
Figure 5 : Teneur en eau des olives étudiées

La teneur moyenne en eau des variétés d'olives étudiées varie entre 39.34 % et 61.33 % pour les variétés *Ferkani* et *Hamra* respectivement (figure 5). Des variations significatives ($p < 0,05$) sont enregistrées entre les différentes variétés.

Ces différences ne peuvent être attribuées, en aucun cas, ni aux conditions environnementales ni aux celles pédoclimatiques, du moment que toutes les variétés d'olives proviennent de la même région et soumises aux mêmes conditions. Néanmoins, ces fluctuations de valeurs peuvent être expliquées par l'effet de stade de maturation des fruits, dont la teneur en eau des olives diminue avec la maturation de celles-ci (Cimato, 1990), et qui sont reliées au processus métabolique qui pourrait survenir à l'intérieur des fruits caractéristique pour chaque variété (Leonardi *et al.*, 2002).

I.4. Rendement en huile par matière sèche

Les résultats obtenus pour le rendement en huile par matière sèche des échantillons étudiés sont enregistrés dans la figure 6.



Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative ($p < 0,05$). Les barres verticales représentent les écarts types avec $a > b > c > d > e > f$.

Figure 6 : Rendement en huile des olives étudiées

D'une manière générale des rendements moyens ont été trouvés (figure 6), qui oscillent entre 27 % et 45.182 %, dont le meilleur rendement a été révélé par la variété *Bouchouk Soummam* avec un taux de 45.182 %. Des différences significatives ($p < 0.05$) ont été observées entre tous les échantillons sauf entre *Takesrit* et *Zeletni*.

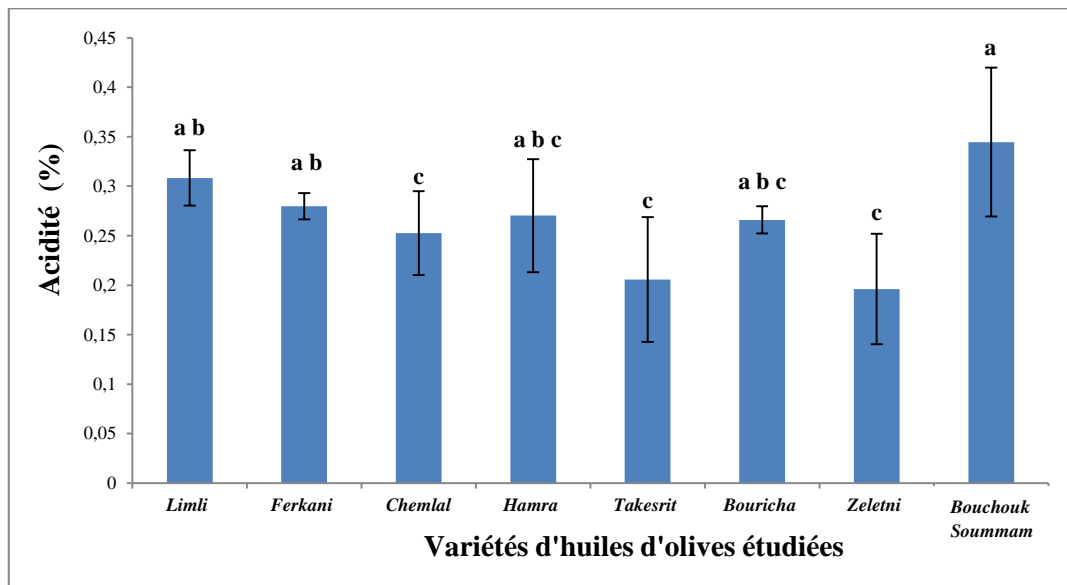
A côté de l'effet variétal, la teneur en huile dépend aussi du stade de maturité des olives; la biosynthèse de l'huile est rapide du stade vert des olives jusqu'à leur coloration complète en noir, après vient une phase de stabilisation de cette teneur, voire une petite diminution dans des stades les plus avancés de la maturité (Uceda et Frias, 1975 ; Civantos, 1999). Cette diminution peut être attribuée à l'accumulation de matière sèche dans les olives et à l'activité des lipases endogènes au stade noir, tout en hydrolysant les triglycérides et les acides gras.

L'intensité de lipogenèse est un caractère génétique qui dépend, notamment, des conditions pédo-climatiques (Civantos, 1999).

II. Déterminations sur les huiles

II.1. Acidité

L'analyse de l'acidité libre (exprimés en pourcentage d'acide oléique) des échantillons d'huiles étudiés a donné les résultats illustrés dans la figure 7.



Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative ($p < 0,05$). Les barres verticales représentent les écarts types avec $a > b > c$.

Figure 7 : Acidité des échantillons d'huiles d'olives étudiées

Sur la base des résultats obtenus en figure 7 pour l'acidité libre (qui varie de 0.19 à 0.34%), et selon la norme commerciale du Conseil Oléicole International (COI, 2015), nos huiles sont classées dans la catégorie d'huile d'olive extra vierge dont l'acidité est inférieure à 0.8 %. En général, les différences sont significatives ($p < 0.05$) entre la plupart des échantillons.

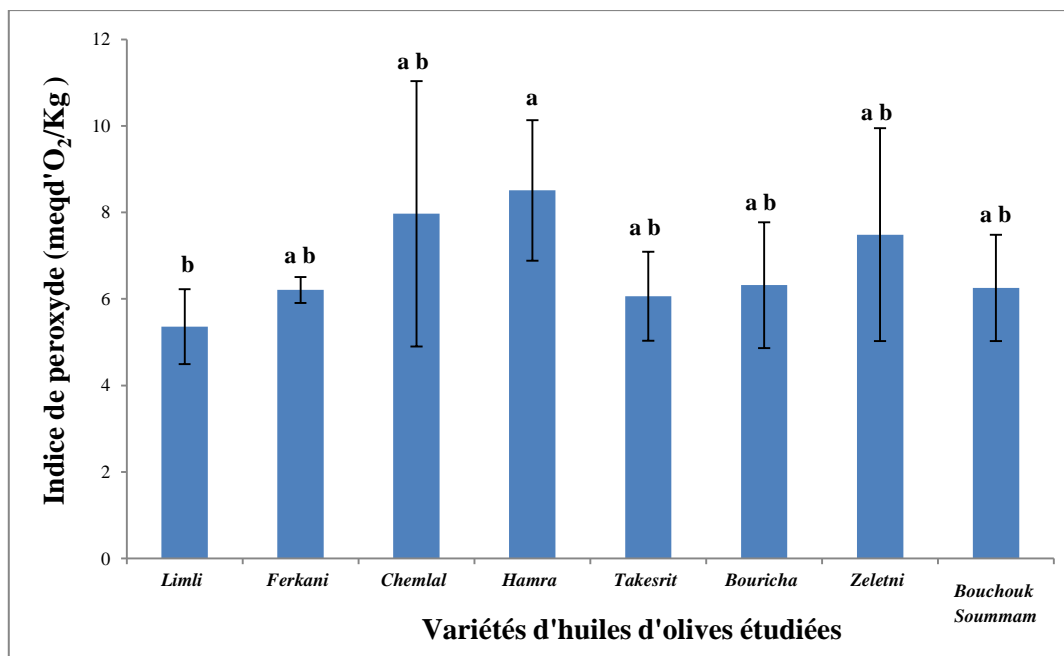
Il est à noter, que malgré son état de maturité avancé (4.5), la variété *Takesrit* donne une huile moins acide (0.2 %) que celle de la variété *Bouchouk Soummam* (0.34 %) avec un indice de maturité de 2.31.

En effet, l'acidité libre permet de contrôler le niveau de dégradation hydrolytique, enzymatique et/ou chimique des chaînes d'acides gras des triglycérides

(Abaza *et al.*, 2002). Dans la présente étude, les faibles pourcentages d'acidité libre trouvés, nous renseigne sur la faible ou absence de réaction d'hydrolyse durant les opérations d'extraction et du stockage de l'huile, qui est la conséquence directe des bonnes conditions de récolte et d'extraction immédiate sans procéder au stockage des olives (Ajana *et al.*, 1999).

