

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université ABDERRAHMANE MIRA - Bejaia
Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département des Sciences Alimentaires

Mémoire

EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE MAGISTER

Filière : Sciences Alimentaires **Option :** Alimentation et Technologie Alimentaire

Présenté par

M^{elle} ZEGANE Ouassila

Thème

**Dégommage enzymatique et
caractérisation physico-chimique :
application aux huiles de soja et d'olive**

Soutenu publiquement le 18/10/2015 devant le jury composé de :

M ^f ZAIDI Farid	Professeur	Univ. de Bejaia	Président
M ^{elle} LOUAILECHE Hayette	Professeur	Univ. de Bejaia	Rapporteur
M ^{me} ZEBBOUDJ Aicha	Professeur	Univ. de Bejaia	Examinatrice
M ^{me} AIT BRAHAM Lila	M.C.A.	Univ. de Bejaia	Examinatrice

Année universitaire : 2015/2016

Remerciements

En préambule à ce mémoire, j'adresse mes remerciements les plus sincères tout d'abord au « Bon Dieu » le Tout Puissant qui m'a donné santé, courage et volonté pour mener à terme ce modeste travail.

Mes remerciements les plus vifs s'adressent au Professeur LOUAILECHE, qui m'a accordé l'honneur de diriger ce travail et de m'avoir accueilli dans son laboratoire. La qualité de son encadrement, son exactitude et ses conseils me seront toujours précieux.

J'exprime mes remerciements à Monsieur le Professeur Zaidi Farid d'avoir accepté de présider le jury, d'examiner ce mémoire, à Madame le Professeur Zebboudj Aicha, et à Madame le Docteur Ait Braham Lila, pour avoir accepté d'évaluer ce travail. Qu'ils trouvent dans ces phrases l'expression de mon profond respect.

Je suis particulièrement reconnaissante à madame Keceri S et les membres du laboratoire Recherche et Développement de *Cevital* (Messieurs Hadjal S, Alliane K et Tidjet B) pour leur aide; je les remercie pour leur gentillesse, leur sympathies et leurs conseils.

Ces remerciements ne seraient pas complets si n'apparaissait pas tous les membres du laboratoire de Biochimie Alimentaire que j'ai eu l'occasion de côtoyer durant mon travail et qui contribuent, par leur bonne humeur, à créer un cadre de travail agréable.

Que celles et ceux, qui par leurs actions, leurs témoignages et leurs concessions ont contribué à la réalisation de ce travail, trouvent ici le témoignage de ma reconnaissance.

Dédicaces

Qu'il me soit permis à travers ce modeste mémoire d'exprimer ma plus profonde reconnaissance :

A la mémoire de ma chère grand-mère, que la clémence de Dieu soit sur elle.

Je ne remercierais jamais assez ma très chère Nana Zahwa pour tout ce qu'elle a fait pour me soutenir tout au long de ma vie estudiantine.

Je ne remercierais jamais assez mes très chers parents, symboles de courage, de patience et de tendresse. Je vous aime beaucoup «Yemma et Vava». Je ne saurais vous rendre le centième de ce que vous m'avez donné. Que Dieu vous garde de tout malheur et vous donne longue vie

*Je ne saurais jamais vous remercier assez, mes chères sœurs : Souhila, Karima, Chahrazed ,
Ourda, Lynda, Sabrina et Sarah)*

*Sans oublier mon cher mari Lekhel pour sa présence si précieuse, mes oncles (Dada Lyazid, Dada Marzouk, Dada Salem), mes tentes, mes cousines et cousins et, ainsi à toute la famille
Aloui.*

Mes meilleures amies : Lila, Fatiha, Hannane qui m'écoutent, me comprennent, me font rire, merci pour la bonne humeur qui vous anime et que vous distribuez largement autour de vous

Sans oublier mes collègues de post graduation

Sommaire

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

1. L'huile d'olive

Introduction 1

Synthèse bibliographique

I. L'olive.....	4
II. L'Huile d'olive	4
II.1. Composition de l'huile d'olive	4
II.1.1. Triglycérides	4
II.1.2. Acides gras	5
II.1.3. Stérols	5
II.1.4. Hydrocarbures	5
II.1.5. Pigments	7
II.1.5.1. Chlorophylles.....	7
II.1.5.2. Caroténoïdes	8
II.1.6. Composés phénoliques	9
II.1.7. Composés aromatiques	9
II.1.8. Tocophérols	10
II.2. Qualité de l'huile d'olive	12
II.3. Intérêts nutritionnels et thérapeutiques de l'huile d'olive	13

Partie expérimentale

I. Matériel et méthodes.....	16
I.1. Échantillonnage.....	16
I.2. Détermination des indices de qualité de l'huile d'olive.....	16
I.2.1. Acidité.....	16
I.2.2. Indice de peroxyde	18
I.2.3. Absorbance dans l'ultraviolet	18
I.3. Dosage des pigments.....	18
I.4. Composition en acides gras des huiles.....	19
I.4.1. Préparation des esters méthyliques	19
I.4.2. Dosage qualitatif et quantitatif.....	19
I.5. Détermination de l'indice d'amertume	19

I.6. Stabilité oxydative utilisant le Rancimat	20
I.7. Préparation des extraits	20
I.8. Dosage des composés phénoliques	20
I.8.1. Dosage des polyphénols totaux.....	20
I.8.2. Dosage des <i>ortho</i> -diphénols.....	21
I.9. L'activité antioxydante des extraits d'huiles	21
I.9.1. Activité anti-radicalaire	21
I.9.2. Pouvoir réducteur.....	22
I.9.3. Inhibition du peroxyde d'hydrogène.....	22
I.9.4. Activité chélatrice de fer	22
I.9.5. Inhibition de l'oxydation du β -carotène.....	23
I.10. Analyse statistique	23
II. Résultats et discussion	24
II.1. Indices de qualité de l'huile d'olive	24
II.1.1. Acidité	24
II.1.2. Indice de peroxyde.....	25
II.1.3. Absorbance dans l'ultraviolet.....	26
II.2. Composition en acides gras	28
II.3. Pigments	32
II.3.1. Chlorophylles.....	32
II.3.2. Caroténoïdes	34
II.4. Indice d'amertume	36
II.5. Stabilité oxydative des huiles	37
II.6. Teneur en composés phénoliques	40
II.6.1. Polyphénols totaux	40
II.6.2. <i>Ortho</i> -diphénols.....	43
II.7. Activité antioxydante des huiles	44
II.7.1. Activité de piégeage du radical DPPH°	44
II.7.2. Pouvoir réducteur.....	47
II.7.3. Inhibition du peroxyde d'hydrogène.....	47
II.7.4. Activité chélatrice de Fer	49
II.7.5. Inhibition de l'oxydation de β -carotène.....	50
II.8. Classification Hiérarchique Ascendante.....	52
Conclusion.....	55

2. L'huile de soja

Introduction	60
I. Généralités sur l'huile de soja.....	61
I.1. Composition.....	61
I.2. Différents types des phospholipides	62
II. Raffinage des huiles végétales.....	62
II.1. But du raffinage	62
II.2. Procédés de raffinage.....	63
II.2.1. Raffinage chimique.....	63
II.2.2. Raffinage enzymatique	64
III. La lécitase Ultra®	65
III.1. Caractéristiques de la lécitase Ultra®	65
III.2. Dégommage enzymatique par la Lécitase Ultra®	66
Partie expérimentale	
I. Matériel et méthodes.....	68
I.1. Caractéristiques de l'huile brute	68
I.2. Caractéristiques de l'enzyme utilisée.....	68
I.3. Dégommage enzymatique à l'échelle laboratoire.....	68
I.4. Suivi du dégomme enzymatique	69
II. Résultats et discussion	70
II.1. Construction du plan expérimental.....	70
II.2. Détermination et validation expérimentale des conditions optimales	74
Conclusion.....	76
Références bibliographiques	78
Annexes	97

Liste des abréviations

AGI : Acides Gras Insaturés.

ANOVA : Analyse de la variance (Analysis Of Variance).

CEE : Communauté Économique Européenne.

DPPH : 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl

EAC : Equivalent acide cafféique

EAG : Equivalent acide gallique

ITDAS : Institut Technique de l'Agriculture Saharienne.

ITAFV : Institue technique d'arboriculture et de vigne.

M.A : ministère de l'agriculture

LSD : Least Significant Difference

PPO : Polyphénol oxydase

ROS : Reactive oxygen species

rpm : Rotation par minute

3, 4-DHPEA-EDA : Oleuropein aglycon.

3, 4-DHPEA : Hydroxytyrosol.

Liste des figures

Figure 1: Structure des phytosterols majeurs de l'huile d'olive.....	06
Figure 2: Structure des Chlorophylles a et b	07
Figure 3: Structures de quelques caroténoïdes de l'huile d'olive	08
Figure 4: Structure des tocophérols.....	12
Figure 5 : Acidité oléique des huiles	25
Figure 6 : Indice de peroxyde des huiles	26
Figure 7: Extinction spécifique dans l'UV à 232 nm des huiles	27
Figure 8: Extinction spécifique dans l'UV à 270nm des huiles.	28
Figure 9 : Teneur en chlorophylles des d'huiles	34
Figure 10 : Teneur en caroténoïdes des échantillons d'huiles	35
Figure 11: Indice d'amertume des huiles.	37
Figure 12 : Temps d'induction (h) des d'huiles	38
Figure 13: Teneurs en polyphénols totaux des d'huiles.	41
Figure 14: Teneurs en <i>ortho</i> -diphénols des huiles	44
Figure 15: Activité anti-radicalaire des extraits d'huiles (%)	45
Figure 16: Activité anti-radicalaire des extraits d'huiles en EAG/kg	46
Figure 17: Pouvoir réducteur des extraits d'huiles	48
Figure 18: Inhibition du peroxyde d'hydrogène des extraits d'huiles.....	48
Figure 19: Activité chélatrice de Fer des extraits d'huiles	50
Figure20: Inhibition de la dégradation du β -carotène par les extraits d'huiles	51
Figure 21: Classification Hiérarchique Ascandente des huiles	52
Figure 22: Structure moléculaire des phospholipides retrouvés dans le soja	62
Figure 23: Diagramme d'un processus type de dégomme enzymatique	66
Figure 24: conversion du phosphatide non hydraté en phosphatide hydraté par la lecitase Ultra [®]	67
Figure 25: Plan de Box-Behnken pour trois facteurs	71
Figure 26 : Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prédites pour les teneurs en phosphore résiduel.....	72

Liste des tableaux

Tableau I : Composition en acides gras de l'huile d'olive.....	07
Tableau II : Structures des composés phénoliques identifiés dans l'huile d'olive	11
Tableau III :Différentes catégories d'huile d'olive et leurs critères de qualité	14
Tableau IV :Caractéristiques et les provenances des variétés d'olives.....	17
Tableau V :Composition en acide gras des échantillons d'huiles.....	31
Tableau VI :Distances euclidiennes entre les d'huiles	53
Tableau VII :Composition typique de l'huile de soja brute et raffinée.	61
Tableau VIII : Matrice du modèle de Box-Benken (en valeurs codées et réelles des des troisfacteurs) et les valeurs expérimentales et prédites des trois niveaux des troisfacteurs du plan d'expérience pour l'huile de soja	71
Tableau IX : Conditions optimales et les conditions habituelles du dégomme enzymatique	74
Tableau X : teneurs en phosphore des huiles dégommees obtenus en essayant les paramètres optimaux.....	75

1. L'huile d'olive

Introduction

L'huile d'olive est dotée des propriétés bénéfiques pour la santé qui est la raison principale de sa forte appréciation par le consommateur. Ainsi, l'huile d'olive est le symbole d'une tendance alimentaire actuelle : une cuisine naturelle, qui se traduit aussi par l'essor des produits «bio». De plus, elle relie la tradition et la modernité tout en bénéficiant d'une promotion dans les domaines de la diététique et de la santé (Henry, 2003). L'huile d'olive représente la source typique des lipides du 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, 1996). L'huile d'olive est extraite directement à partir des olives par des procédés mécaniques (Perrin, 1992) ; elle conserve un grand nombre de ses substances antioxydantes, qui lui confèrent une valeur nutritionnelle importante (Jacotot, 1996 ; Ollivier *et al.*, 2004). Des études confirment le rôle incontestable de la consommation régulière de l'huile d'olive dans la réduction du risque des cancers et des maladies chroniques (Cicerale *et al.*, 2009). De même, une étude espagnole a révélé que la consommation de l'huile d'olive est inversement associé à l'obésité et à l'hypercholestérolémie (Sanchez-Taina *et al.*, 2008).

La production d'huile d'olive est d'une importance primordiale pour l'économie rurale, pour le patrimoine local et pour l'environnement (De Iacroux, 2003). A l'échelle mondiale, les oliveries couvrent environs 8,7 millions d'hectares, elles comportent plus de 750 millions d'oliviers et se concentrent dans 33 pays. Le bassin méditerranéen détient 97% de ces vergers. La production de l'union européenne représente 73% de la production mondiale.

L'Algérie fait partie des pays du pourtour méditerranéen dont le climat est propice à la culture de l'olivier. L'oléiculture algérienne se relève peu à peu mais elle reste cependant marginale. L'Algérie est le 9^{ème} pays producteur mondial d'huile d'olive avec une production estimée à 44 000 Tonnes. Au niveau national, la surface oléicole actuelle de l'Algérie est de 234 177 ha (24% de la surface agricole utilisée et 33% de la surface arboricole), avec 20500000 arbres, dont plus de 16 millions en production, elles sont répartis notamment sur les zones Est et Centre-Est du pays, en particulier Bejaïa, Tizi-Ouzou, Bouira, Bordj-Bouariridj, Sétif et Jijel, qui représentent 69% de la superficie de l'oléiculture (M.A, 2015).

Face au développement de l'oléiculture qui, à notre époque, a traversé la méditerranée vers des terres lointaines (Chili, Afrique du Sud, Argentine, Australie,...) qui tend à se confirmer sur le marché mondial, l'Algérie opte pour une expansion vers le Sud du pays. Un programme d'intensification de l'oléiculture a été lancé en 2004, sous un objectif de la préservation des ressources naturelles car à ne pas négliger la fragilité de ces écosystèmes qui subissent des actions de dégradation causées par les différents types d'érosions mécanique, pluviale et éolienne. Ce programme d'intensification de l'oléiculture concerne quinze wilayas situées

dans les régions steppiques, présahariennes et sahariennes. L'introduction ou la réinstallation de la culture de l'olivier dans ces zones steppiques et présahariennes a démontré son adaptabilité aux conditions pédoclimatiques de ces régions. De même, l'introduction de nouvelles variétés est une stratégie très utilisée dans les pays méditerranéens, car elle permet d'abrèger les phases préliminaires de la sélection de nouvelles variétés intéressante (Keciri et Sebai, 2014). Dans la présente étude, une caractérisation préliminaire a été initiée d'une variété italienne (Frantoio), qui est nouvellement introduite sur le site El outaya de Biskra. De même, plusieurs variétés d'olives ont été cultivées au niveau de la wilaya de Biskra sur le site El Outaya où un verger d'olivier est cultivé pour le projet intitulé «Création d'un verger pilote pour le développement de l'oléiculture au niveau de la zone saharienne», cette initiative est une collaboration entre l'Institut Technique de l'Arboriculture Fruitière et de la vigne et l'Institut Technique de l'Agriculture Saharienne.