II.2. Indice de peroxyde

Les résultats obtenus pour la teneur en peroxyde sont représentés dans la figure 8. Les résultats sont exprimés en milliéquivalent d'oxygène actif par kilogramme d'huile (méq O₂ actif / kg d'huile olive).



Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative ($p < 0,05$). Les barres verticales représentent les écarts types avec $a > b$.

Figure 8 : Indice de peroxyde des échantillons d'huiles étudiées

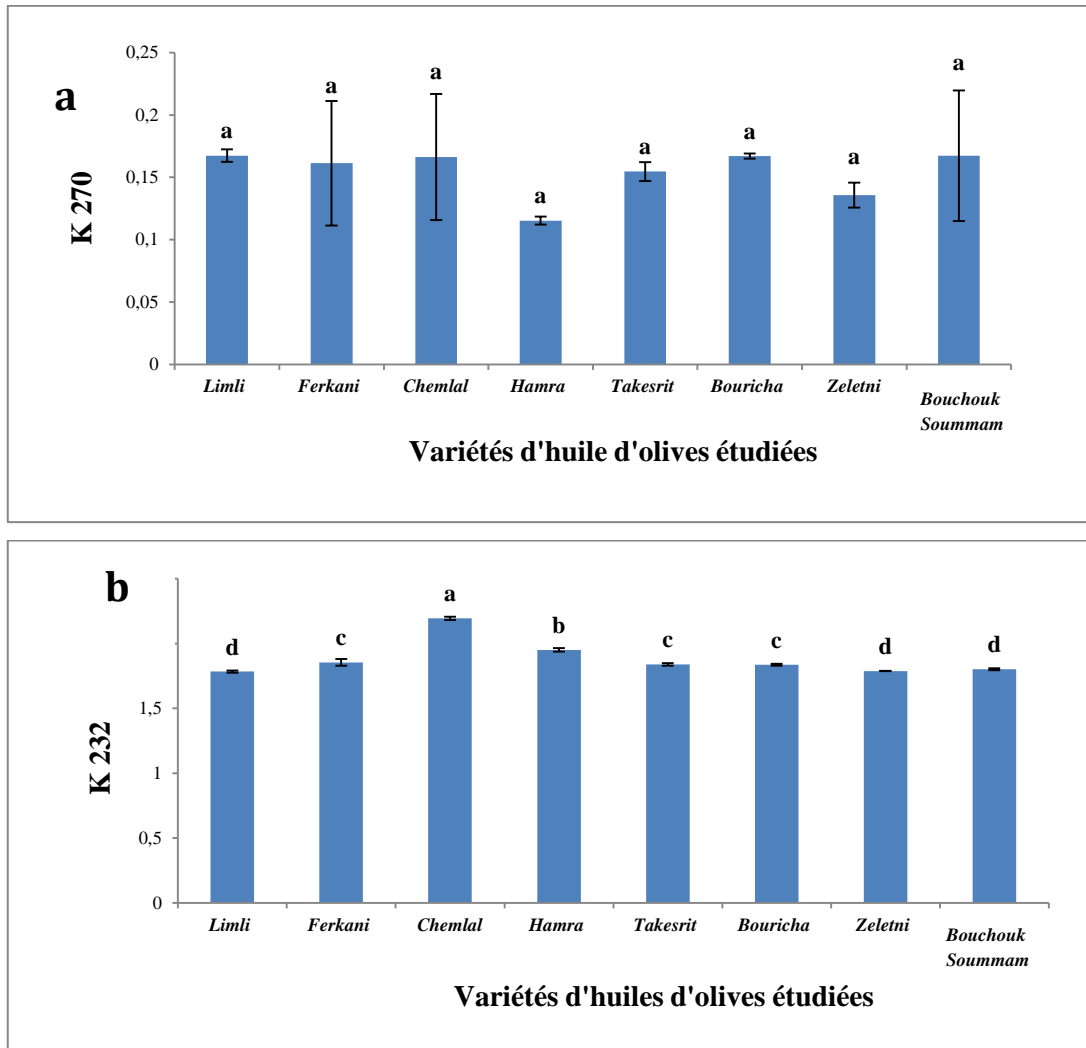
L'indice de peroxyde est utilisé en tant que révélateur de la détérioration d'huile, par oxydation il constitue l'un des moyens les plus directes pour mesurer l'autoxydation lipidique, en déterminant le nombre d'hydroperoxyde présent dans l'huile et formé au cours du stockage (Barone *et al.*, 1994).

D'après la figure 8, les valeurs d'indice de peroxyde, de nos échantillons d'huiles, oscillent entre 5.35 et 8.5 révélées par les variétés *Limli* et *Hamra*, respectivement, et qui sont largement maintenues au-dessous de la limite fixée par la

norme du **COI (2015)** pour la catégorie d'huile d'olive extra vierge (20 meq O₂/ Kg d'huile).

II.3. Absorbance dans l'UV

Les valeurs des extinctions spécifiques obtenues pour les échantillons d'huiles étudiés en Ultra-Violet à 232 nm et à 270 nm sont présentées sur la figure9.



Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative ($p < 0,05$).
Les barres verticales représentent les écarts types avec $a > b > c > d$.

Figure9 : Absorbance spécifique à 270 nm (a) et à 232 nm (b) des échantillons d'huiles étudiées

Les valeurs des extinctions spécifiques (K_{232} , K_{270}) illustrées dans la figure 9, n'excèdent pas les limites fixées par le Conseil Oléicole International pour

les huiles d'olives extra vierges (COI, 2015) qui sont respectivement inférieures ou égales à 2.5 et à 0.22.

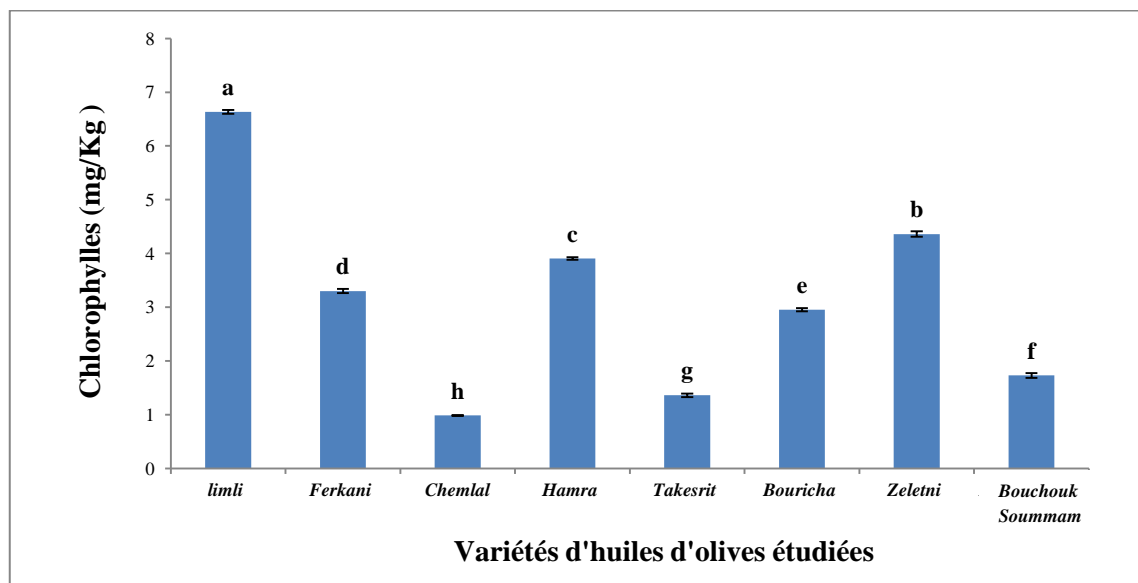
La variété *Chemlal* représente un coefficient d'absorption K232 plus élevé (2.20), que celui enregistré pour la variété *Zeletni* (1.78).

Quant au coefficient K270, les valeurs fluctuent de 0,11 et 0,167 pour les variétés *Hamra*, et *Bouchouk Soummam* respectivement. Ces valeurs ne présentent aucune valeur significative.

En fait, **Ranalli et Angerosa (1996)** et **Kiritsakis (1998)** ont rapporté que l'origine du cultivar n'avait aucune influence significative sur ces paramètres analytiques. Cependant les fruits peuvent être, essentiellement, affectés par les facteurs qui causent leurs dommages à savoir : l'attaque par la mouche d'olive, les mauvais systèmes de récolte, le transport et le stockage inadaptés des olives, etc. Ce qui nous permet de confirmer les bonnes conditions de récolte, de stockage et de trituration de nos échantillons d'olives.