L'objectif de ce travail est la caractérisation de la variété Chemlal, variété qui occupe environ 40% des vergers oléicoles en Algérie (Mendil et Sebai, 2006 ; Haddadi et Yakoub-Bougda, 2010). Les huiles de cette variété proviennent de quatre régions (Bouira, Biskra, Oran et Skikda) ; quelques huiles des variétés cultivées à Biskra ont été également analysées.

La partie bibliographique de ce travail est consacrée à une synthèse aborde des généralités sur l'huile d'olive qui concerne la qualité, la composition chimique et les intérêts nutritionnels.

La partie expérimentale est consacrée à la détermination des indices de qualité, la composition en acides gras, le dosage des composés phénoliques, la détermination des teneurs en chlorophylles et caroténoïdes, l'estimation de la stabilité oxydative ainsi que l'évaluation de l'activité antioxydante des extraits méthanoliques de ces huiles.

Synthèse bibliographique

I. L'olive

L'olive est une drupe de la forme ovoïde. Ce fruit comprend un épicarpe et un endocarpe, et pèse de 2 à 12 g. Le péricarpe et le mésocarpe représentent 65% du poids total du fruit. La composition chimique moyenne de l'olive est : l'eau (50%) ; les protéines (1,6%). De plus, l'olive renferme une quantité considérable en triglycérides (22%) ; les glucides (19%) ; la cellulose (5,8%) ; les sels minéraux (1,5%). D'autres constituants sont présents en quantités moins importants sont : les pectines, les acides organiques, les pigments et les composés phénoliques glycosidés (Boskou, 2006).

II. L'huile d'olive

On désigne par « l'huile d'olive vierge », toute huile extraite du fruit de l'olivier (*Olea europaea L.*) obtenue uniquement par des procédés mécaniques ou autres procédés physiques et dans des conditions, notamment thermiques, n'entraînant pas d'altération de l'huile. L'huile d'olive vierge ne doit avoir subi aucun autre traitement que le lavage, la centrifugation, la filtration et la décantation (COI, 2003, Annexe : 07).

II.1. Composition de l'huile d'olive

L'huile d'olive comprend une fraction saponifiable constituée d'acides gras et de leurs dérivés, et une fraction insaponifiable qui est représentée par les stérols, les alcools aliphatiques, les pigments, les hydrocarbures, les composés aromatiques, les tocophérols et les composés phénoliques (Berra, 1998).

II.1.1. Triglycérides

Les triglycérides constituent les principaux composants de l'huile d'olive. Cette dernière compte une vingtaine de ces composés, dont la trioléine « OOO » (40 à 60 % de triglycérides totaux), la dioléopalmitine « POO » (10 à 20 %), la dioléolinoléine « OOL » (10 à 20 %), la palmitooléolinoléine « POL » (5 à 7 %) et la dioléostéarine « SOO » (3 à 7 %) ; les diacylglycérides ne représentent qu'environ 1 à 2,8 % (Boskou *et al.* 2006).

Les travaux d'Abaza *et al.* (2002) ont montré une grande variabilité de la fraction triglycéridique pour quelques variétés tunisiennes. En effet, la teneur en trilinoléine (LLL) varie en fonction des variétés examinées ; elle est supérieure à 51 % pour la variété *Sayali*, et varie entre 31,91 et 36,41% pour les variétés Chemchali, Chétoui et Oueslati mais ne dépasse pas 25% pour les variétés Zalmati, Gerboui et Chemlali.

II.1.2. Acides gras

La variabilité des teneurs en acides gras est relativement importante. Mais, en moyenne, l'huile d'olive vierge est composée de 14% d'acides gras saturés (AGS), 72% d'acides gras mono-insaturés (AGMI) et 14% d'acides gras polyinsaturés (AGPI) (Harwood, 2000). Sur l'ensemble de 73 de variétés d'olive les plus répandues dans le monde, leurs huiles présentent des profils en acides gras caractérisés par une abondance de l'acide oléique (56,12% à 78,34 %), des teneurs modérées en acide gras poly insaturés notamment l'acide linoléique (4,44 à 13,44%) et l'acide palmitique (8,49 à 16,46 %) (Vossen *et al.*, 2013). D'autres acides gras sont présents en faible quantité : les acides stéarique, linoléique, palmitoléique et arachidique (Allalout *et al.*, 2009). L'acide oléique présent en grande quantité distingue l'huile d'olive des autres huiles alimentaires (Visioli et Galli, 1998).

La composition en acides gras, permet de faire une distinction entre les variétés (Caselli *et al.*, 1993; Torres et Meastri, 2006). Un rythme de la biosynthèse est spécifiquement exprimé dans les variétés (El Antari *et al.*, 2003).

II.1.3. Stérols

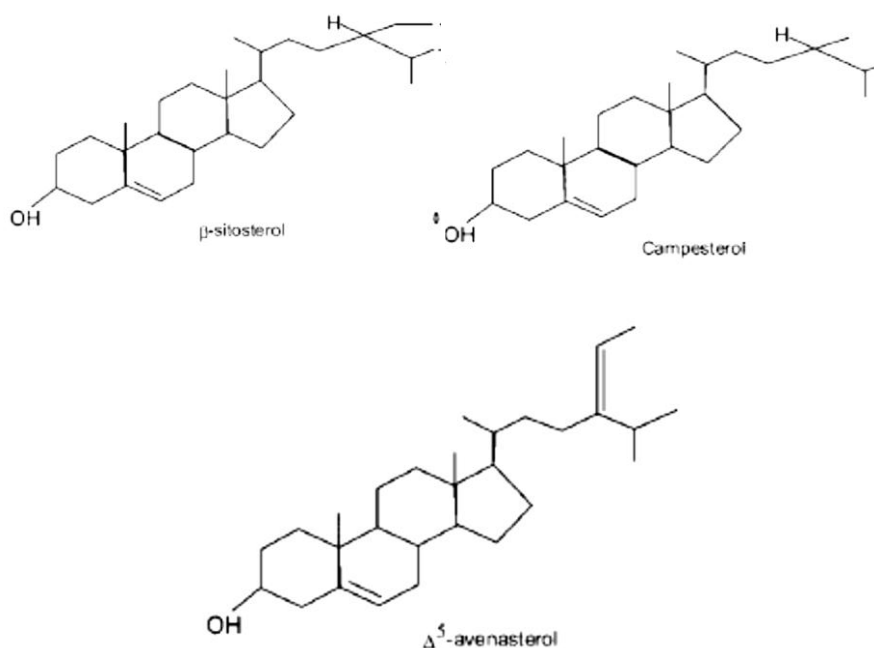
Les stérols représentent les constituants majeurs de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive (León-Camacho *et al.*, 2013). La structure des stérols se caractérise par la présence d'un squelette de tetracyclique de cyclopenta[a] phénanthréne lié a une longue chaine latérale à 17 atomes de carbone (Piironen *et al.*, 2000). La quantité totale en stérols dans l'huile d'olive extra vierge varie de 1,13 à 2,65 mg/kg et se présentent dans l'huile d'olive sous formes libres et estérifiées aux acides gras (Manai-Djebali *et al.*, 2012). La composition et la teneur en stérols servent à indiquer le type et l'authenticité de l'huile d'olive (Angerosa *et al.*, 2004 ; Apparicio et García-González, 2013). Le β -sitostérol est le principal stérol de l'huile d'olive (75 a 90% des stérols totaux) ; d'autres stérols sont présents à l'état de traces (cholestérol, Δ -7-stigmastérol, Δ -7-avenastérol et campestanol) (Boskou *et al.*, 2006). Les stérols sont des composés importants pour la stabilité de l'huile ; ils agissent comme inhibiteurs des réactions de polymérisation à température élevée.

II.1.4. Hydrocarbures

Le principal hydrocarbure de l'huile d'olive est le squalène (C₃₀H₅₀) ; c'est un terpène insaturé (isoprénoïde) dont le taux dans l'huile d'olive varie de 136 à 708 mg/100g (Owen *et al.*, 2000). Outre le squalène, l'huile d'olive contient d'autres hydrocarbures dont le β -carotène, etc. (Garcia Gonzalez *et al.*, 2008).

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

Acides gras	Symboles	Limites de variabilité (%)
Acide myristique	C14 : 0	≤ 0,05
Acide palmitique	C16 : 0	7,5 – 20,0
Acide palmitoléique	C16 : 1	0,3 – 3,5
Acide heptadécanoïque	C17 : 0	≤ 0,3
Acide heptadécénoïque	C17 : 1	≤ 0,3
Acide stéarique	C18 : 0	0,5 – 5,0
Acide oléique	C18 : 1	55,0 – 83,0
Acide linoléique	C18 : 2	3,5 – 21,0
Acide linolénique	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

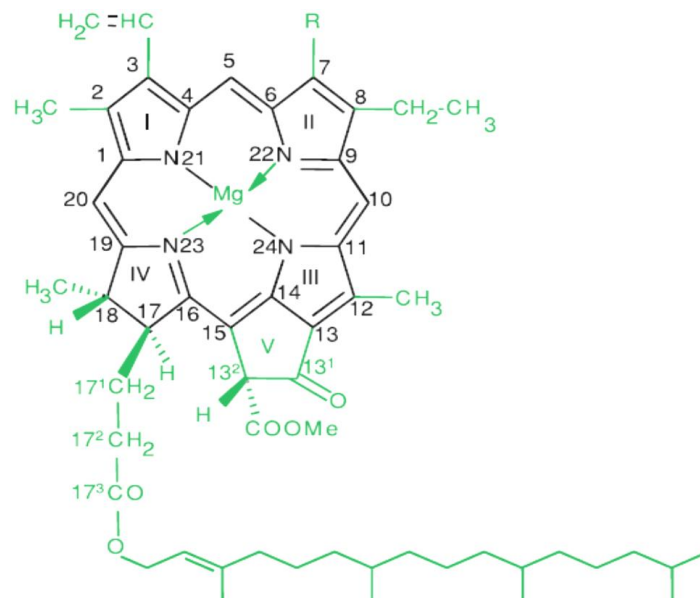
**Figure 1 : Structures des phytostérols majeurs de l'huile d'olive**(Ramírez-Tortosa *et al.*, 2006)

II.1.5. Pigments

La couleur de l'huile d'olive allant du vert-jaunâtre à l'or est essentiellement due aux chlorophylles et caroténoïdes présents dans le fruit (Psomiadou et Tsimidou, 2001). Ces composés sont considérés également importants pour la conservation de la qualité des huiles comestibles, vu qu'ils sont impliqués dans les mécanismes de l'auto-oxydation et de la photo-oxydation (Oueslati *et al.*, 2009). Roca et Minguez Mosquera (2001) et Giuffrida *et al.* (2006) ont révélé des variations pour les teneurs en caroténoïdes et en chlorophylles selon le cultivar.

II.1.5.1. Chlorophylles

La chlorophylle est une chlorine (noyau aromatique hétérocyclique) chélatant un atome de magnésium au centre ainsi qu'un alcool à longue chaîne : le phytol. C'est la présence dans sa structure de nombreuses doubles liaisons conjuguées et une chaîne latérale variable qui entraîne une modification du spectre d'absorption entre les différentes familles de chlorophylles (Gandul-Rojas *et al.*, 2013). Son contenu dans l'huile d'olive s'étend entre 1 et 20 ppm (Boskou, 1996). Ces pigments sont dotés d'un pouvoir photo-sensibilisateur impliqué dans la production de l'oxygène singulet. Cette espèce d'oxygène excité, étant plus réactive envers les acides gras insaturés que l'oxygène à l'état fondamental, dissout dans l'huile, aboutit à la formation d'hydroperoxydes (Ben Tekaya et Hassouna, 2005).



R = CH₃ : chlorophylle *a* ; R = CHO : Chlorophylle *b*

Figure 2 : Structure de la chlorophylle (Gandul-Rojas *et al.*, 2013)

II.1.5.2. Caroténoïdes

Les caroténoïdes sont une grande famille de composés isoprénoïdes de couleur jaune, orange à rouge foncé. Ce sont des composés à longue chaîne (tétraterpènes) qui incluent les carotènes contenant seulement du carbone et de l'hydrogène (α - et β -carotènes) et les xanthophylles (lutéine, zéaxanthine) qui comportent au moins un atome d'oxygène (Kiokias, 2004). Leur structure peut être acyclique, comme elle peut présenter un ou deux cycles (Lee *et al.*, 2004).

L'huile d'olive vierge présente des teneurs variables en caroténoïdes (1 à 100 ppm), avec une prédominance de la lutéine et du β -carotène (Lucas *et al.*, 2005). Le rapport entre ces deux principaux caroténoïdes de l'huile d'olive est étroitement dépendant de la variété (Nieves-Criado *et al.*, 2004). Ce sont des inhibiteurs de la photo-oxydation en désactivant l'oxygène singulet induit par les pigments chlorophylliens dans l'huile (Kiritsakis et Osman, 1995).

Des xanthophylles estérifiés par des acides gras confèrent aux huiles d'olive vierges la stabilité de leur couleur (Nieves-Criado *et al.*, 2004). Leur importance en tant que composants nutritionnels est également bien reconnue ; certains caroténoïdes sont des précurseurs de la vitamine A (Psomiadou et Tsimidou, 2002).

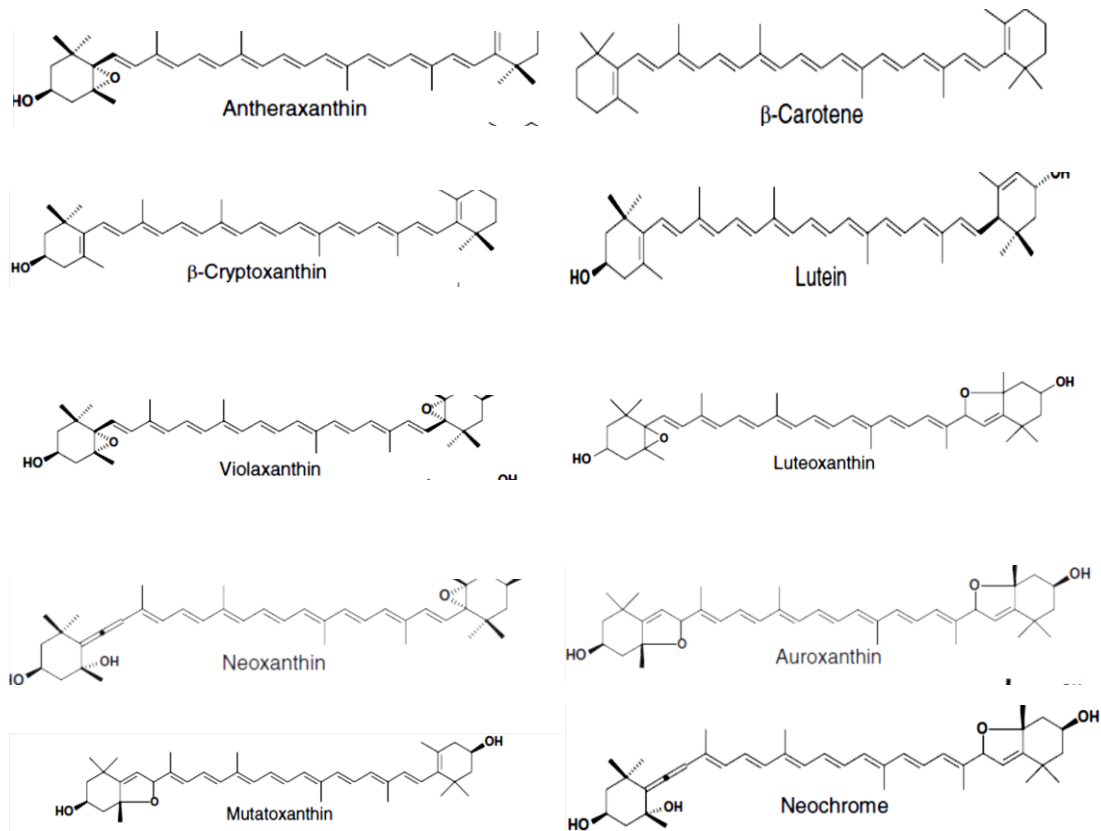


Figure 3 : Structures de quelques caroténoïdes de l'huile d'olive (Gandul-Rojas *et al.*, 2013).

II.1.6. Composés phénoliques

L'huile d'olive est quasiment la seule huile contenant des quantités notables de substances phénoliques naturelles (Boskou, 2006). Ces composés sont constitués d'un mélange d'acides phénoliques, alcools phénoliques, dérivés secoiridoides, lignanes, flavonoïdes et hydroxyisochromanes (Boskou, 2009). Les teneurs pour une huile d'olive oscillent généralement entre 75 et 700 mg/kg (Morello *et al.*, 2005 ; Issaoui *et al.*, 2007).

Les composés phénoliques sont responsables de la stabilité de l'huile à l'oxydation et lui confèrent de nombreuses vertus diététiques étant donné qu'ils constituent de puissants antioxydants (Owen *et al.*, 2000 ; Visioli *et al.*, 2002). En plus de l'activité antioxydante des polyphénols, il est bien connu que les composés phénoliques contribuent aux propriétés organoleptiques des huiles d'olive vierges qualifiées d'être amères, piquantes (Cerretani *et al.*, 2009 ; Esti *et al.*, 2009) et astringentes (Morales et Tsimidou, 2000).

Les polyphénols de l'huile d'olive dont l'hydroxytyrosol, l'acide caféique et la rutine sont dotés de propriétés anti-inflammatoires (Beauchamps *et al.*, 2005). L'hydroxytyrosol présente des actions anti-thrombotique et vaso-relaxante (Visioli et Galli, 1998 ; Servili *et al.*, 2004).

II.1.7. Composés aromatiques

L'arôme distinctif de l'huile d'olive vierge est attribué à un large nombre de composés de faible poids moléculaire, volatiles à température ambiante, développés durant et après l'extraction de l'huile de d'olive (Kiritsakis *et al.*, 1998; Vichi *et al.*, 2003). D'une manière générale, ce sont les enzymes endogènes du fruit d'olive qui élaborent les différents composés aromatiques par la voie de la lipoxigénase (LOX) où les acides gras polyinsaturés sont les précurseurs (Kalua *et al.*, 2007). Par ailleurs, les produits de conversion de certains acides aminés par des enzymes exogènes (activité microbienne) sont généralement associés à des perceptions non appréciées telle que la rancidité (Angerosa *et al.*, 1999).

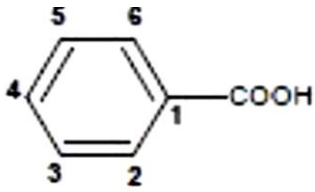
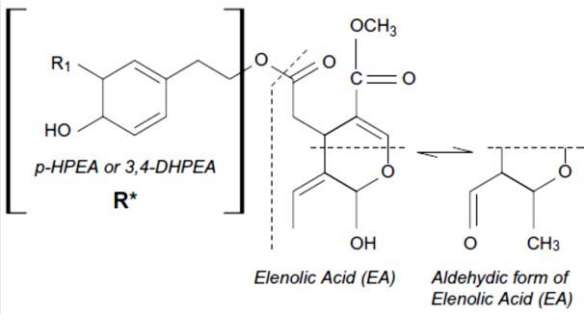
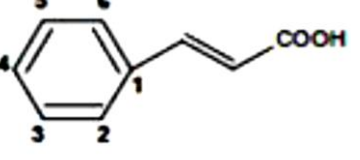
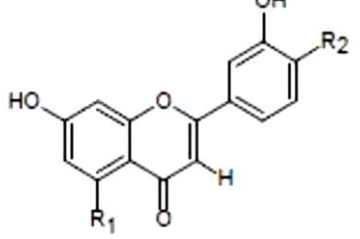
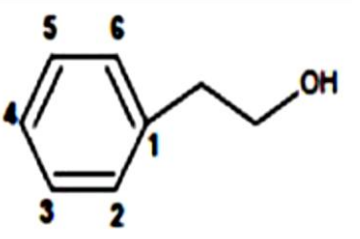
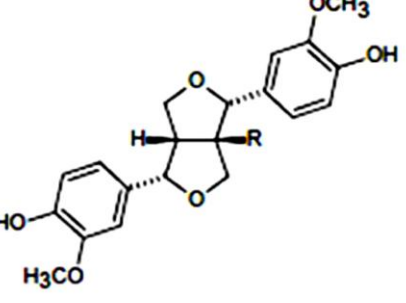
Plus de 120 composés volatils peuvent contribuer aux propriétés sensorielles positives ou négatives de l'huile d'olive ont été identifiés (Annexe 05). Plus de 70 composés contribuent au parfum et au goût particulier de l'huile d'olive. Ils sont répartis en aldéhydes, alcools, esters, hydrocarbures, cétones et furanes (Kalua *et al.*, 2007). La variété semble être un facteur déterminant de la qualité organoleptique, notamment de la composition en substances aromatiques ; cette composition présente un intérêt dans la caractérisation variétale de l'huile d'olive (Baccouri *et al.*, 2008 ; Kalua *et al.*, 2007). Selon Luna *et al.* (2006), les teneurs en composés volatils totaux, varient entre 9,83 et 35 ppm. 74% des variétés étudiées présentent

une teneur comprise entre 15 et 25 ppm. La plus grande valeur est enregistrée par la variété *Chemlal Algérienne* (35 ppm), suivie de *Nevado Azul* de l'Espagne (32,9 ppm).

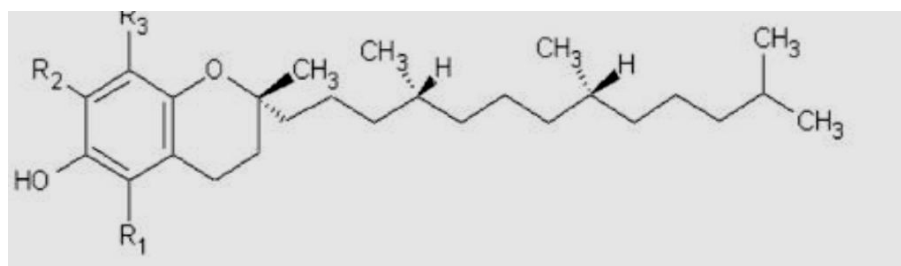
II.1.8. Tocophérols

On distingue quatre formes de tocophérols (α , β , γ et δ) qui diffèrent par le nombre et la position des groupements méthyles sur le noyau aromatique (Azzi et Stocker, 2000 ; Sayago *et al.*, 2007). Aparicio et Luna (2002) et Tura *et al.* (2007) indiquent que la teneur en tocophérols est étroitement liée à la variété. La teneur des huiles d'olive en tocophérols est très variable : quelques mg à 450 mg/kg (Gutierrez, 1999). L' α tocophérol représente 90% des tocophérols. Ces derniers agissent comme des inhibiteurs des radicaux libres en leur donnant des protons pour les rendre plus stables (Sayago *et al.*, 2007). Selon Douzane et Bellal (2005), le contenu en tocophérols peut être utilisé comme marqueur biochimique permettant l'identification variétale ; ces auteurs ont classé quatre variétés algériennes suivant leur taux en α -tocophérol : Azeraj > Aghenfas, >chemlal >Limli.

Tableau II : Structures des composés phénoliques identifiés dans l'huile d'olive (Segura-Carretero *et al.*, 2010)

Composé	Structure générale	Composé	Structure générale
Acides benzoïques Acide vanillique Acide syringique Acide gallique Acidehydroxybenzoïque		Secoiridoïdes Oleupéine aglycone Ligstroside aglycone Oleuropéine Forme dialdehydique de l'acide élénolique	
Acides cinnamiques Acide <i>p</i> -Coumarique Acide <i>o</i> -coumarique Acide cafféique		Flavonoïdes Apigénine Lutéoline	
Alcools phénoliques Hydroxytyrosol Tyrosol		Lignanes (+) -1 Acétoxypinoresinol (+)-Pinoresinol	

L' α -tocophérol est l'analogue ayant l'activité biologique la plus élevée, doté de la plus forte activité vitamine E dans l'huile d'olive (Grigoriadou *et al.*, 2007). C'est l'antioxydant lipidique majeur. Les tocophérols exercent en synergie avec d'autres composés phénoliques un effet antioxydant qui attribut à l'huile d'olive sa stabilité oxydative (Baldioli *et al.*, 1996 ; Kamal-Eldin et Appelakist, 1996 ; Carrasco Pancorbo *et al.*, 2004). En plus de leur activité antioxydante, les tocophérols ont été associés à des effets bénéfiques contre les maladies cardiovasculaires et les cancers (Assmann et Wahrburg, 2001)



α -tocopherol : R1:CH₃ ; R2:CH₃;R3:CH₃;
 γ -Tocopherol : R1: H ; R2 : CH₃ ; R3 :CH₃

β -Tocopherol : R1: CH₃ ; R2 : H ; R3 :CH₃
 δ - Tocopherol : R1: H ; R2 : H ; R3 :CH₃.

Figure 4 : structures des tocophérols (Ramírez-Tortosa *et al.*, 2006)

II.2. Qualité de l'huile d'olive

La qualité est définie comme étant « la combinaison des attributs ou des caractéristiques d'un produit qui ont une signification en déterminant le degré d'acceptabilité de ce produit par l'utilisateur " (Gould, 1992).

La qualité de l'huile d'olive vierge est tributaire de nombreux facteurs tel que le stade de maturation du fruit, les étapes successives de récolte, les conditions de stockage du fruit avant la trituration, le procédé technologique d'extraction et ces différentes variantes (température d'extraction, la durée de broyage et malaxage, type de centrifugation, ...) (Ranalli *et al.*, 2001 ; Skivin *et al.*, 2003 ; Inarejos-García *et al.*, 2009 ; Di Giovacchino, 2013). En effet, ce sont les caractères génétiques qui influent sur la résistance ou la sensibilité des olives aux maladies, aux ravageurs et aux aléas climatiques et qui déterminent aussi la qualité de l'huile (Torres et Maestri, 2006).

L'huile d'olive répond à certaines normes de base qui la différencient des autres huiles (Boskou, 1996). Les critères de sélection ou d'exclusion d'une huile dans une catégorie sont très nombreux vu la diversité des normes internationales qui régissent la qualité de l'huile d'olive (Barjol, 2013).

Diverses catégories d'huiles d'olives correspondant à une certaine qualité sont définies en fonction de l'acidité de l'huile, de son indice de peroxyde ainsi que d'autres critères chimiques et organoleptiques. En effet, les normes du Codex Alimentarius ont établi des critères complémentaires de qualité des différentes catégories d'huile d'olive. Elles incluent des limites suggérées pour les substances volatiles, les impuretés insolubles, les insaponifiables, la densité et l'indice de réfraction. Quant au règlement de la CEE (Communauté Économique Européenne), il est plus spécifique au sujet de l'évaluation sensorielle. Les différentes catégories d'huile d'olive ainsi que les limites des critères de qualité établies par le COI (2003) sont présentées dans le tableau III.

II.3. Intérêts nutritionnels et thérapeutiques de l'huile d'olive

L'huile d'olive est l'une des huiles les plus appréciées des consommateurs pour des raisons organoleptiques (riche en arômes et en saveurs), mais aussi pour des raisons de santé humaine (agent préventif de plusieurs maladies) (Pinelli *et al.*, 2003; Samaniego-Sanchez *et al.*, 2007). L'huile d'olive est riche en substances antioxydantes (polyphénols, caroténoïdes et tocophérols) impliquées dans la protection contre certaines maladies : certains cancers et des maladies cardiovasculaires et neuro-dégénératives (Alzheimer, Parkinson) (Servili *et al.*, 2009). Ces maladies sont liées aux espèces réactives de l'oxygène impliquées dans le stress oxydant ; syndrome au cours duquel les éléments pro-oxydants surpassent les capacités antioxydantes de l'organisme (Pincemail *et al.*, 2002 ; Manach *et al.*, 2003 ; Hennebelle *et al.*, 2004). Il en résulte un déséquilibre entre antioxydants et pro-oxydants en faveur de ces derniers (Favier, 2003). L'huile d'olive, de part sa richesse en acides gras mono-insaturés et principalement l'acide oléique, contribue à augmenter le taux des HDL et diminuer et empêcher l'oxydation des LDL, diminuant ainsi le risque d'athérosclérose et des maladies cardiovasculaires (Visioli *et al.*, 2002). La teneur élevée en acide oléique diminue le risque des cancers du sein, des ovaires, de l'estomac et du colon (Owen *et al.*, 2003).