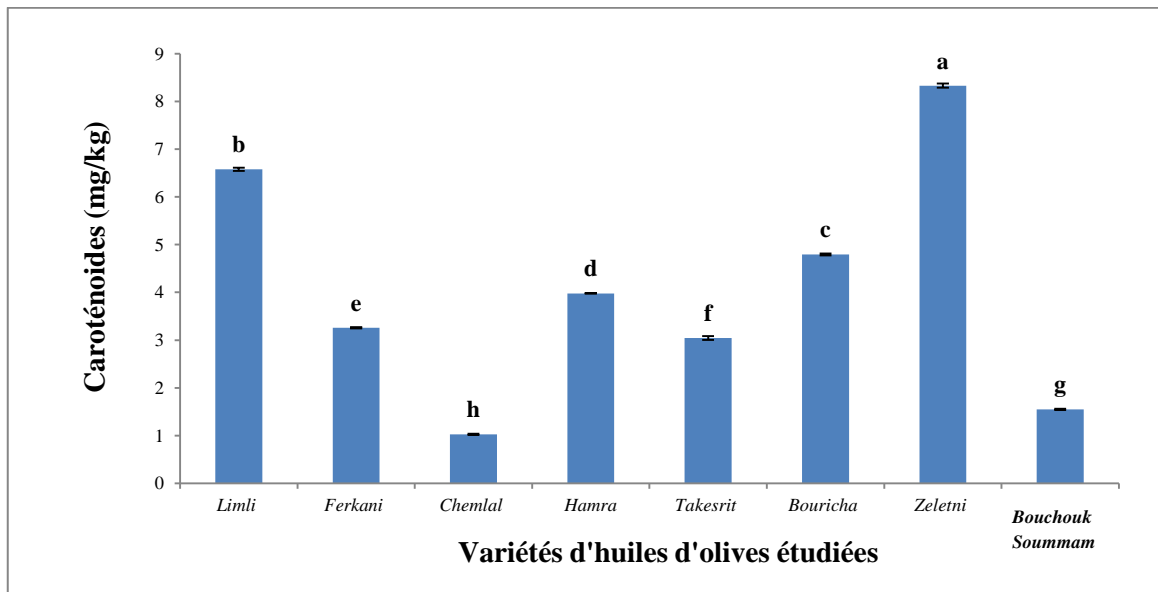
II.4. Chlorophylles et Caroténoïdes

Les teneurs obtenues pour les chlorophylles et caroténoïdes, des échantillons d'huiles étudiés, exprimée en (mg/kg), sont représentées dans les figures 10 et 11 respectivement.



Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative ($p < 0,05$).

Les barres verticales représentent les écarts types avec $a > b > c > d > e > f > g > h$

Figure 10 : Teneur en chlorophylles des échantillons d'huiles étudiées

Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative ($p < 0,05$).
Les barres verticales représentent les écarts types avec $a > b > c > d > e > f > g > h$.

Figure 11 : Teneur en caroténoïdes des échantillons d'huiles étudiées

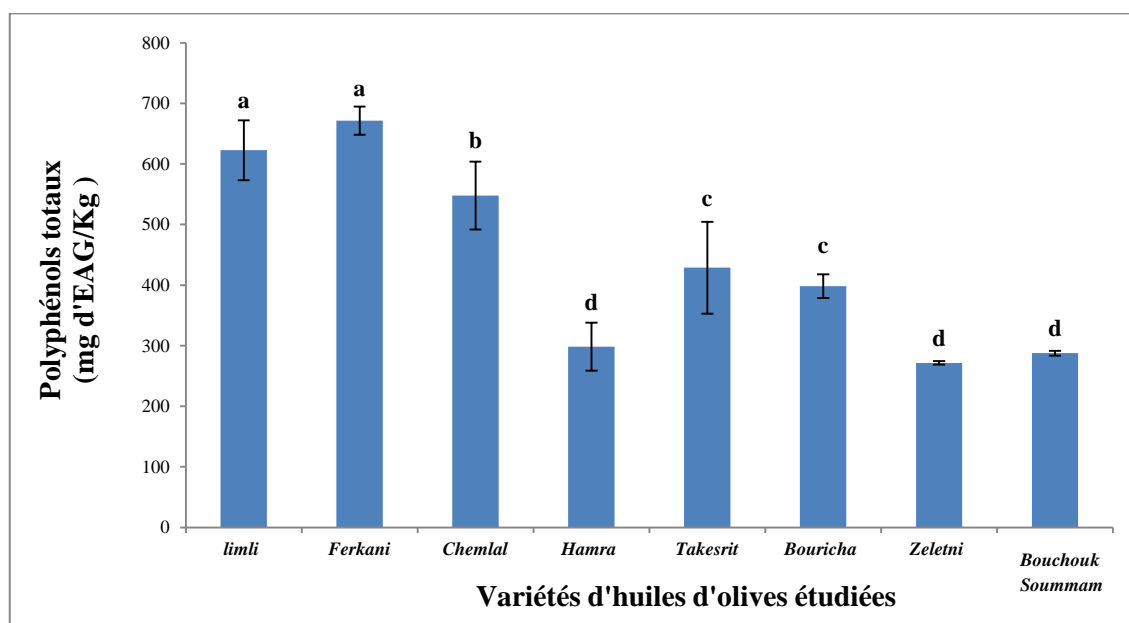
D'après **Gandul-rojas et al., (1996)**, la teneur en chlorophylles, pour une huile d'olive extra vierge, varie de 1 à 20 mg/kg dont 40 à 80 % sont des phéophytines. Cela concorde avec nos résultats, comme le montre la figure 10, les teneurs en chlorophylles des huiles étudiées varient d'une variété à une autre, allant de 0.98 à 6.63 mg/kg. La variété *Chemlal* révèle la plus faibles concentration en ces pigments (0.98 mg /kg), tandis que la teneur la plus élevée est enregistrée par la variété *Limli* (6.63 mg /kg). Des différences significatives ont été trouvées entre les résultats au seuil 0.05.

Quant aux caroténoïdes, leur détermination est considérés aussi importante en raison de leurs propriétés vitaminique, nutritionnelle et antioxydante (**Reboul et al., 2007**). Selon les résultats obtenus en figure 11, en générale, nos échantillons présentent des teneurs appréciables en caroténoïdes. La variété *Zeletni* donne la plus grande teneur qui est égale à 8.33 g/Kg, et la plus faible concentration est enregistrée par la variété *Chemlal* (1.02 mg/kg). Des différences significatives ont été trouvées entre les résultats au seuil 0.05.

Plusieurs études ont confirmé que les teneurs en pigments, notamment les chlorophylles et les caroténoïdes varient en fonction du cultivar et diminuent au cours de la maturation des fruits. Cette diminution est plus prononcée pour les chlorophylles que pour les caroténoïdes, en parallèle d'autres composés peuvent se former tels que les anthocyanes (Minguez-Mosquera *et al.*, 1990). Cependant, l'intensité de cette diminution est fortement dépendante du métabolisme caractéristique de chaque variété (Leonardi *et al.*, 2002).

II.5. Composés phénoliques totaux

Les résultats de dosage des composés phénoliques des différentes variétés d'huile d'olives étudiées sont représentés dans la figure 12.



Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative ($p < 0,05$). Les barres verticales représentent les écarts types avec $a > b > c > d > e > f$.

Figure 12: Teneur en polyphénols totaux des échantillons d'huiles étudiées

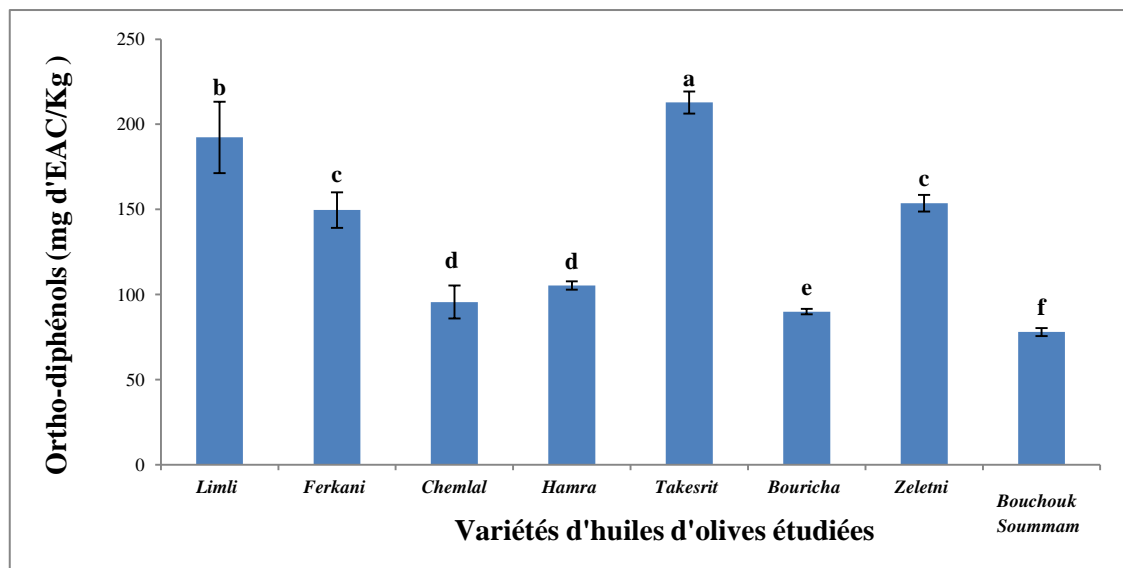
Les résultats obtenus pour les composés phénoliques totaux (figure 12), montrent que nos huiles renferment des quantités appréciables en ces composés, varient entre 270 et 670 mg/kg. En effet, d'après la littérature, la teneur en polyphénols totaux de l'huile d'olive peut varier entre 50 et 500 mg/kg (Alessandri, 1997), comme elle peut, dans certains cas, être plus élevée (Abaza *et al.*, 2002). Ce

qui correspond ainsi à notre cas ; des teneurs supérieures à 500 ppm ont été enregistrées par les trois variétés *Ferkani*, *Limli* et *Chemlal* (figure 12).

En général, l'étude statistique a révélé des différences significatives ($p < 0,05$) entre les échantillons d'huiles d'olives étudiées.

II.6. Ortho-diphénols

Les teneurs en *Ortho*-diphénols déterminées dans nos huiles étudiées sont illustrés sous forme d'histogrammes dans la figure 13.



Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative ($p < 0,05$).
Les barres verticales représentent les écarts types avec $a > b > c > d > e > f$.

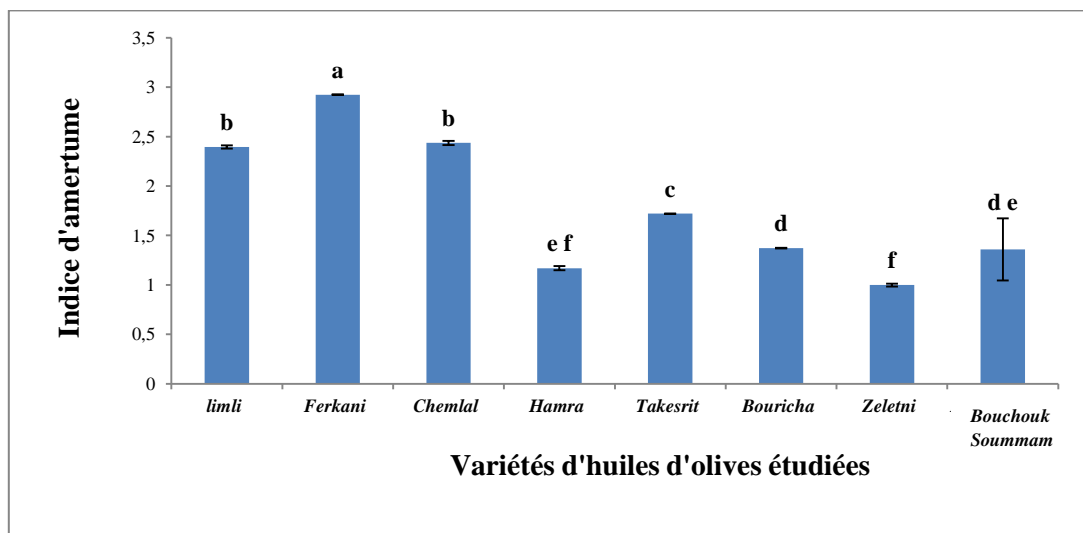
Figure 13: Teneur en *Ortho*-diphénols des échantillons d'huiles étudiées

Toutes les huiles testées contiennent des quantités appréciables en *Ortho*-diphénols. À partir des résultats illustrés dans la figure 13, on remarque que l'huile issue de la variété *Takesrit* a consigné la valeur la plus élevée (212 mg/kg), et la plus faible concentration a été détectée dans l'huile issue de la variété *Bouchouk Soummam* qui est de 77,95 mg/kg. Néanmoins, les autres échantillons d'huiles ont donnés des teneurs intermédiaires en *Ortho*-diphénols. En général, l'étude statistique a révélé des différences significatives ($p < 0,05$) entre les échantillons d'huiles d'olives étudiées.

D'après nos résultats (figures 12 et 13), il ressort que le cultivar est un facteur important influençant la composition en polyphénols totaux et en *Ortho*-diphénols, tels que déjà observé par plusieurs auteurs (**Zarrouk et al., 2008 ; Ocakoglu et al., 2009**). En outre, cette composition n'est pas seulement liée à la variété, mais aussi aux interactions complexes entre plusieurs facteurs à savoir: le degré de maturité et l'état sanitaire des olives, la zone géographique oléicole, le système et les paramètres d'extraction de l'huile et autres (**Salvadord et al., 2000 ; Angerosa et al., 2004**).

II.7. Indice d'amertume

Le résultat obtenu pour l'indice d'amertume des échantillons étudiés, exprimée en absorption, sont représentées dans la figure 14.



Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative ($p < 0,05$). Les barres verticales représentent les écarts types avec $a > b > c > d > e > f$.

Figure 14 : Indice d'amertume des échantillons d'huiles étudiées

Les valeurs d'indice d'amertume de nos échantillons (figure 14) varient de 0,99 à 2,92 pour les huiles issues des variétés *Zeletni* et *Ferkani*, respectivement. Les différences sont significatives entre les échantillons au seuil de 5 %.

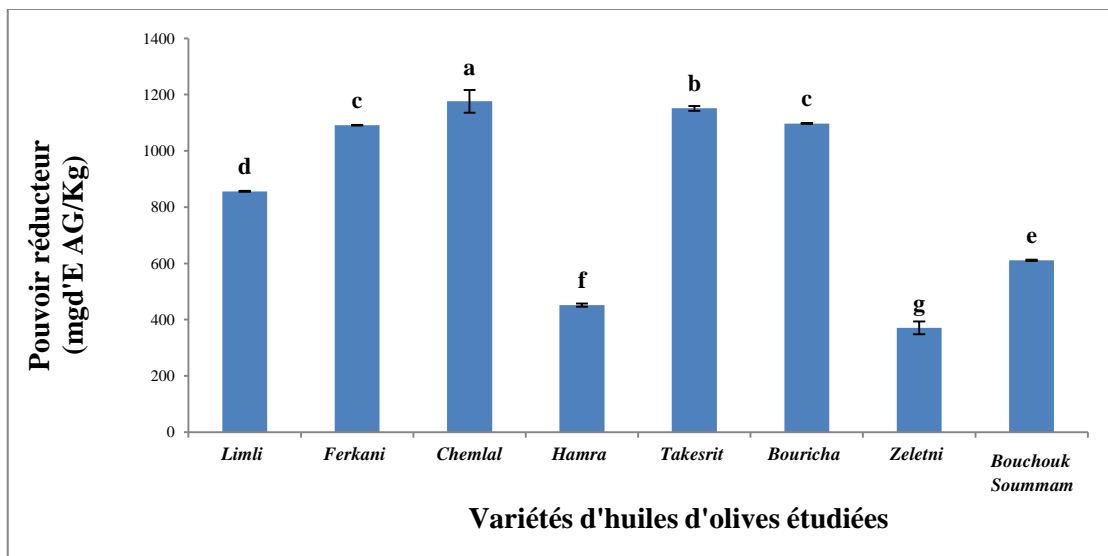
En comparaison avec la bibliographie, nos résultats sont relativement élevés avec ceux obtenus par **Detteri et Russo (1993)** pour les variétés italiennes, et qui sont généralement de l'ordre de 0.1 à 0.5.