L'intérêt nutritionnel du squalène, des stérols et des tocophérols réside dans leur potentiel à diminuer les concentrations plasmatiques du cholestérol total et des LDL (Sotiroudis et Kyrtopoulos, 2008).

Selon Giuffrida *et al.* (2006), les caroténoïdes sont considérés comme agents préventifs des maladies cardiovasculaires et réduisent les risques d'apparition des cancers. La lutéine et la zéaxanthine préviennent les pathologies dégénératives et la formation de la cataracte (Beltran *et al.*, 2005). Les composés phénoliques réduisent le risque des maladies coronariennes,

principalement les *ortho*-diphénols : hydroxytyrosol et oleuropéine aglycone (Visioli et Galli, 1998 ; Tuck et Hayball, 2002). Ils possèdent aussi une propriété antiathérogène en agissant comme inhibiteurs de l'oxydation des LDL (Caruso *et al.*, 2000; Oliveras-Lopez, 2007).

L'hydroxytyrosol, l'oleuropéine et ses aglycones ont une activité antimicrobienne contre *Haemophilus influenza*, *Salmonella typhi*, *Staphylococcus aureus*, etc. L'oleuropéine inhibe le développement de *Mycoplasma hominis*, *Mycoplasma fermentance* et *Mycoplasma pneumoniae* (Bisignano *et al.*, 1999 ; Furneri *et al.*, 2004). Aussi, l'étude menée par Romero *et al.* (2007) a montré une activité bactéricide des extraits de variétés d'huiles d'olive sur *Helicobacter pylori*, bactérie impliquée dans la maladie ulcéreuse gastroduodénale.

Tableau III: Différentes catégories d'huiles d'olive et leurs critères de qualité (COI, 2003)

Catégories d'huile d'olive	Acidité (%)	Indice de peroxyde (meq O ₂ /Kg)	Extinction spécifique dans l'UV			Caractéristiques* organoleptiques	
			270nm	ΔK*	232nm	*Médiane de défaut	Médiane du critère fruité
Huile d'olive vierge extra	≤ 0,8	≤ 20	≤ 0,22	≤0,01	≤ 2,5	Me = 0	Me > 0
Huile d'olive vierge fine	≤ 2,0	≤ 20	≤0,25	≤0,01	≤ 2,6	0<Me≤2,5	Me > 0
Huile d'olive Vierge courante	≤ 3,3	≤ 20	≤0,30	≤0,01	-	2,5<Me≤6	-
Huile d'olive Vierge lampante	>3,3	Non limité	-	-	-	Me > 6	-
Huile d'olive raffinée	≤0,3	≤ 5	≤1.10	≤0,16	-	-	-
Huile d'olive	≤ 1	≤15	≤0.90	≤0.15	-	-	-
Huile de grignon d'olive brute	Non limité	Non limité	-	-	-	-	-
Huile de grignon d'olive raffinée	≤0.3	≤5	≤2.00	≤0.20	-	-	-
Huile de grignon d'olive	≤1.0	≤15	≤1.70	≤0.18	-	-	-

ΔK : variation de l'extinction spécifique aux environs de 270nm

* : Annexe 05

Partie expérimentale

I. Matériel et Méthodes

I.1. Échantillonnage

➤ Les huiles de quatre variétés (*Chemlal*, Sigoise, Tableout et Frantoio) cultivées dans les mêmes conditions de climat et sol, sont choisies. Elles appartiennent au verger de l'Institut Technique de l'Agriculture Saharienne situé à Biskra sur le site expérimental d'El Outaya (ITDAS). Les variétés d'olive ont été récoltées pendant la campagne oléicole 2014/2015.

➤ L'huile de la variété *chemlal* est la plus abondante en Algérie ; elle occupe 40% des vergers oléicoles (Hadadi et Yakoub, 2010). Les échantillons de cette variété ont été fournis par des instituts techniques de l'arboriculture fruitière et vigne (I.T.A.F) de quatre wilayas : Biskra, Bouira, Oran et Skikda.

L'extraction des huiles est réalisée au niveau du laboratoire de la pépinière de l'I.T.A.F.V de Takerietz (Sidi Aich, Bejaia) au moyen d'un oléodoseur (Levi-Dilon-Lerogsame). Les échantillons d'huiles ont été conservés à 4°C dans des bouteilles en verre.

I.2. Détermination des indices de qualité des huiles d'olive

I.2.1. Acidité

L'acidité qui mesure le pourcentage en acides gras libres, est déterminée selon la méthode décrite dans le règlement CEE/2568/91 relatif aux caractéristiques des fruits d'olives et des huiles de grignons d'olive. Le principe de la méthode consiste en un titrage des acides gras libres présents par une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium. Un échantillon d'huile de 5 g est solubilisé dans 20 ml d'un mélange équi-volume d'oxyde diéthylique et d'éthanol 95 %. Le mélange est titré avec une solution d'hydroxyde de potassium à 0,1 N jusqu'au virage de l'indicateur coloré (phénolphtaléine 1%) vers le rose.

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

V: nombre de ml de la solution KOH nécessaire; N : normalité de la solution KOH; V₀: nombre de ml de la solution KOH à blanc; m : prise d'essai en grammes; P : poids moléculaire adopté pour l'expression de l'acidité avec PM acide oléique=282.

Tableau IV : Caractéristiques et origines de quelques variétés d'olives (Mendil et Sebai, 2006)

Variété*	Provenance de l'échantillon	Rendement l'huile (%)	Répartition géographique	Caractéristiques
Chemlal	Bouira : Mchedala Biskra : ElOutaya Skikda : Emjed Chache Oran : Ain Bedda	18 à 22	La vallée de la Soumam	Variété à l'huile ; fruit à poids faible, de forme allongée, au sommet pointu et à base tronquée, asymétrique
Tableout	Wilaya : Biskra Commune : El Outaya	20 à 24	Zone montagneuse de Nord Béjaia	Variété utilisé pour l'huile ; fruit à poids moyen, de forme allongée, au sommet pointu et à base tronquée, légère asymétrie
Sigoise	Wilaya : Biskra Commune : El Outaya	18 à 22	Plane de Sig (Mascara)	Variété à double utilisation : fruit à poids moyen, asymétrique de forme allongée, au sommet pointu et à base arrondie.
Frantoio	Wilaya : Biskra Commune : El Outaya	22 à 26	Toscane (Italie)	Variété à huile ; feuilles de forme lancéolée, de taille moyenne et de couleur gris-vert ; fruit est de poids moyenne (3-5 g) de forme ellipsoïdale, au sommet arrondi et base aplatie, légèrement asymétrique, de couleur violet-noir en pleine maturité

I.2.2. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est déterminé selon la méthode normalisée par le règlement C.E.E (2568/91). 2 g d'huile sont mis en solution dans 10 ml de chloroforme, 15 ml d'acide acétique glacial et 1 ml 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 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$: 0,01 N en présence d'empois d'amidon comme indicateur. Un essai témoin est réalisé dans les mêmes conditions. L'indice de peroxyde (IP) est exprimé en milliéquivalent d'oxygène actif par kilogramme selon la formule :

$$\text{IP} = \frac{V * T * 1000}{m}$$

V: nombre de millilitres de solution de thiosulfate de sodium normalisée utilisé pour l'essai corrigé en fonction des résultats de l'essai à blanc; T: facteur de normalité de la solution de thiosulfate de sodium utilisée; m: poids (en grammes) de la prise d'essai.

I.2.3. Absorbance dans l'ultraviolet

Des paramètres de qualité obtenus par la mesure des extinctions spécifiques aux longueurs d'ondes 230 nm et 270 nm indiquent la possibilité de la détérioration d'huile par le phénomène d'oxydation. Ce dernier engendre des systèmes diéniques et triéniques dont les maximums d'absorption sont aux alentours de 230 nm et 270 nm respectivement (Stewart, 2002).

L'extinction spécifique est déterminée selon la méthode décrite par CEE (2568/91). Après filtration des échantillons d'huiles à travers le sulfate de sodium anhydre, une solution à 1% d'huile dans le cyclohexane est préparée. L'absorbance est mesurée à 232 nm et 270 nm. Les coefficients d'extinction K_{232} et K_{270} sont exprimés par l'équation suivante :

$$K_{1\text{cm}}^{1\%} = \frac{A\lambda}{C * l}$$

$K_{1\text{cm}}^{1\%}$: extinction spécifique à la longueur d'onde λ ; $A\lambda$: absorbance à λ nm ; C: concentration de la solution en g/100 ml ; l : épaisseur de la cuve en centimètres.

I.3. Dosage des pigments

Le protocole adopté au dosage des chlorophylles et des caroténoïdes est celui de Minguez Mosquera *et al.* (1991). Un échantillon de 7,5 g d'huile est ajusté à 25 ml avec du cyclohexane. Le maximum d'absorption à 670 nm renseigne sur la fraction chlorophyllienne, alors que la fraction en caroténoïdes est détectée à 470 nm. La valeur du coefficient d'extinction spécifique

appliquée est $E_0 = 613$ pour la phèophytine comme composant majeur des chlorophylles et $E_0 = 2000$ pour la lutéine comme caroténoïde majeur.

$$\text{Chlorophylles (mg d'équivalent phèophytine/Kg)} = \frac{A_{670} \times 10^6}{613 * 100 * T}$$

$$\text{Caroténoïdes (mg d'équivalent lutéine/Kg)} = \frac{A_{470} \times 10^6}{2000 * 100 * T}$$

A: Absorbance à une longueur d'onde 670nm, 470nm ; T : Trajet optique (1cm).

I.4. Composition en acides gras des huiles

I.4.1. Préparation des esters méthyliques

Les esters méthyliques sont préparés suivant la méthode E.C.C (2002). Une aliquote de 5 g d'huile est dissoute dans 5 ml d'hexane pour chromatographie, à laquelle sont ajoutés 0,5 ml d'une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium (2N). Le tout est agité pendant 30 secondes, puis centrifugé à 3000 tours/min pendant 5 minutes. 20 µl du surnageant sont prélevées et mélangées avec 1 ml d'hexane.

I.4.2 Dosage qualitatif et quantitatif

Un volume de 1 µl des esters méthyliques est injecté dans un Chrommatographe en phase gazeuse de type Chromapack C 9002 dont les conditions d'analyse sont :

Injecteur : SPLIT 1/100 ; Colonne capillaire DB 23 : (longueur : 30 m, diamètre intérieur : 0,32 mm et épaisseur : 0,25 µm) ; Gaz vecteur : Azote ; Détecteur : FID ; Températures : (injecteur : 250 °C, détecteur : 250 °C, le four : 200 °C)

Programme (gradient de température) :

130°C —————> 170°C —————> 215°C —————> 230°C

Les acides gras sont identifiés en fonction de leur temps de rétention au niveau de la colonne par comparaison à des acides gras étalons. La détermination de la teneur de chaque acide gras identifié est faite par calcul des aires des pics correspondants.

I.5. Détermination de l'indice d'amertume

Le protocole de Gutiérrez Rosales *et al.* (1992) a été adopté pour déterminer l'indice d'amertume (K225). Ce dernier est évalué par extraction des composés amers d'un échantillon de 1 g d'huile filtrée, dissout dans 4 ml d'hexane puis passé à travers une colonne d'octadecyle C18 préalablement activée avec 6 ml de méthanol et 10 ml d'hexane. La colonne est ensuite lavée avec 10 ml d'hexane pour éliminer toute l'huile

résiduelle; la fraction polaire retenue est éluée avec 25 ml du méthanol à 50%. L'absorbance est mesurée à 225 nm.

I.6. Stabilité oxydative utilisant le Rancimat

Pour évaluer la qualité des huiles examinées, il convient d'estimer de façon rapide et simple, leur stabilité et durabilité en se référant au test d'oxydation accélérée. Le principe du Rancimat consiste à vieillir prématurément les huiles par décomposition thermique. Les composés volatils dégagés au cours du processus d'oxydation sont entraînés par l'air dans une fiole contenant de l'eau distillée dans laquelle est immergée une sonde à l'électrode de mesure de la conductivité électrique. L'électrode est connectée à un dispositif de mesure et d'enregistrement. La fin de la période d'induction est signalée lorsque la conductivité se met à augmenter brusquement. Cette augmentation accélérée de conductivité est provoquée par l'accumulation d'acides carboxyliques volatils produits au cours de l'oxydation (Frankel, 1993).

La stabilité des huiles est déterminée selon Gutiérrez-Rosales (1989) à l'aide d'un appareil Rancimat. Un flux d'air fixé à 10 l/h traverse un échantillon d'huile de 3g chauffé à $101^{\circ}\text{C} \pm 1.6$. La période d'induction exprimée en heures correspond au temps écoulé entre le début de la mesure et le moment où la formation de produits d'oxydation commence à augmenter rapidement (point d'inflexion de la courbe de conductivité), entre autre le temps pendant lequel la matière grasse a résisté à un stress oxydatif.

I.7. Préparation des extraits

Les extraits sont préparés suivant le protocole décrit par Mraicha *et al.* (2010). 10 g d'huile sont dissouts dans un mélange de 10 ml de méthanol/eau 60% (v/v) et 5 ml de n-Hexane, suivi d'une vigoureuse agitation pendant 10 min. Le mélange est centrifugé à 1490 g pendant 15 min. La phase méthanolique est récupérée et la phase n-hexanique va subir une réextraction à deux reprises avec 2x10 ml de méthanol 60% (v/v), les extraits méthanoliques seront combinés et lavés avec 5 ml de n-hexane pour se débarrasser de l'huile.

I.8. Dosages des composés phénoliques

I.8.1. Dosage des polyphénols totaux

Le dosage des polyphénols totaux repose sur la méthode de Folin-Ciocalteu. Ce dernier est un réactif composé d'acide phospho-tungstique ($\text{H}_3\text{PW}_{12}\text{O}_{40}$) et d'acide phospho molybdique qui se réduisent, dans un milieu basique, en un mélange d'oxydes bleus de tungstène et de

molybdène par les composés phénoliques. L'intensité de la coloration bleue produite est proportionnelle à la quantité de polyphénols présents dans l'extrait.

La méthode de dosage des polyphénols utilisée est celle décrite par Satue *et al.* (1995) avec de légères modifications. Un volume de 200 µl d'extrait est additionné de 1 ml du réactif de Folin Ciocalteu à 10%. Après 3 min, 800 µl de carbonate de sodium à 7,5% sont ajoutées. Le mélange réactionnel est laissé à l'obscurité durant 30 min à température ambiante. L'absorbance de la coloration bleue développée est mesurée à 765 nm. La teneur en polyphénols totaux est déterminée en référence à une courbe d'étalonnage obtenue avec l'acide gallique (Annexe 1, figure 1). Les résultats sont exprimés en mg d'équivalent acide gallique (EAG) par kg d'huile.

I.8.2. Dosage des *ortho*-diphénols

La méthode est basée sur la formation d'un complexe jaune entre les *ortho*-diphénols et les ions molybdates. La concentration en *ortho*-diphénols des extraits méthanoliques des huiles est déterminée suivant la méthode de Bendini *et al.* (2003). 4 ml d'extrait sont additionnés de 1 ml de la solution de molybdate de sodium dihydraté à 5% dans l'éthanol 95% (v/v). Le mélange est agité pendant 1 min, puis incubé pendant 15 min. L'absorbance est mesurée à 370 nm.

Les concentrations en *ortho*-diphénols des échantillons sont déterminées à partir d'une courbe d'étalonnage réalisée avec de l'acide caféique (Annexe 1, Figure 2) comme standard et les résultats sont exprimés en mg EAC/Kg d'huile d'olive.

I.9. Activité antioxydante des extraits d'huiles

I.9.1. Activité anti radicalaire

Le diphenyl picrylhydrazyl (DPPH°) est un radical libre, stable et caractérisé par une couleur violette dont l'intensité est mesurée à 515 nm (Brand-Williams *et al.*, 1995). Le composé antioxydant agit en transférant un électron ou un atome d'hydrogène ce qui conduit à la réduction du DPPH, au cours de la réaction et à un changement de coloration en jaune pâle. Ce passage, de la première forme à la deuxième, est accompagné d'une diminution de l'absorbance exprimée par le pourcentage de réduction de DPPH (Mishra *et al.*, 2012). Un volume de 0,1 ml d'extrait est mélangé avec un volume de 2,9 ml solution de DPPH (6×10^{-5} M). La décoloration par rapport au témoin, contenant le DPPH et le solvant, est mesurée à 515 nm après 30 min.

L'activité antioxydante est exprimée en mg d'équivalent d'acide gallique par Kg d'huile en se référant à une courbe d'étalonnage (Annexe 1 ; Figure 3). Cette activité est aussi exprimée en pourcentage d'inhibition par rapport à un témoin ne contenant que le solvant d'extraction selon la formule suivante :

$$(\%) \text{ d'inhibition du radical DPPH}^\circ = \left(\frac{Abs_C - Abs_e}{Abs_C} \right) * 100$$

Abs_c : Absorbance du témoin contenant le méthanol 60%; Abs_e : Absorbance de l'extrait.

I.9.2. Pouvoir réducteur

Le pouvoir réducteur mesure la capacité d'un antioxydant à réduire le fer ferrique Fe³⁺ (FeCl₃) en fer ferreux Fe²⁺ (FeCl₂) en présence d'un agent chromogène : le ferricyanure de potassium. Ceci se traduit par le virage de la couleur jaune du ferricyanure de potassium vers une couleur bleu verte dont l'intensité dépend du pouvoir réducteur de l'antioxydant.

Le pouvoir réducteur des extraits méthanoliques a été déterminé selon la méthode de Lugasi *et al.* (2003). Un volume de 1 ml d'extrait est additionné de 2,5 ml de tampon phosphate (0,2 M, pH=6,6) et 2,5 ml de ferricyanure de potassium 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 1500 tours par min pendant 10 min. Dans un tube à essai, 2,5 ml de surnageant sont mélangés avec 2,5 ml d'eau distillée et 0,5 ml de chlorure ferrique à 0,1%. L'absorbance est mesurée à 700 nm après 10 min. Les résultats ont été exprimés en mg équivalent d'acide caféique par 1 kg d'huile, en se référant à une courbe d'étalonnage de l'acide caféique (Annexe 1, Figure 4).

I.9.3. Inhibition de peroxyde d'hydrogène

L'inhibition du peroxyde d'hydrogène est mesurée par la méthode de Ruch *et al.* (1989). 1 ml de peroxyde d'hydrogène [40mM préparé dans un tampon phosphate (0,1mM ; pH =7,4)] est mit en contact avec 150µl d'extrait et additionné de 1350 µl de tampon phosphate (0,1mM, pH=7,4). Après 10 min de réaction à température ambiante, l'absorbance est mesurée à 230 nm.

$$(\%) \text{ d'inhibition H}_2\text{O}_2 = [(Ac - (A_e - A_{be})) / Ac] * 100$$

où : A_c : Absorbance du témoin ; A_e: Absorbance de l'échantillon ; A_{be} : Absorbance de blanc échantillon.

I.9.4. Activité chélatrice de Fer

Le principe de ce test est la complexation des ions ferreux avec un composé ligand : 3-(2 pyridyl)-5, 6-diphényl-1, 2, 4 triazine-4',4''-disulfonate de sodium (ferrozine). Le complexe ferrozine-fer II présente un maximum d'absorption à 562 nm. Le pouvoir chélateur des extraits est déterminé selon la méthode décrite par Decker et Welch (1990). Un volume de 250 µl

d'extrait est additionné de 25 µl de FeCl₂ (2 mM) et 800 µl d'eau distillée. Après 5 min, 50 µl de ferrozine (5mM) sont ajoutés au mélange et l'absorbance est mesurée à 562 nm après 5 min de réaction. Les résultats sont exprimés selon la formule suivante :

$$\text{Chélation du fer (\%)} = \left(1 - \frac{\text{Abs}_e - \text{Abs}_{\text{Ble}}}{\text{Abs}_t} \right) * 100$$

Abs_t : absorbance de témoin contenant Methanol 60%; Abs_{Ble} : absorbance de l'extrait sans ajout de la ferrozine ; Abs_e : absorbance de l'extrait avec l'ajout de la ferrozine.

I.9.5. Inhibition de l'oxydation du β-carotène.

Cette méthode mesure la capacité des antioxydants présents dans les extraits à inhiber la peroxydation lipidique, de ce fait, à réduire la formation d'acides organiques volatiles et d'hydro-péroxydes, résultant de l'oxydation de l'acide linoléique (Goreinstein et *al.*, 2003). La méthode met en jeu la dégradation oxydative du β-carotène en présence d'acide linoléique. Une émulsion est préparée en dissolvant 0,25 mg de β-carotène dans 0,25 ml de chloroforme, à laquelle sont ajoutés 20 µl d'acide linoléique et 200 mg de Tween 40. Après évaporation du chloroforme, 50 ml d'eau distillée sont ajoutés. 0,2 ml d'extrait sont mélangés avec 4 ml de l'émulsion préparée. La mesure de l'absorbance à 470 nm est réalisée à t = 0 et à t = 180 min après incubation à 50°C. L'inhibition de l'oxydation du β-carotène des extraits est déterminée selon la formule suivante :

$$(\%) = [1 - (A_0 - A_t) / (A_0^0 - A_t^0)]. * 100.$$

A₀ et A_t: absorbance de l'échantillons et le control avant l'incubation. A₀⁰ et A_t⁰: absorbance de l'échantillon et du témoin contient l'émulsion de B-carotène après incubation.

I.10. Analyse statistique

Les résultats de chaque test représentent la moyenne de trois mesures et ont été calculés à l'aide du programme Excel de Microsoft Office 2007. Pour la comparaison des résultats et la mise en évidence des différences significatives entre les échantillons, l'analyse de la variance entre les différents échantillons étudiés est réalisée, à l'aide du test ANOVA-LSD du logiciel STATISTICA 10.0 à un niveau de signification de 0,05. Les coefficients de corrélation de PEARSON et la classification ascendante hiérarchique (CAH) effectuée sur l'ensemble des paramètres sont réalisés avec le même logiciel.

II. RESULTATS ET DISCUSSION

II.1. Indices de qualité de l'huile d'olive

II.1.1 L'acidité

Le contenu en acides gras libres est un facteur important de la qualité ; c'est un critère traditionnel pour classer l'huile d'olive en différents grades commerciaux (Salvador *et al.*, 2000). L'acidité libre permet de contrôler le niveau de dégradation hydrolytique, enzymatique ou chimique des corps gras. Ceci est à l'origine d'acides gras libres et de glycérides partiels (mono et diglycérides) (Abaza *et al.*, 2002).

Les acidités des échantillons étudiés exprimées en pourcentage d'acide oléique sont consignées dans la figure 5. Il se dégage de nos résultats que la variété Frantoio Biskra marque une faible acidité libre avec une valeur de 0,14%, alors que la variété de Chemlal Skikda montre l'acidité libre la plus importante (0,42%). La comparaison des moyennes a révélé la présence de différences significatives ($p \leq 0,05$) entre les échantillons examinés. Cependant, aucune différence significative n'est relevée entre Chemlal Bouira et Tableout Biskra, Chemlal Bouira et Sigoise Biskra, Frantoio Biskra et Chemlal Oran.

Nous constatons que les valeurs d'acidités libres obtenues restent, néanmoins inférieures à la limite de la norme établie (COI, 2003) qui est $\leq 0,8\%$, indiquant qu'il s'agit bien pour les échantillons examinés d'huiles d'olives extra vierges.

L'acidité libre des huiles de la variété Chemlal provenant de différentes régions reste moins élevée que celle de la variété chemlali tunisienne rapportée par Ben Temmime *et al.* (2006) est cultivée dans cinq zones d'implantations en Tunisie enregistrant des acidités allant de 0,4 à 0,75%. En revanche, elles concordent avec la variété Nakbi provenant de cinq zones d'implantations en Sud de Palestine rapportées par Abu-Riead *et al.* (2013), allant de 0,33 à 0,51%. De plus, dans l'étude menée par Kandylis *et al.* (2011) sur la variété Koroneiki cultivée en Grèce et en Tunisie, ont constaté que l'irrigation, le degré de la maturité de fruit et l'origine géographique n'affectent pas l'acidité libre, contrairement à Noorali *et al.* (2014) qui ont constaté un effet significatif de la région géographique sur l'acidité libre de quelques variétés d'huiles d'olives iraniennes.

Fraîchement extraite à partir des olives saines et suivant les bonnes pratiques de la trituration, l'huile d'olive présente une très faible acidité. Dans le cas contraire et au cours du stockage, l'huile d'olive peut s'altérer et son acidité augmente suite à la libération d'acides gras par hydrolyse des triglycérides (Tanouti *et al.*, 2010).

Les faibles acidités des échantillons sont dues aux modalités adéquates de la récolte, aux fruits sains utilisés et au processus d'extraction à petite échelle.

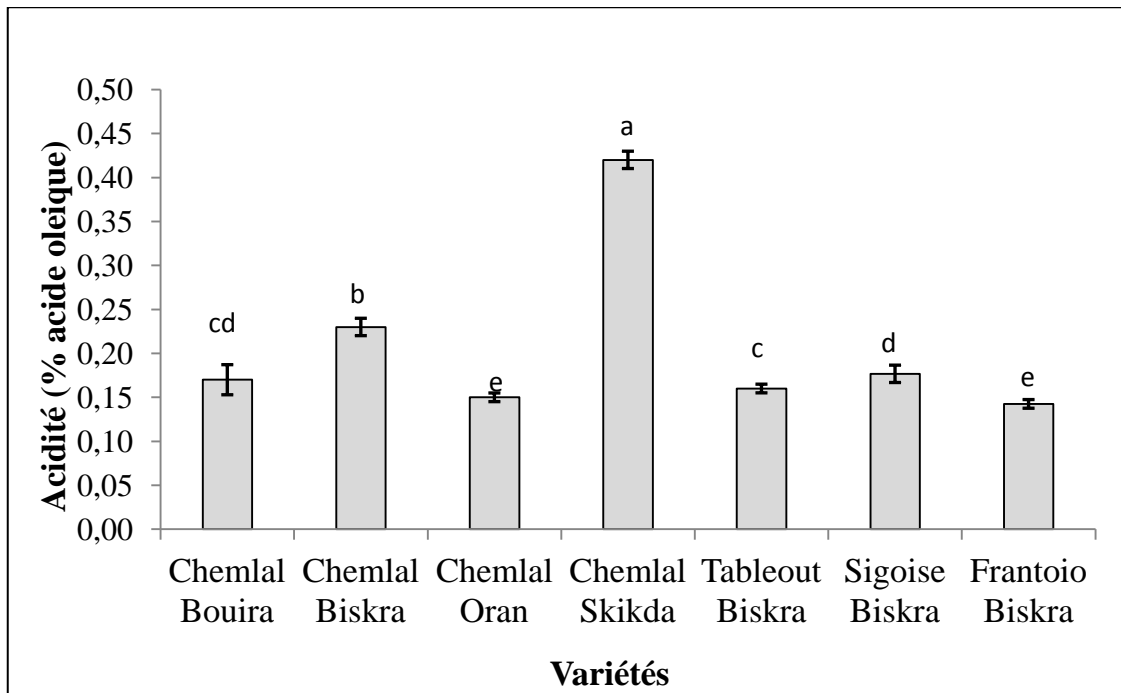


Figure 5 : Acidité oléique des huiles.

Les barres verticales représentent les écarts types. Les lettres différentes indiquent des valeurs significativement différentes à ($p < 0,05$.)

II.1.2. Indice de peroxyde

Les teneurs en hydroperoxydes, premiers produits d'oxydation, sont consignés dans la figure 6. Les résultats oscillent entre le minimum de 3 meq O_2/kg pour la variété Tableout Biskra, et le maximum de 10 meq O_2/kg , pour la variété Chemlal Skikda. Des différences significatives ($p \leq 0,05$) existent entre les différents échantillons, à l'exception de Chemlal de Bouira et Chemlal de Biskra ; et entre Tableout de Biskra et Chemlal Oran.

En comparant nos valeurs à celles de la norme commerciale (COI, 2003), nous constatons également que tous les échantillons analysés sont conformes à la norme, permettant ainsi de classer ces huiles dans la catégorie extra vierge ($IP \leq 20$).

Les huiles de trois variétés en provenance de Biskra présentent des indices de peroxyde supérieurs à ceux obtenus par Zerrouk *et al.* (2008), portant sur des huiles de trois variétés du sud de la Tunisie (Juemri ben Guerdane; Chemlali zerzaris; Zalmati) qui ont rapporté des valeurs entre 2 et 4,50 meq O_2/ kg .