Une corrélation positive existe entre l'indice d'amertume et la teneur en composés phénoliques totaux, notamment en *Ortho*-diphénols, et qui contribuent énormément à l'amertume de l'huile d'olive (**Morello et al., 2006**). Plus précisément, ajoute **Berra (1998)**, le goût amer de l'huile d'olive est attribué à l'oleuropéine glucoside et ses aglycones et aussi aux acides phénoliques.

II.8. Activité antioxydante

II.8.1. Pouvoir réducteur

Les résultats obtenus pour le pouvoir réducteur des différents extraits phénoliques sont résumés dans la figure 15.



Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative ($p < 0,05$).

Les barres verticales représentent les écarts types avec $a > b > c > d > e > f > g$.

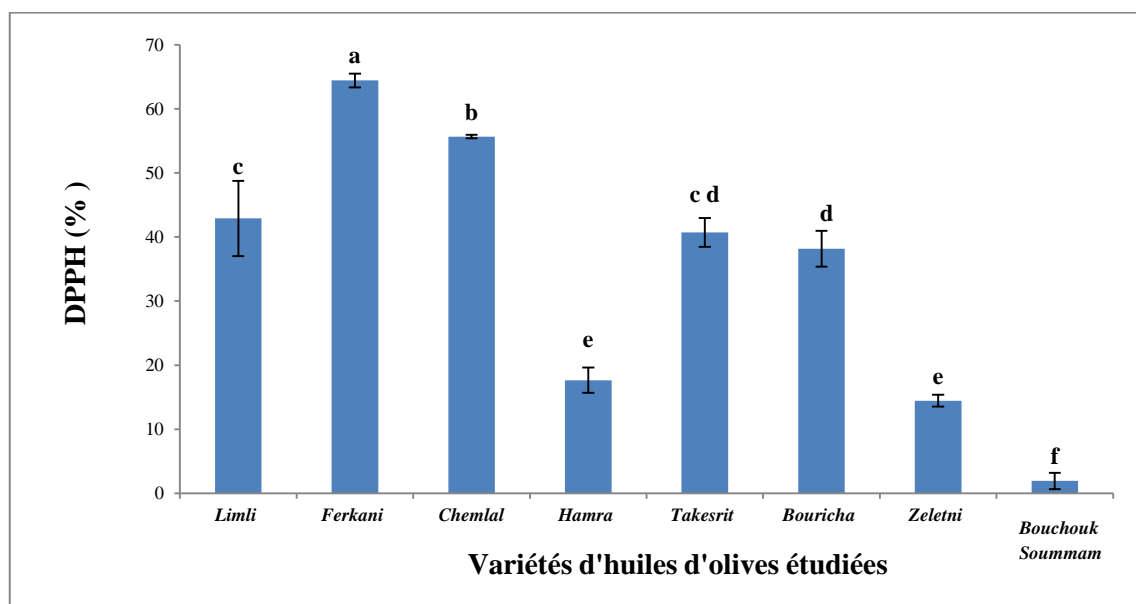
Figure 15 : pouvoirs réducteurs des échantillons d'huiles étudiées

D'après les résultats obtenus en figure 15, la variété *Chemlal* montre un fort pouvoir réducteur (1176.29 mg/kg) comparé aux autres variétés, ce qui lui confère ainsi une activité antioxydante beaucoup plus importante. Cependant, le plus faible pouvoir réducteur a été enregistré pour la variété *Zeletni* (370.82 mg/kg). L'analyse statistique montre des différences significatives ($P < 0,05$) entre les huiles des variétés étudiés.

D'après ces résultats nous pouvons dire que les antioxydants ayant une propriété réductrice, tels que les polyphénols présents dans les extraits d'huiles d'olives, réagissent comme donneurs d'électrons entraînant la réduction du complexe Fe^{3+} ferrique (de couleur Jaune) en fer ferreux Fe^{2+} (de couleur bleu verdâtre), dont l'intensité est proportionnelle au pouvoir réducteur (Gulçin *et al.*, 2007). En effet, d'après ces derniers, la nature et la concentration en antioxydants contrôlent l'intensité du pouvoir réducteur, nous déduisons alors, que la plupart de nos huiles étudiées contiennent des quantités appréciables en antioxydants.

II.8.2. Activité scavenger du radical DPPH

L'activité scavenger du radical DPPH pour les différents extraits phénoliques de l'huile d'olive est représentée dans la figure 16.



Les valeurs portant les différentes lettres présentent une différence significative ($p < 0,05$).
Les barres verticales représentent les écarts types avec $a > b > c > d > e > f$.

Figure 16: Activité scavenger du radical DPPH des extraits phénoliques des échantillons d'huiles étudiées

D'après la figure 16, l'extrait phénolique de la variété *Ferkani* présente une forte activité scavenger du radical DPPH (64.45%) vue sa richesse en polyphénols totaux et en *Ortho*-diphénols (figures 12 et 13), tandis que la variété *Bouchouk Soummam* a une faible activité antioxydante (1.91 %) avec une faible teneur en composés phénolique totaux et en *Ortho*-diphénols. L'analyse statistique montre des différences significatives ($P < 0.05$) entre les huiles des variétés étudiées.

En plus de leur contribution au goût particulier, à la fois amer et fruité, les phénols seraient responsables en grande partie de la stabilité à l'oxydation de l'huile d'olive (**Boskou *et al.*, 1996; Mansouri *et al.*, 2013**).

Par comparaison, nos extraits phénoliques présentent une activité scavenger du radical DPPH supérieure à celle obtenue pour cinq variétés espagnoles (9,8-29,4%) étudiées par **Gorinstien *et al.*, (2003)**.

Conclusion

Dans le présent travail nous nous sommes intéressés à l'étude de l'influence de cultivar sur les propriétés physico-chimiques et antioxydante de huit variétés d'huiles d'olives. A l'issu des résultats obtenus, nous avons pu tirer les conclusions suivantes :

La détermination des indices de qualité (acidité, indice de peroxyde et coefficients d'extinctions dans l'UV) nous ont permet de classer toutes les huiles étudiées dans la catégorie **vierge extra** suivant les directives du COI (2015).

La quantification des pigments à révéler des teneurs élevées en chlorophylles et en caroténoïdes chez les deux variétés *Limli* et *Ferkani*, contrairement aux variétés *Chemlal* et *Bouchouk Soummam* qui ont donné des teneurs les plus faibles en ces pigments.

Des concentrations appréciables en polyphénols totaux et en *Ortho*-diphénols ont été détectées chez les trois variétés : *Ferkani*, *Limli* et *Chemlal*, ceux qui leur confèrent, ainsi, une très bonne stabilité contre l'oxydation et qui est démontrés par les tests d'évaluation de leur activité antioxydante (pouvoir réducteur et l'activité scavenger par le radical DPPH). Cependant la variété *Bouchouk Soummam* a une faible activité antioxydante comparée aux restes des échantillons.

A côté des teneurs élevées en polyphénols totaux et en *Ortho*-diphénols trouvées, la variété *Farkani* enregistre un indice d'amertume le plus élevé (2.92), ce qui confirme, ainsi, la relation positive qui existe entre ces éléments.

En conclusion, cette étude nous a permet de démontrer l'influence de la variété sur l'ensemble des paramètres déterminés. Néanmoins, toutes les huiles étudiées sont à apprécier.

En perspective, d'autres travaux sont à proposer pour mieux cadrer l'effet variétal sur la qualité et la composition de l'huile d'olive. Pour cela, il serait judicieux d'élargir cette étude sur d'autres variétés et de compléter par d'autres analyses plus fines à savoir : la détermination des profils en acides gras en polyphénols et en composés aromatiques, l'étude de la stabilité des huiles par d'autres méthodes, l'analyse sensorielle, etc.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

A

Abaza L., Msallem M., Daoud D. et Zarrouk M. 2002. Caractérisation des huiles de sept variétés d'olivier tunisiennes. *John Libbey Eurotext*, OCL, 9 (2):174-9.

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

Agar T., Hess– Pierce B., Sourour M. M. et Kader A.M. 1998. Quality of fruit and oil of black-ripe olives is influenced by cultivar and storage period. *Journal of agricultur and Food Chemistry*, 3415-3421.

Aguilera M. P., Beltran G. Ortega D., Fernandez A., Jimenez A. et Uceda M. 2005. Cvs. Cobrançosa, Madural and Verdeal Transmontana) extracted from olives with different 160.

Ajana H., EL Antari A. et Hafidi A. 1999. Evolution of biometric parameters and chemical composition of olives from Moroccan Picholine variety fruit ripeness. *Grasas y Aceites*, 50(1) : 1-16.

Alais C., Linden G. et Miclo L. 1999. Lipides. In : Biochimie alimentaire. Ed Dunod, 51-71.

Allalout A., Krichène D., Methenni K., Taamalli A., Oueslati I., Daoud D. et Zarrouk M. 2009. Characterization of virgin olive oil from super intensive Spanish and Greek varieties grown in northern Tunisia. *Scientia horticulturae*, 120 : 77-83.

Allalout A., Krichène D., Methenni K., Taamalli A., Daoud D. et Zarrouk M. 2011. Behavior of super-intensive spanish and greek olive cultivars grown in northern Tunisia. *Journal of Food Biochemistry*, 35 : 27-43.

Alessandri S. 1997. Technique agronomiques et caractéristiques de l'huile d'olive. In : «Encyclopédie oléicole international, Madrid (Espagne) : 195-217.

Amourettim C. et Comet G. 2000. Le livre de l'olivier. Edisud, 191.

Andrewes P., Busch J.L.H.C., Joode T., Groenewegen A. et Alexandre H. 2003. Sensory properties of virgin olive oil polyphenols: identification of deacetoxy-

Références bibliographiques

ligstrosideaglycon as a key contributor to pungency. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51:1415-1420.

Angerosa F., Servili M., Selvaggini R., Taticchi A., Esposito S. et Montedoro G. 2004. Volatile compounds in virgin olive oil: occurrence and their relationship with the quality. *Journal of Chromatography A*, 1054:17-31.

Aparicio R., Morales MT. et Alonso V. 2006. Authentication of European virgin olive oils By their chemical compounds, sensory attributes and consumer's attitudes. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 45:1076-1085.

B

Barone E., Di Marco L., Motisi A. et Caruso T. 1994. The Sicilian olive germplasm and its characterization by using statistical methods. *Acta Horticulturae*, 356:66-69.

Beltrán G., Aguilera MP., Del Rio C., Sanchez S. et 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., Cerroni L., Bigguzi B., Lercker G. et Toschi T.G. 2003. Liquid-liquid and solid-phase extractions of phenols from virgin olive oil and their separation by chromatographic and electrophoretic methods. *Journal of Chromatography A*, 985:425-433.

Bendini A., Cerritani L., Pancorbo A. C., Gomez-Caravaca A. M., Segura-Carretero A., Gutierrez F. A. et Lercker J. 2007. Phenolic molecules in Virgin olive oils. A survey their sensory properties, health effects, antioxidant activity and analytical methods, 12: 1679-1719.

Bendriss K. 2010. Appellation d'origine protégée huile d'olive tyout-chiadma. Expérience marocaine, présentation au séminaire inter-national consacré aux indications géographiques dans le secteur de l'huile d'olive et des olives de table, Jeudi 21 octobre 2010, Reggio di Calabria, Italie.

Benlemlih M. et Ghanam J. 2012. Pouvoir antioxydant des polyphénols de l'huile d'olive. In: Polyphénols d'huile d'olive trésors santé. Maroc pietteur. France. P 74-75.

Références bibliographiques

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

Boskou D. 2006. Olive Oil, *Chemistry and Technology*, AOACS Press, Champaign.

Bougandoura N, Bendimerad N. 2013. Evaluation de l'activité antioxydante des extraits aqueux et méthanolique de *Satureja calamintha* sp. *Nepeta* (L) Briq. *Nature and Technologie. B- Sciences Agronomiques et Biologiques*, 09 :14- 19.

Brenes M., Garcia A., Rios J.J., Garcia P. et Garrido A. 2002. Use of 1- acetoxypinoresinol to authenticate Picual olive oils. *International Journal of Food Science and Technology*, 37: 615–625.

Brenes M., Garcia A., Garcia P., Rios J.J. et Garrido A. 1999. Phenolic compounds in Spanish olive oils. *J. Agric. Food Chemistry*. 47, P: 3535-3540.

C

Chimi H., Ouaouich A. 2007. Guide du producteur de l'huile d'olive. Projet de développement du petit entrepreneuriat agro-industriel dans les zones périurbaines et rurales des régions prioritaires avec un accent sur les femmes au Maroc.

Chou S.T., Chao W.W. et Chung Y.C. 2003. Antioxydative activity and safety of 50% ethanolic red bean extract (*Phaseolus radiatus* L. var. *Aurea*). *Journal of food science*, 68 :21-25.

Cimato A. 1990. Effect of agronomic factors on virgin olive oil quality. *Olivae*, 31:20-31.

Civantos L. 1986. Agronomic factors influencing olive oil quality Séminaire International sur la technologie de l'huile d'olive et la valorisation des sous-produits.

Civantos L. 1999. Obtención de aceite de oliva virgen. 2ª Edición. Editorial Agrícola Española, S.A. Artes Gráficas COIMOFF. S.A. Madrid. Spain.

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

Références bibliographiques

Conseil Oléicole International.1997. Méthodologie pour la caractérisation secondaire des variétés d'olivier en collection. RESGEN-CT 96/97.

Conseil Oléicole International. 2001. Olive-Olive growing, olive oil and table olives. P:2.

Conseil Oléicole international. 2003. Normes internationales applicables aux huiles d'olives et aux huiles de grignon d'olives; COI/ T15/NC N°3.

Conseil Oléicole International 2011. Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. T. 15/NC n° 3/Rév. 6.

Conseil Oléicole International. 2015. Normes commerciale Internationale applicable aux huiles d'olives et aux huiles de grignons d'olive. T15/NC n°2.Rév.9.L'huile d'olive vierge (norme COI/T.15/NC n° 3/ Rév. 8 février 2015).

Covas MI De la torre K. et Farre-Albaladejo M. 2006.Postprandial LDL phenolic content and LDL oxidation are modulated by olive oil phenolic compounds in humans.*Free Rad Biol Med*,40: 608-616.

D

Detteri S. et Russo G. 1993.Influenza della cultivar e del regime idrico su quantità e qualità dell'olio di oliva.*Olivae*, 49:36-43.

Di giovacchino L., Solinas M. et Mccoli M. 1994. Effect of extraction system's on the quality of virgin olive oil.*Journal of American Oil Chemist's Society*,71 (11) : 1189-1194.

E

El Antari A., El Moudni H., Ajana H. et Cert A.2003.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.

F

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

Références bibliographiques

G

Gandulrojas B. et Minguezmsquera M.I. 1996.Chlorophyll and carotenoid composition in virgin olive oils from various spanish olives varieties.*Journal of American Oil Chemist's Society*, 72: 31-39.

Garcia-Gonzalez D.L., Aparicio-Rui R. etAparicio R.2008.Virgin oliveoil chemical implications on quality and health.*European Journal of Lipid Science and Technology*, 110:1-6.

Gimeno E., Castellote A.I., Lamuela-Raventós R.M., De la Torre M.C. et López-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.

Gorinstein S., Martin-Belloso O., Katrich E., Lojek A., Číž M., Gligelmo-Miguel N.,

Haruenkit R., Park Y.S., Jung S.T. et Trakhtenberg S. 2003.Comparison of thecontents of the main biochemical and the antioxidantactivity of someSpanisholiveoils as determined by four different radical scavenging tests.*JNB*. 14 : P.154-159.

Gülçin I., Alici M.A. et Ce sur M. 2005.Deternation in vitro of antioxydant and radical scavenging activities of propofol. *CPB*, 53(3): 281-285.