Les indices de peroxyde des huiles de la variété Chemlal de Bouira, Oran et Biskra confirment ceux de Ben Temmime *et al.* (2006), portant sur la variété Chétoui cultivées dans cinq régions (Tunisie) où l'indice de peroxyde varie de 4,45 à 9,17 meq O₂/kg. Par ailleurs, Dabbou *et al.* (2010) ont constaté une augmentation de l'indice de peroxyde de deux variétés introduites au Nord-Est de la Tunisie (Koroneiki et Ascolana Tenera), marquant des valeurs de 16,8 et 7,5 meq O₂/kg respectivement, supérieures à celui de la variété autochtone Chétoui (4,8 meq O₂/kg). Selon Baccouri *et al.* (2008), l'indice de peroxyde des huiles diminue avec l'avancement de la maturité des olives. Ce qui a été expliqué par la diminution de l'activité de la lipoxygénase. De plus, les auteurs ont révélé que le facteur variétal n'a pas d'effet sur ce paramètre. Dans une autre investigation, Wissmein *et al.* (2010) ont constaté l'effet de l'irrigation par des eaux salines sur l'augmentation de l'indice de peroxyde de l'huile d'olive.

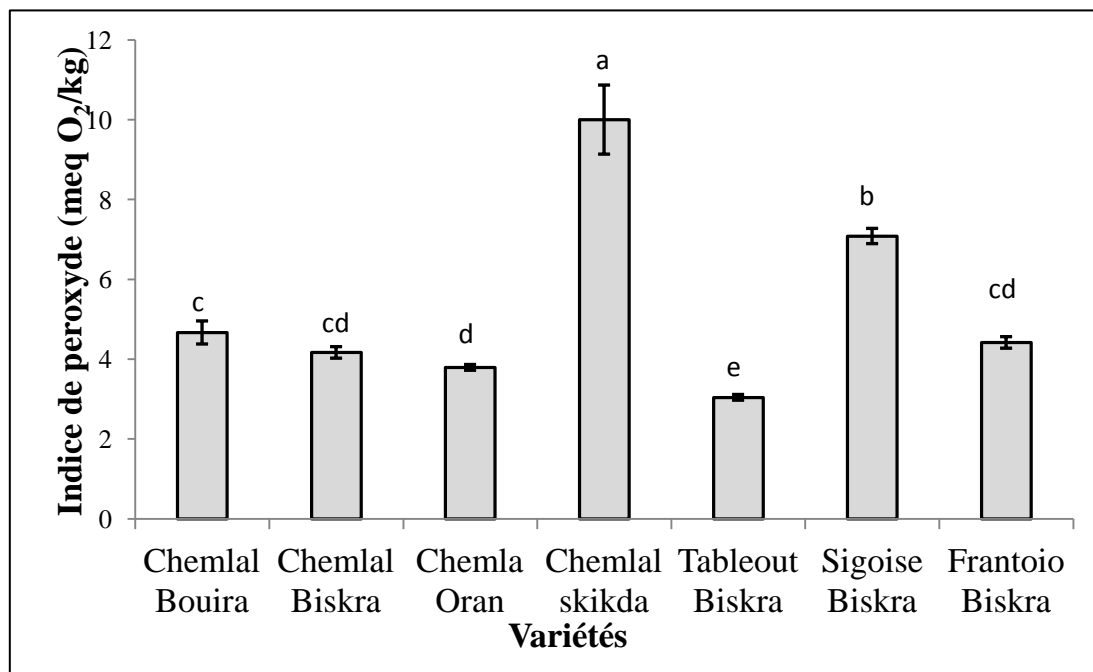


Figure 6 : Indice de peroxyde des d'huile

Les barres verticales représentent les écarts types. Les lettres différentes indiquent des valeurs significativement différentes ($p < 0,05$).

II.1.3. Absorbance dans l'ultraviolet

Le recours à la détermination des coefficients d'absorbances dans l'UV nous renseigne sur la présence ou l'absence des produits d'oxydations primaires et secondaires dans l'huile.

D'après les résultats obtenus (figures 7 et 8), les absorbances à 232 nm sont comprises entre 1,77 (Chemlal Bouira) et 2,19 (Chemlal Biskra). A 270 nm, elles varient de 0,05 pour

Chemlal Bouira à 0,24 pour Chemlal de Biskra. Des différences significatives ($p \leq 0,05$) ont été marquées entre les échantillons examinés. Néanmoins, aucune différence significative n'est notée entre les huiles : Chemlal Oran, Tableout Biskra et Frantoio Biskra, pour K_{232} , ni entre Tableout Biskra, Sigoise Biskra et Frantoio Biskra pour K_{270} .

Les huiles de la variété Chemlal des différentes zones de culture présentent des absorbances dans l'UV qui concordent avec celles obtenues par Gargouri *et al.* (2013) pour la variété Chemlali provenant de quatre zones d'implantation en Tunisie. Ces auteurs ont enregistré des valeurs qui oscillent entre 1,69 et 2,49 et entre 0,13 et 0,25 pour K_{232} et K_{270} respectivement. Benganna *et al.* (2013) ont montré que les valeurs des coefficients d'extinction spécifique des huiles issues des olives de différents stades de maturité (Chemlal Bouira), étaient faibles et sans différence significative.

L'absorbance dans l'ultraviolet est un moyen d'évaluation de l'état de conservation de l'huile. C'est également un indicateur de la sensibilité de la méthode d'extraction et de l'oxydation par surexposition de l'huile à l'air lors de la trituration : plus l'extraction est faite à basse température ($< 28^{\circ}\text{C}$), moins il y a de contact avec l'air pendant l'extraction, et plus les valeurs de K_{232} et K_{270} sont faibles (Issaoui *et al.*, 2014).

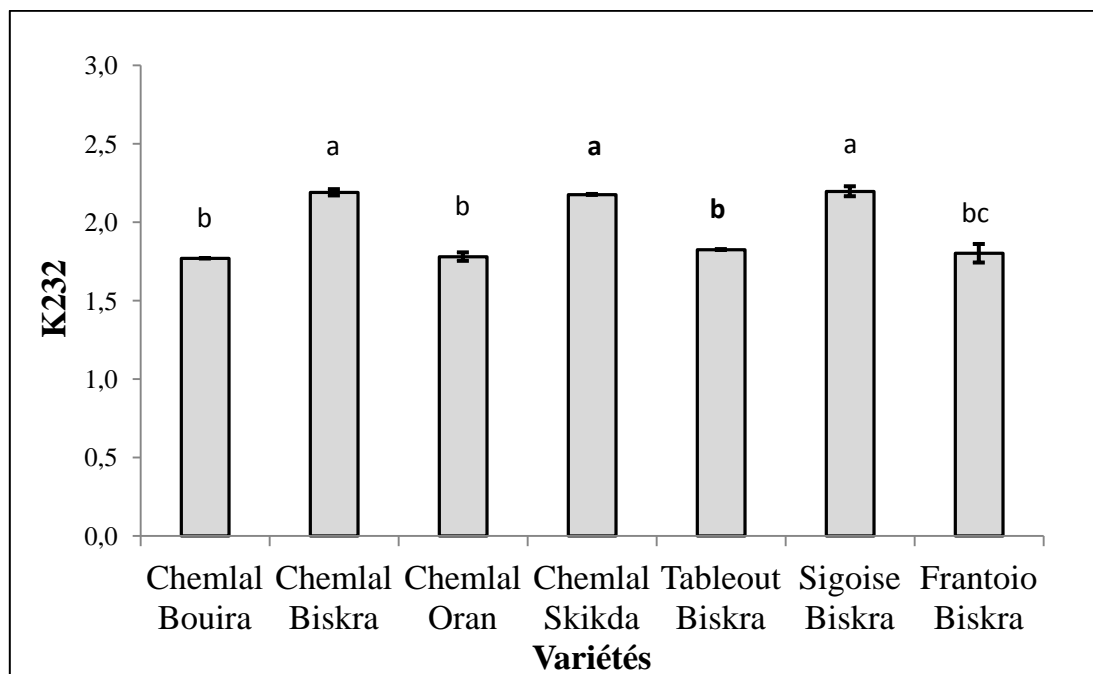


Figure 7 : Extinction spécifique à 232nm des huiles

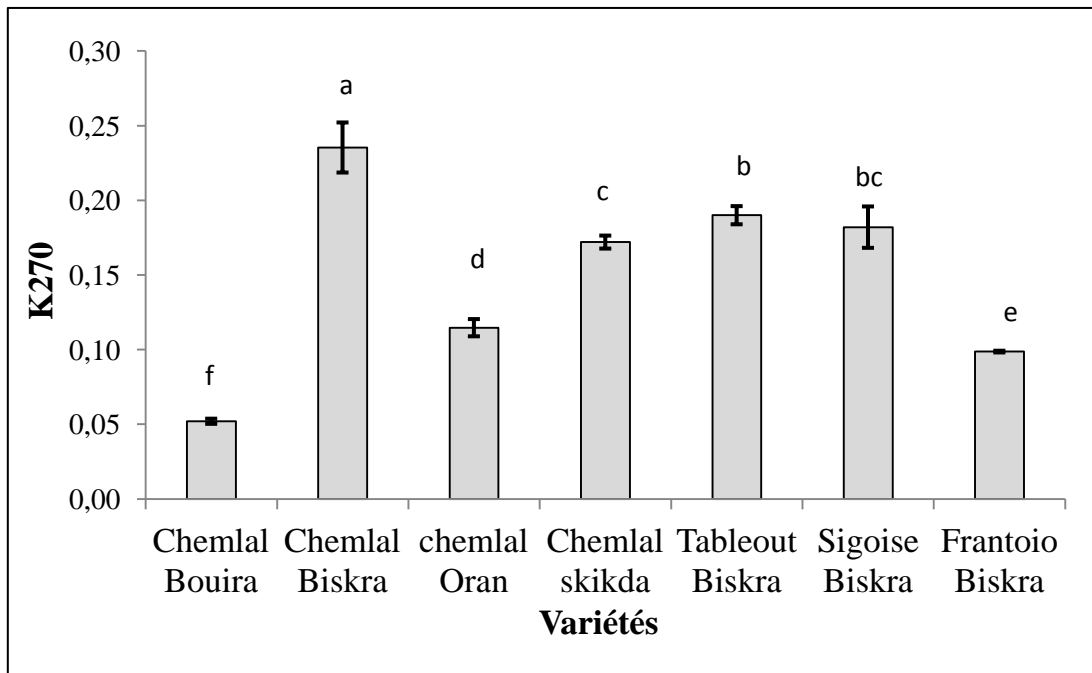


Figure 8 : Extinction spécifique à 270nm des huiles

Les barres verticales représentent les écarts types. Les lettres différentes indiquent des valeurs significativement différentes ($p < 0,05$.)

D'après les résultats obtenus, les valeurs d'absorbance K_{232} et K_{270} répondent à la norme du COI (2003) pour la classification en tant qu'huile d'olive extra vierge ($K_{232} \leq 2,5$ et $K_{270} \leq 0,25$). Compte tenu des résultats des indices de qualité (acidité, indice de peroxyde et coefficients d'extinctions spécifiques dans l'UV : K_{232} ; K_{270}) qui sont inférieurs aux limites établies par le COI (2003) pour l'huile d'olive extra vierge, ces huiles d'olives peuvent être classées dans cette catégorie.

II.2. Composition en acides gras

Les résultats de la composition en acides gras des huiles analysées sont consignés dans le tableau V. D'après les chromatogrammes (Annexe 3), les acides gras détectés sont : les acides palmitique, stéarique, oléique, linoléique, linoléinique, arachidique et gadoléique. La composition en acides gras est qualitativement similaire entre les échantillons. Il ressort en analysant les chromatogrammes obtenus que l'acide oléique l'acide gras majoritaire, suivi par l'acide palmitique, puis l'acide linoléique. Ces acides gras constituent des paramètres importants dans la détermination de la qualité et l'authenticité de l'huile d'olive (Essai *et al.*, 2014).

Les valeurs les plus élevées de l'acide oléique sont 66,07%, 65,65% et 64,77% enregistrées pour les variétés Sigoise Biskra, Chemlal Oran, Chemlal Bouira, respectivement. Elles sont suivies par les variétés Frantoio Biskra et Tableout Biskra. La plus faible proportion est notée pour la variété Chemlal Biskra (54,63%). Les proportions en acide oléique sont semblables à celles obtenues par Haddada *et al.* (2007) pour quelques variétés tunisiennes (57 à 70,06%), mais elles restent inférieures à celles rapportées par López Cortés *et al.* (2013) pour certaines variétés espagnoles (70 à 79%). De même Haddada *et al.* (2007) et Reboredo-Rodríguez *et al.* (2014) ont révélé que les acides oléique et linoléique sont utilisés pour faire une discrimination entre les différentes variétés analysées.

Les huiles de la variété Chemlal provenant de différentes régions marquent des taux en acide oléique qui concordent avec la variété Chemlali rapportée par Gargouri *et al.* (2013) : les taux oscillent entre 56,13 et 66,17%. Nous constatons que la variété Chemlal Biskra marque une faible proportion en acide oléique par rapport aux autres régions. En effet, Laroussi-Mezghani *et al.* (2014) ont observé un faible taux en cet acide pour la variété tunisienne Chemlali de Sfex. Selon les auteurs, cela se produit lorsque l'huile est issue des fruits d'olive présentant un indice de maturité faible et peut être aussi bien influencé par les conditions climatiques (la température en été de la région de culture est supérieure à 44°C). De même, Rondonini *et al.* (2011) ont signalé des taux faibles ($\leq 65\%$) en cet acide pour les huiles de certaines variétés méditerranéennes (Arabiquina, Arauco, Barnea, Frantoio) dans des régions caractérisées par les hautes températures (désert de l'Argentine) par rapport à celles du bassin méditerranéen, ce qui est le cas de la région de Biskra marquant une température annuelle moyenne élevée.

Nos huiles se caractérisent par des taux en acide palmitique compris entre 16,41% et 22,06%. Cependant, certains échantillons examinés ne répondent pas à la norme IOC (2003) qui limite la variabilité des valeurs à l'intervalle 7,5- 20% pour l'huile d'olive extra vierge.

L'acide linoléique est considéré comme un acide gras essentiel (Abu Ried *et al.*, 2013). Sur l'ensemble des résultats obtenus, les taux en cet acide varient entre 9,51% pour Chemlal Oran et 15,47% pour Frantoio Biskra. Les proportions obtenues rejoignent celles de variétés tunisiennes rapportées par Laroussi-Mezghani *et al.* (2014) et Youcef *et al.* (2011) allant de 10,14% à 16,18% et de 6,69% à 14,87% respectivement.

Aguilera *et al.* (2005) ont rapporté des teneurs élevées en acide linoléique pour les huiles qui provenant de zones à basse température ou à des hautes altitudes répondent à la règle Ivanov (1929) qui indique que l'acide linoléique augmente dans les huiles d'olive qui

proviennent des zones à basses températures, tandis que l'acide oléique en diminue. La variété Chemlal de la présente étude marque une attitude antagoniste par rapport à la règle Ivanov.

Selon Youssef *et al.* (2011), les huiles issues d'olives récoltés tardivement contiennent une teneur en acide linoléique plus importante par rapport à la teneur en acide oléique, ce qui a été attribué à l'augmentation de l'activité de l'oléate désaturase qui transforme l'acide oléique en acide linoléique. Ceci peut expliquer le cas de la variété Frantoio pour laquelle un taux élevé en acide linoléique et une faible proportion en acide oléique sont enregistrés.

La distribution des trois acides gras : palmitique, oléique et linoléique change sous l'effet de la variété et la région. Selon D'Imperio *et al.* (2007), l'acide oléique, linoléique, palmitique sont des acides gras discriminatoires entre 22 variétés siciliennes. De même Rondonini *et al.* (2014), ont révélé que le génotype est la source majeure de la variabilité en acides gras de l'huile d'olive, tandis que l'interaction génotype-environnement est la deuxième source de cette variabilité.

Concernant l'acide linoléique, les valeurs enregistrées oscillent entre 0,60% pour l'huile de Chemlal Oran à 1,89% pour l'huile de la variété Sigoise Biskra. De plus, les taux enregistrés pour les variétés de *Biskra* (Chemlal, sigoise, Tableout, Frantoio) excèdent 1%, le taux limite par la norme COI (2003) pour l'huile d'olive extra vierge. En effet, un taux en acide linoléique dépassant 1% a été signalé par El Antari *et al.* (2003), pour les huiles de variétés marocaines, et par Laroussi-Mezghani *et al.* (2015) pour quelques variétés tunisiennes.

Certains acides gras minoritaires peuvent être utilisés comme des marqueurs géographiques. Dans notre cas, la variété Chemlal Bouira se distingue des autres provenances par la non-détection de l'acide linoléique. L'acide gadoléique est considéré comme un marqueur variétal et géographique, en raison de sa présence seulement chez la variété Chemlal Biskra.

La variété Chemlal Oran se distingue des autres variétés par son faible taux en acide linoléique avec 9,51%, et par conséquent, elle marque un rapport acide oléique /acide linoléique de 6,91. La variété Chemlal Biskra marque le taux le plus faible en acide oléique (50,47%), ainsi se caractérise par un rapport $C_{18:1}/C_{18:2}$ faible égale à 3,91. Tandis que les autres variétés présentant un rapport acide oléique/acide linoléique varient de 4,01 à 5,52. Des résultats proches sont révélés par Taamalli *et al.* (2010), sur quelques variétés tunisiennes analysées, qui ont obtenu des rapports $C_{18:1}/C_{18:2}$ compris entre 2,11 et 5,76, mais restent inférieures à ceux obtenues par Dabout *et al.* (2009), portant sur quelques variétés autochtones et introduites dans la Tunisie, pour lesquelles ce rapport varie entre 3,30 et 13,40.

Tableau V : Composition en acides gras des échantillons d'huiles d'olives.

	Chemlal Bouira	Chemlal Biskra	Chemlal Oran	Chemlal Skikda	Tableout Biskra	Sigoise Biskra	Frantoio Biskra
C16:0	16,54	21,99	18,68	16,41	22,06	15,73	16,76
C18:0	2,86	1,87	1,96	2,44	2,50	1,78	2,38
C18:1	64,77	54,63	65,65	63,16	58,81	66,07	61,98
C18:2	14,12	13,87	9,51	14,12	10,65	12,17	15,47
C18:3	ND	1,43	0,65	0,73	1,29	1,89	1,05
C20:0	ND	0,47	0,43	0,22	0,48	ND	ND
C20:1	ND	0,25	ND	ND	ND	ND	ND
AGI	78,89	70,18	75,80	78,01	70,76	80,13	78,51
AGS	19,40	24,33	21,07	19,07	25,03	17,51	19,14
AGI/AGS	4,07	2,88	3,60	4,09	2,83	4,58	4,10
C18:1/C18:2	4,59	3,94	6,91	4,47	5,52	5,43	4,01

C₁₆:0 : acide palmitique, C₁₈:0 : acide stéarique, C₁₈:1 : acide oléique, C₁₈:2 : acide linoléique, C₁₈:3 : acide linoléique, C₂₀:0 : acide arachidique
C₂₀:1 : acide gadoléique, AGI : acide gras insaturé, AGS : acide gras saturé, ND : non détecté.

Le rapport acide oléique/acide linoléique est utilisé comme paramètre de contrôle de la stabilité à l'oxydation. Plusieurs études ont montré qu'un rapport élevé produit une stabilité élevée à l'oxydation de l'huile (Mateos *et al.*, 2006). De plus, il affecte l'aspect sensoriel de l'huile d'olive, puisque plus ce rapport est élevé plus l'intensité de l'attribut de qualité «Condiment» est marqué (Boskou, 2006).

Concernant le rapport acide gras insaturés/acide gras saturé (AGI/AGS), la variété Chemlal Bouira marque la valeur la plus élevée (4,07), tandis que Chemlal Biskra a enregistré la valeur la plus faible (2,88). Selon Moussa *et al.* (1996) ; Stefanoudaki *et al.* (1999) et Douzane *et al.* (2010), l'augmentation de ce rapport est probablement liée aux basses températures qui favorisent l'instauration, notant que les zones d'implantations du Nord sont caractérisées par leur température moyenne annuelle basse en comparaison à celle du Sud (*Biskra*). En se basant sur la classification proposée par Boskou (2006), les échantillons examinés peuvent être répartis en trois groupes :

- Les huiles d'olive à haute proportion en acide oléique et une faible proportion en acide linoléique et acide palmitique (Chemlal Oran et Sigoise Biskra).
- Les huiles d'olive à haute proportion en acide palmitique et linoléique et une faible proportion en acide oléique (Chemlal *Biskra* et Tableout de *Biskra*),
- Les autres échantillons examinés marquent une tendance intermédiaire entre les deux groupes.

II.3. Pigments

La présence de pigments naturels est parmi les facteurs majeurs affectant la qualité d'une huile, vu que leur teneur est en rapport avec la couleur, qui est un attribut de base que le consommateur prend en considération (Ben youcef *et al.*, 2012)

II.3.1 Les chlorophylles

Les teneurs en Chlorophylles des huiles étudiées sont consignés dans la figure 9. Elles oscillent entre 0,84 mg/kg pour Chemlal de Skikda et 2,89 mg/kg pour Chemlal Biskra. Des différences significatives ($p \leq 0,05$) sont révélées entre les huiles examinées, alors qu'aucune différence n'est marquée entre Chemlal Biskra et Sigoise Biskra. Les teneurs en chlorophylles des variétés de Biskra (Tableout, Sigoise, Frantoio, et Chemlal) sont incluses dans la fourchette de valeurs allant de 1,90 à 2,89 mg/kg. Gandul-Rojas et Minguez-Mosquera (1996) ont rapporté qu'une huile d'olive vierge présente des teneurs en chlorophylles qui varient de 0 à 20 mg/kg et elle reste légèrement inférieure à celles obtenues par Haddada *et al.* (2007) qui ont rapportés des teneurs comprises entre 2,12 et 3,73 mg/kg pour les variétés tunisiennes.

Il est aussi à remarquer de nos résultats, qu'en plus de l'effet variétal, la teneur en chlorophylles est dépendante de la région de provenance. Nous notons que la variété Chemlal des régions du nord (Bouira, Skikda, Oran) présente des teneurs en chlorophylles plus faibles que celle de Biskra. Plusieurs auteurs ont signalé l'effet région sur l'aspect quantitatif et qualitatif des chlorophylles de l'huile d'olive (Guiffrida *et al.*, 2006 ; Gargouri *et al.* 2013).

Les teneurs en chlorophylles des huiles examinées sont plus faibles que celles enregistrées par Issaoui *et al.* (2011) qui ont signalé que la variété Chétoui présente une teneur plus élevée en chlorophylles que Chemlali dans le Nord de la Tunisie, avec des teneurs de 17,3 et 9,1mg/kg, par rapport à la région Béja (Sud de la Tunisie). Bengana *et al.* (2013) ont enregistré une teneur élevée en chlorophylles de l'huile de la variété Chemlal qui atteint 21,9 mg/kg au stade de maturité très précoce, cette teneur est largement élevée par rapport à celle enregistrée par notre échantillon pour la même variété. Ceci pourrait être expliqué par l'effet de la saison ; le travail de Morello *et al.* (2006), portant sur la variété d'huile d'olive espagnole Arabiquina ; les auteurs ont constaté que la teneur en chlorophylles diffère significativement selon les saisons ce qu'ils ont expliqué par l'influence des fluctuations dans les conditions climatiques.

L'étude effectuée par Dirman et Dibeklioglu (2009) portant sur la caractérisation de plusieurs variétés d'huiles d'olives turques produites à un stade de maturité précoce des olives de différentes régions durant deux campagnes oléicoles 2008 et 2009, a montré que la teneur en chlorophylles varie de 0,84 à 11,46 mg/kg. Les auteurs ont signalé que ces teneurs sont dépendantes du facteur variétal, du degré de maturité des olives et du processus d'extraction utilisé. Ouani *et al.* (2010) se sont intéressés à étudier l'huile de la variété *Ouslati* tunisienne provenant de deux régions de différentes altitudes : *Kairoum* (379m) et *Sfex* (23m). Les auteurs ont constaté que l'huile de la région de Sfex manifeste une teneur en chlorophylles qui atteint 18,37 mg/kg, largement supérieure à celle des hautes altitudes (3,77 mg/kg).

De plus, l'étude menée par Dabbou *et al.* (2010) portant sur les huiles d'olive de quelques variétés étrangères introduites au Centre-Est de la Tunisie, montre qu'elles sont plus riches en chlorophylles (20 - 40 mg/kg) par rapport à la variété autochtone *Chatoui* (19 mg/kg).

Une perte en chlorophylles est notée au cours de l'extraction de l'huile suite aux activités d'enzymes libérées dans la pâte, en l'occurrence la chlorophyllase, la phéophorbide oxygénase, la Mg-déchelatase qui dégradent les chlorophylles (Gandul-Rojas *et al.*, 2005 ; Ceci *et al.*, 2007), ce qui peut expliquer la faible teneur en chlorophylles de nos échantillons. Toutefois, les huiles qui sont moins riches en chlorophylles sont moins susceptibles à la détérioration photo-oxydative (Ouslati *et al.*, 2009). Mais une huile d'olive qui présente une couleur verdâtre est très appréciée par le consommateur (Haddada *et al.*, 2007).

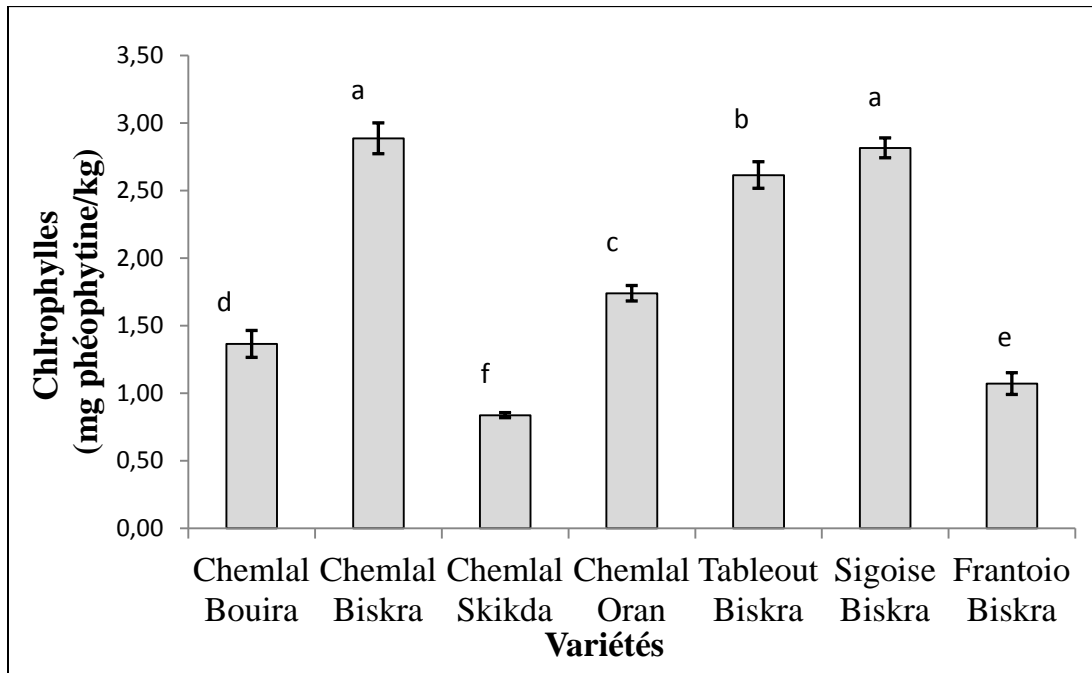


Figure 9 : Teneurs en chlorophylles des huiles

Les barres verticales représentent les écarts types. Les lettres différentes indiquent des valeurs significativement différentes ($p < 0,05$.)

II.3.2. Les caroténoïdes

Les teneurs en caroténoïdes reproduisent pratiquement les mêmes profils que les chlorophylles. Les teneurs en caroténoïdes enregistrés varient de 0,67 mg/kg pour Frantoio Biskra à 1,70 mg/kg pour Chemlal Biskra. Des différences significatives ($p \leq 0,05$) sont enregistrées entre les échantillons examinés, sauf entre Sigoise Biskra et Chemlal Biskra. Les teneurs en caroténoïdes de nos échantillons sont proches de celles obtenues par Allalout *et al.* (2009), pour quelques variétés espagnoles introduites en Tunisie (1 à 2,92 mg/kg).

Nous constatons que la teneur enregistrée pour la variété Chemlal Biskra (1,70mg/kg) est plus importante que celles des autres provenant du Nord (Bouira, Oran, Skikda) ; cela se traduit par l'effet de la région. Les variétés Tableout, Sigoise, Frantoio et Chemlal ont manifesté des teneurs différentes et la plus importante est marquée pour la variété Chemlal Biskra et Sigoise Biskra, suivie par la variété Tableout Biskra avec 1,30 mg/kg, tandis que la teneur la plus faible est notée pour la variété Frantoio Biskra (0,67mg/kg). Ces teneurs enregistrés restent faiblement situées dans la fourchette rapportées par Ouslati *et al.* (2010) qui s'étend de 2,41 à 12,93mg/kg pour quelques variétés tunisiennes en provenance d'une zone aride de Tatouine.