Gülçin I., Elias R., Gepdiremen A., Boyer L. et Köksal E. 2007. A comparative study on the antioxidant activity of fringe tree (*Chionanthusvirginicus* L.) extracts. *Journal biotechnology*,6(4) : 410-418.

Gutierrez F. Jimenez B. Ruiz A. Albi M.A. 1999. Effect of olive ripeness on the oxidative stability of virgin olive oil extracted from the varieties Picual and Hojiblanca and on the different components involved. *J Agric. Food Chemistry*.47: 121-127.

Gutierrez-Rosales F., Riais J.J. et Gomez-Rey M.L. 2003.Mainpolyphenols in the bitter taste of virgin olive oil. Structural confirmation by on-line high-performance liquid chromatography electro spray ionization mass spectrometry.*Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51:6021-6025.

Références bibliographiques

H

Harwood J.L. et Aparicio R.2000. Handbook of olive oil: analysis and properties. Gaithersburg Maryland, USA: *Aspen publications, Inc.* 620 pages.

Hennebelle T., Sahpaz S, Bailleul F. 2004. Polyphénols végétaux, sources, utilisations et potentiel dans la lutte contre le stress oxydatif. *Phytothérapie*, 1: 3-6.

I

Inglese P.1994. L'influence de la variété sur les caractéristiques qualitative de l'huile d'olive. *Olivae*. N° 54 .PP.42-47.

J

Jacotot B.1993. L'huile d'olive, de la gastronomie à la santé. Editions *Artulen*, 224p.

Judde A. 2004. Prévention de l'oxydation des acides gras dans un produit cosmétique : mécanisme, conséquences, moyens de mesure, quels antioxydants pour quelles applications? 11: P. 414-4183.

K

Kiritsakis A. K.1998. Flavor components of olive oil- a review. *American OilChemists' Society*, 75(6): 673-681.

L

Le Grusse J. 2003. Structure chimique et propriétés physicochimiques. In: Les vitamines dans les Industries AgroAlimentaires. Bourgeois, C. Eds: *Tec et Doc*. Lavoisier, Paris, 5-23.

Leger C.L.1999. Les coproduits de l'huilerie d'olive, les composés phénoliques et leurs propriétés biologiques. *Oléagineux Corps Gras Lipides*, 6 (1): 60-62.

Leonardis A. et Macciola V.2002. Catalytic effet of the Cu (II) and (III)cyclohexanecarboxylates on olive oil oxidation measured by rancimat. *European Journal of Lipids and Science and technology*, 156-160.

Références bibliographiques

León L., Beltrán G., Aguilera M.P., Rallo L., Barranco D. et De La Rosa R. 2011. Oil composition of advanced selections from an olive breeding program. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 113:870-875.

Loussert R. et Brousse G. 1978. L'Olivier. Coll. Des Techniques agricoles et Productions méditerranéennes, G. P. Maisonneuve et Larose, Paris, 447 p.

M

Mahhou. 2011. Performance et qualité de production des variétés d'olivier Arbéquine, Koroneiki et Picholine marocaine conduites en irrigué dans la région de Settat (Maroc). *Olivae*, 116,16.

Mansouri F., Ben moumen A., Lopez G., Fauconnier M.L., Sindic M., Serghini-caid H. et Elamrani A. 2013. Preliminary characterization of monovarietal virgin olive oils produced in eastern area of Morocco. Book of Proceedings inside. *Food Symposium*.

Mansouri F., Ben Moumen A., Houmy N., Richard G., Fauconnier M-L., Sindic M., Serghini-Caid H. et Elamrani A. 2014. Évaluation de la stabilité oxydative d'huiles d'olive issues de l'assemblage d'huile d'Arbequina à d'autres huiles d'olive monovariétales. *Olivea*, N° 120, 22-29.

Martysiak-Żurowska D. et Wenta W. 2012. A comparison of ABTS and DPPH methods for assessing the total antioxidant capacity of human milk. *Technologie Aliment*, 11: 83-39.

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

Merouane A., Noui A., Medjahed H., Knedjaribenhadjali K., Saadi A. 2014. Activité antioxydante des composés phénoliques d'huile d'olive extraite par méthode traditionnelle. *International Journal. Biological Chemical Science*, 8(4): 1865-1870.

Minguez-Mosquera I., Rejano J.L., Gandul B., Higinio A. et Garrido J. 1990. Pigments present in the olive oil. *Journal of American Oil Chemist's Society*, (3):192-196.

Références bibliographiques

Minguez-Mosquera I., Rejano J.L., Gandul B., Higinio A. et Garrido J. 1991. Colour Pigment correlation in virgin olive oil. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 68: 669-671.

Minioti K.S. et Georgiou C.A. 2008. High throughput flow injection bioluminometric method for olive oil antioxidant capacity. *Food Chemistry*, 109:455-461.

Montedoro G., Servili M., Baldioli M., et Miniati E. 1992. Simple and hydrolysable phenolic compounds in virgin olive oil. Their extraction, separation, quantitative and semiquantitative evaluation by HPLC. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 40(9):1571-1576.

Morelló J.R., Motilva M.J., Tovar M.J. et 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.

Morello J.R., Romero M.P. et Motilva M.J. 2006. Influence of seasonal conditions on the composition and quality parameters of monovarietal virgin olive oils. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 83(8):683-690.

Mousa Y.M., Gerasopoulos D., Metzidakis I. et Kiritsakis A. 1996. Effect of altitude on fruit and oil quality characteristics of 'Mastoides' olives. *Journal of Science of Food and Agriculture*, 71: 345-350.

O

Ocakoglu D., Tokatlı F., Ozen B. et Korel F. 2008. Distribution of simple phenols, phenolic acids and flavonoids in Turkish monovarietal extra virgin olive oils for two harvest years. *Food Chemistry*, 113:401-410.

Ollivier D., Boubault E., Pinatel C., Souillol S., Guérère M. et Artaud J. 2004. Analyse de la fraction phénoliques des huiles d'olive vierges. *Annales des Falsifications, de l'Expertise Chimique et Toxicologique*, 965: 169-196.

Osman M., Metzidakis I., Gerasopoulos D. et Kiritsakis A. 1994. Qualitative changes of olive oil from fruits collected from trees grown at two altitudes. *Riv. Ital. Sost. Grasse*, 71:187-190.

Références bibliographiques

P

Popovici C., Saykova I. et Tylkowski B. 2009. Evaluation de l'activité antioxydant des composés phénoliques par la réactivité avec le radical libre DPPH. *Revue de génie industriel*, 4 :25-39.

Psomiadou E. et Tsimidou M. 2002. Stability of virgin olive oil. Autoxidation studies. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 50:716-721.

R

Ranalli A. et Angerosa F. 1996. Integral centrifuges for olive oil extraction. The qualitative characteristics of products. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 73:417-422.

Ranalli A., De Mattia G., Ferrante M. L. et Giansante L. 1997. Incidence of olive cultivation area on the analytical characteristics of the oil. *Note 1. Sost. Grasse, LXXIII*, 501-508.

Reboul E., Thap S., Perrot E., Amiot M.-J., Lairon D. et Borel P. 2007. Effect of the main dietary antioxidants carotenoids, γ -tocopherol, polyphenols, and vitamin C on α -tocopherol absorption. *Eur. J. Clin. Nutr.*, 61: 1167–1173.

Rezaire A. 2012. Activité anti-oxydante, et caractérisation phénolique du fruit de palmier amazonien *Oenocarpus bataua* (patawa). Thèse de doctorat en Phytochimie. Université des Antilles et de la Guyane. P 46.

Roehlley Y. 2000. La fabrication de l'huile d'olive, une étude bibliographique. ESAT/CNEARC, Montpellier. p23.

Rolland Y. 2004. Antioxydants naturels végétaux. *OCL*. 11.(6) : 419-424.

Ryan D. et Robards K. 1998. Phenolics compounds in olives. *Analyst*, 123:41-44.

S

Salvador M.D., Aranda F., Gomez Alonso S., et Fregapane G. 2000. Quality characterization of Virgin Olive Oil. *Oil Chem.* V1.PP.31-38.

Références bibliographiques

Sanchez Casas J.J., De Miguel Gordillo C. et Marin Exposito J. 1999. La qualité de l'huile d'olive provenant de variétés en Estrémadure en fonction de la composition et la maturation de l'olive. *Olivae*, 75 : 31-6.

Samaniego-Sánchez C., Troncoso-González A.M., García-Parrilla M.C., Quesada-Grandos J.J., LópezGarcia de la Serrana H. et LópezMartínez M.C. 2007. Different radical scavenging tests in virgin olive oil and their relation to the total phenol content. *Anal. Chim. Acta*, 593 : 103-107.

Servili M., Selvaggini R., Esposito S., Taticchi A., Montedoro G. et Morozzi G. 2004. Health and sensory properties of virgin olive oil hydrophilic phenols: agronomic and technological aspects of production that affect their occurrence in the oil. *Journal of Chromatography A*, 1054:113-127.

Singleton V.I., Othofer R. et Lamuela-Raventos R. M. 1999. Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of Folin-Ciocalteu reagent. *Methods in enzymology*, 299:152-178.

T

Tanouti K., Serghini-Caid H., Chaieb E., Benali A., Harkous M. et Elamrani A. 2011. Amélioration qualitative d'huiles d'olive produites dans le Maroc oriental. *les technologies de laboratoire*, 06, 22.

Tasioula-Margari M. et Okogeri O. 2001. *Journal of Food Science*, 66 (4):530-534.

U

Uceda M. et Frías L. 1975. Épocas de recolección. Evolución del contenido graso del fruto y de la composición y calidad del aceite, in: IOOC, ed. Proceedings of II Seminario Oleícola Internacional. Córdoba, Spain.

Uceda M., Herrera Aguilera M^a Paz. et Mazzucchelli I. 2010. Manual de cata y maridaje del aceite de oliva. 1^a edición : Septiembre de 2010. Editorial Almuzara, S.L.

Références bibliographiques

Ucella N., Casuscelli F., De Nino A., Gallo FR., Procopio A. et Romeo G. 1994. Olea *Europea* L. biophenols. Applications of modern analytical methodologies. *Research and Innovation in Agrifood Industry*, 1: 178–191.

UICPA (Union internationale de chimie pure appliquée) (1979). Méthodes d'analyse de la matière grasse et dérivés, 53, 3, 324-329.

γ

Vican P. 2006. L'huile d'olive. Histoire-variété et origine- vertus thérapeutique et recette. Ed. Anagramme. Rue des ponts. pp 192.

Vichi S., Pizzale L., Conte L., Buxaderas S. et Lopez-Tamames E. 2003. Solid-phase Microextraction in the analysis of virgin olive oil volatile fraction: modifications induced by Oxidation and suitable markers of oxidative status. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 65: 64-6571.

Visioli F. et Galli C. 1998. The effect of minor constituents of olive oil on cardiovascular disease: new findings. *Nutrition Rev*, 56: 142– 147.

Vuorela S. 2005. Analysis, isolation, and bioactivities of rapeseed phenolics.

Z

Zarrouk W., Baccouri B., Taamalli W., Trigui A., Daoud D. et Zarrouk M., 2009. Oil fatty acid composition of eighteen Mediterranean olive varieties cultivated under the arid conditions of Boughrara (Southern Tunisia). *Grasas y aceites*, 60 (5): 498-506.

Annexes

Annexe I

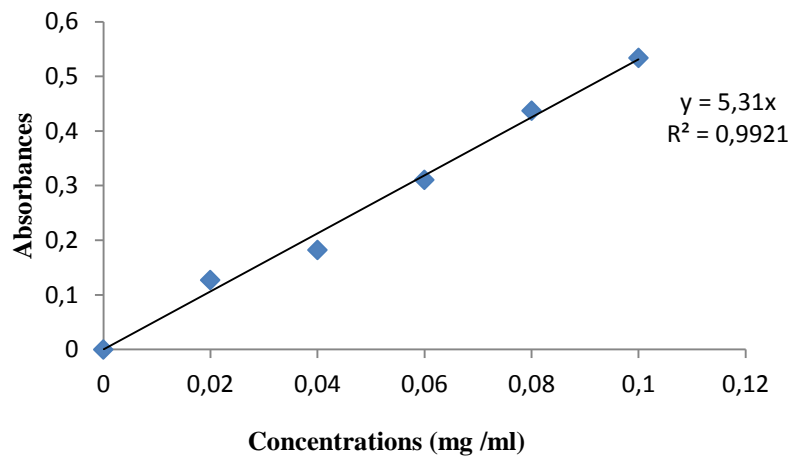


Figure 1: Courbe d'étalonnage des polyphénols avec l'acide gallique.

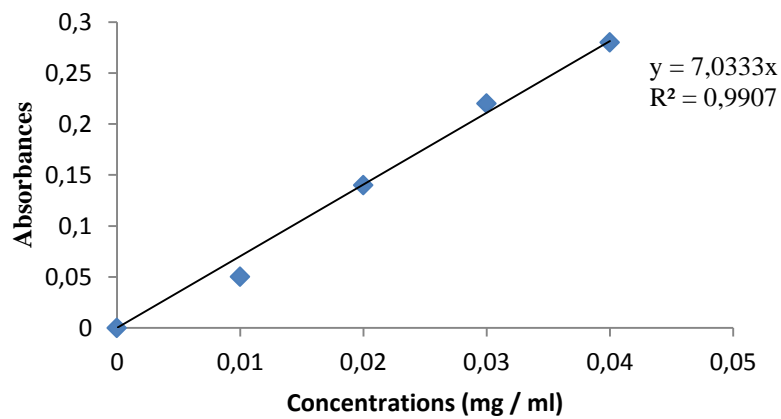


Figure 2: Courbe d'étalonnage des *Ortho*-diphénols avec l'acide caféique.

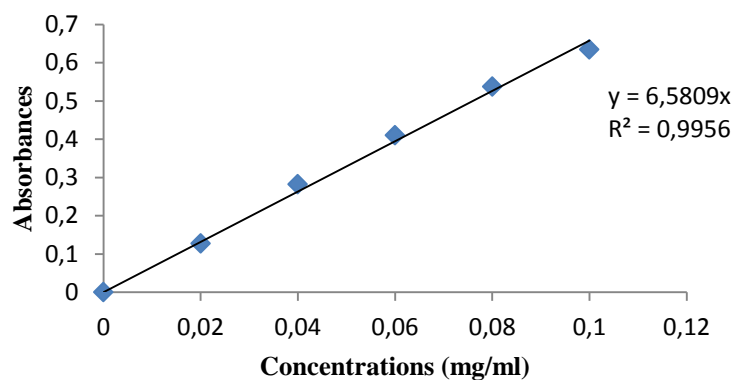


Figure 3 : Courbe d'étalonnage de pouvoir réducteur avec l'acide gallique.

Résumé

Sous l'optique des résultats obtenus dans la présente étude, nous avons soulevé les points suivants : nos huiles peuvent être classées dans la catégorie des huiles d'olives extra vierge suivant les résultats des indices de qualité qui répondent aux normes fixées par le COI (2015). La variété *Farkani* révèle des teneurs importantes en polyphénols et en *Ortho*-diphénols par rapport aux autres variétés. En outre, la même variété a montré un fort pouvoir antioxydant évalué par deux méthodes (pouvoir réducteur et test au DPPH). Par conséquent l'huile de la variété *Farkani* peut résister mieux aux phénomènes d'oxydation au cours de son stockage. Le présent travail a montré aussi l'influence de la variété sur les propriétés physicochimiques et antioxydantes des huiles d'olives des huit variétés étudiées. D'autres travaux plus poussés sont à envisager afin de compléter cette étude.

Mots clés : Huile d'olive, variétés, qualité, physicochimie, DPPH, polyphénols

Abstract

From the results obtained in this study, we have drawn the following points: our oils can be classified in the category of extra-virgin olive oils according to the results of quality indicators which are in the accordance with the standards IOC (2015). *Farkani* variety reveals significant levels of phenols and *Ortho*-diphenols compounds compared to other varieties. In addition, the same variety has shown strong antioxidant assessed by two methods (reducing power and DPPH test). Therefore, *Farkani* oil variety can resist during storage in comparison with other oil samples. This work also showed the influence of the variety on the physicochemical and antioxidant properties of the eight olive oils studied. Other more work should be considered in order to complete this study.

Keywords: olive oil, varieties, quality, physicochemical, DPPH, phenols.