Ouani *et al.* (2011) et Laroussi-Mezghani *et al.* (2015) ont aussi rapporté l'effet significatif de la variété sur les teneurs en caroténoïdes de quelques variétés magrébines (tunisiennes,

marocaines, algériennes). Giuffrida *et al.* (2006) ont également signalé des teneurs en caroténoïdes variables d'un site de culture à un autre pour quelques variétés italiennes (Moraiolo; Leccino ; Frantoio; Oliva Nera di Collecorto).

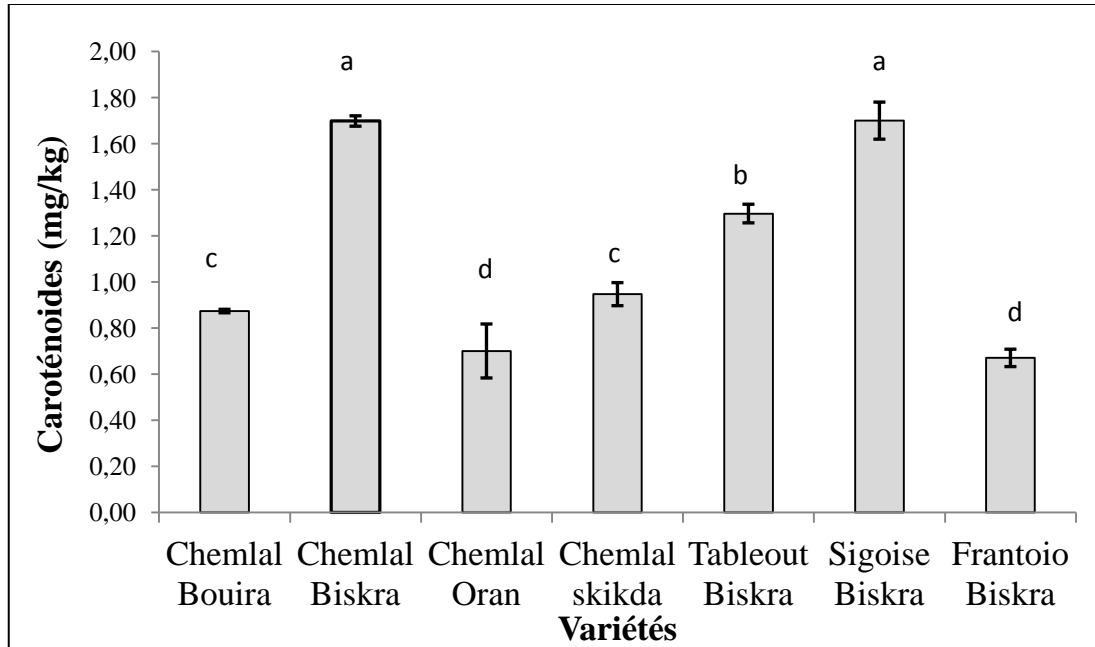


Figure 10 : Teneurs en caroténoïdes des d'huiles

Les barres verticales représentent les écarts types. Les lettres différentes indiquent des valeurs significativement différentes ($p < 0,05$.)

Le rapport chlorophylles/caroténoïdes dépasse 1,2 pour toutes les huiles analysées. Ainsi, Gandul-Rojas *et al.* (2000) ont indiqué que ce rapport oscille entre 0,4 et 1,4 pour les huiles de certaines variétés espagnoles et ont évoqué qu'il témoigne des bonnes pratiques espagnoles d'extraction de l'huile d'olive. Toutefois, les variations en pigment sont dues essentiellement au facteur génétique qui conditionne les variations dans la voie de la biosynthèse et de l'accumulation (Roca et Minguéz-Mosquera, 2001). Il ressort que ces pigments photosynthétiques (caroténoïdes et chlorophylles) ont tendance à diminuer avec la maturité, suite à une diminution de l'activité photosynthétique, en faveur d'autres pigments tels que les anthocyanines (Aissaoui *et al.*, 2009). Une corrélation hautement significative ($p \leq 0,001$) a été notée entre les pigments chlorophylliens et caroténoïdes ($r = 0,96$); de même Gutiérrez *et al.* (2001) ont rapporté un coefficient de corrélation $r = 0,95$.

II.4. Indice d'amertume

L'amertume de l'huile d'olive, non excessive, est un attribut positif lié à la présence de polyphénols ; elle est d'autant plus intense que les teneurs en ces derniers sont plus élevées (Beltran *et al.*, 2007). Le goût amer de l'huile d'olive est attribué à l'oleuropéine glucosilé, à ses aglycones et aux acides phénoliques dérivés des acides benzoïques et cinnamiques (Favati *et al.*, 2013).

D'après les résultats obtenus dans la figure 11, nous constatons que les variétés Sigoise Biskra et Chemlal Biskra présentent respectivement les indices d'amertume les plus élevés (1,669 et 1,469 respectivement), tandis que les faibles valeurs de cet indice sont marquées par les huiles de Frantoio Biskra et Chemlal Skikda avec des valeurs de l'ordre de 0,248 et 0,348 respectivement. La comparaison des moyennes des indices d'amertumes des échantillons analysés a révélé des différences significatives ($p < 0.05$).

Comparé aux teneurs en polyphénols totaux enregistrées pour les différentes huiles analysées, nous remarquons que ce sont les huiles les plus riches en polyphénols totaux qui enregistrent les indices d'amertume les plus élevés, donnant ainsi, un coefficient de corrélation significatif ($p < 0,05$) de $r = 0,58$ entre ces deux paramètres. De plus des corrélations significatives ont été rapportées par Busch *et al.* (2006) entre les composés phénoliques totaux et l'amertume et entre les *ortho*-diphénols et l'amertume de l'huile d'olive.

Les variétés de Biskra présentent des valeurs d'indice d'amertume qui concordent avec les variétés européennes introduites et les variétés autochtones de la Tunisie rapportées par Dabbou *et al.* (2010), dans la zone aride de Bouguerara en Tunisie (de 0,37 à 1,26), mais restent supérieurs aux quelques variétés méditerranéennes étudiées par Condolli *et al.* (2015) qui ont enregistré des indices d'amertume variant de 0,12 à 0,32. En effet, l'influence de la variété d'olive sur l'intensité de l'amertume a été rapportée par plusieurs auteurs : Favati *et al.* (2013); Ilyasoglu *et al.* (2010) et Škevin *et al.* (2003).

De plus, Beltran *et al.* (2007) ont obtenu un modèle de prévision pour l'intensité de l'amertume et qui est basé sur le contenu en phénols des huiles et les ont classées par leur contenu en composés phénoliques dans quatre catégories. Les huiles non amères ou à amertume presque imperceptible correspondent aux niveaux les plus bas en composés phénoliques (220 mg/Kg d'huile). Les huiles ont été classées en : légèrement amères (220 à 340 mg de polyphénols par Kg), amères (340 à 410 mg/Kg) et très amères (supérieur à 410 mg/Kg).

L'activité de certaines enzymes en l'occurrence, les glycosidases et les estérases qui sont responsables de l'hydrolyse de l'oleuropéine durant les étapes de l'extraction de l'huile conditionne l'intensité de l'amertume (Baccouri *et al.* 2008).

Un coefficient de corrélation positif hautement significatif ($p < 0,01$) égale à 0,61 est noté entre l'indice d'amertume et les taux de polyphénols totaux. Un résultat similaire à ceux obtenus par Bendini *et al.* (2006) et Morello *et al.* (2006) qui ont enregistré des coefficients de corrélation respectifs de 0,97 et 0,80.

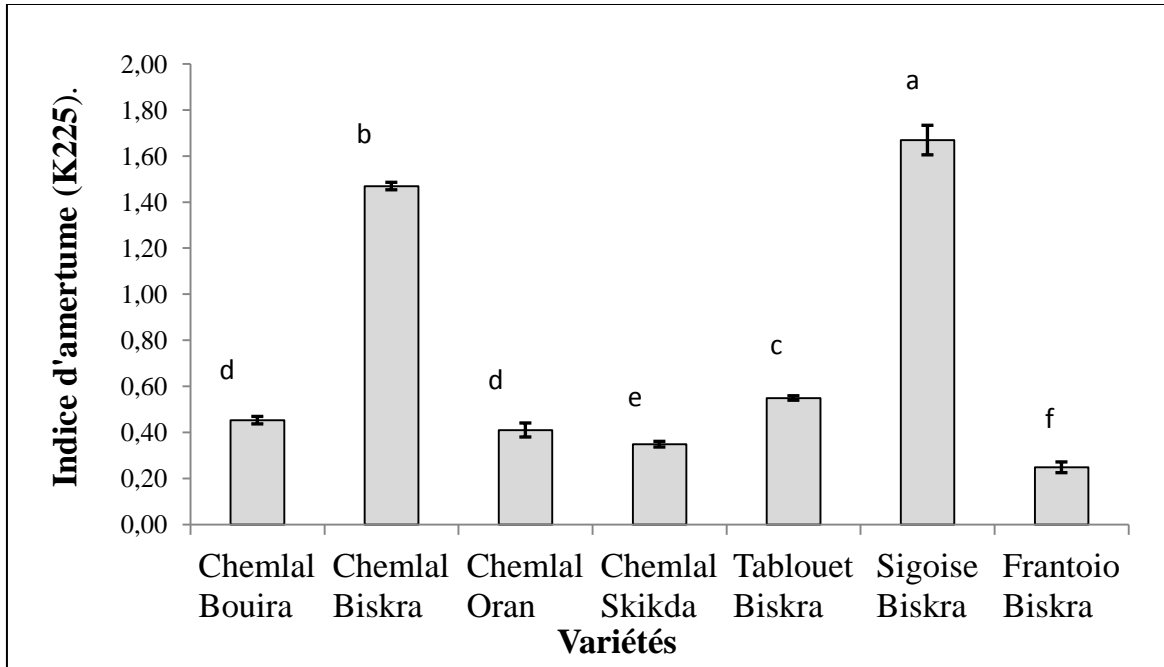


Figure 11 : Indice d'amertume des huiles.

Les barres verticales représentent les écarts types. Les lettres différentes indiquent des valeurs significativement différentes ($p < 0,05$.)

II.5 Stabilité oxydative des huiles

La mesure du temps d'induction sous des conditions standards détermine la stabilité oxydative d'une huile (Carrasco-Pancorbo *et al.*, 2006). Les temps d'induction oscillent entre 12,17 h et 48,60 h (figure 12). L'analyse statistique a révélé des différences significatives ($p < 0,05$) entre les échantillons d'huiles ; néanmoins, aucune différence significative n'est notée entre les huiles Tableout Biskra et Chemlal Oran et entre Chemlal Biskra et Sigoise Biskra. Le temps d'induction maximal (48,60 h) est enregistré pour l'huile de la variété Tableout Biskra, suivi par la variété Chemlal Oran (42,77 h), tandis que la faible stabilité à l'oxydation est celle des huiles de variétés Frantoio Biskra et Chemlal Skikda (21,46 h et 12,17 h, respectivement).

Globalement, la stabilité à l'oxydation de nos échantillons concorde avec celles rapportées par Allalout *et al.* (2009) pour des variétés étrangères introduites en Tunisie. Celles-ci présentent des temps d'induction allant de 14,6 à 59 h. En outre, elle est relativement plus élevée que celles des variétés Chemlali et Chatoui tunisiennes rapportées par Nakbi *et al.* (2010) : 4,55 h et de 5,34 h

respectivement. Des variétés de Corse et Sardaignes (Cuglieri, Carolea, Pizz'Carroga) rapportées par Gallina-Toshi *et al.* (2005) ont obtenu une stabilité à l'oxydation allant de 8,58 h à 12,66 h. Cependant, elle reste inférieure à celle de cerianes variétés européennes rapportées par Gutierrez *et al.* (2001), Salvador *et al.* (2001) et Pardo *et al.* (2011) qui ont enregistré des temps d'induction supérieurs 100 h.

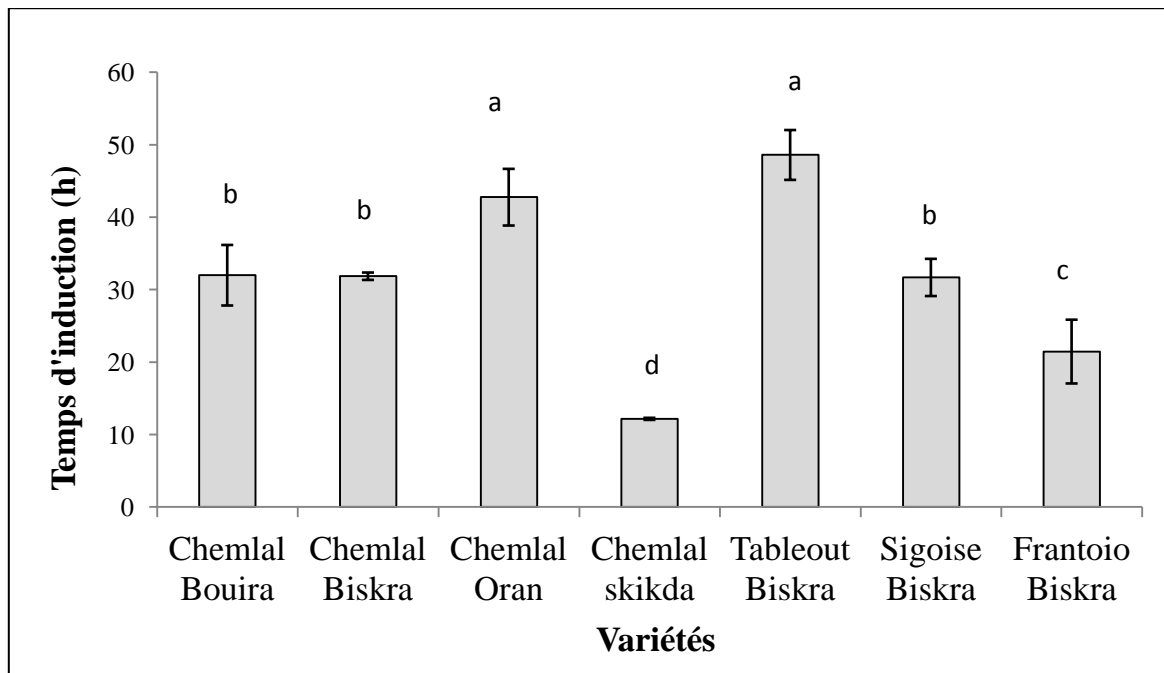


Figure 12 : Temps d'induction (h) des échantillons d'huiles d'olive

Les barres verticales représentent les écarts types. Les lettres différentes indiquent des valeurs significativement différentes à ($p < 0,05$).

Selon Ben tekaya et Hassouna (2005), une huile d'olive vierge qui présente une teneur élevée en polyphénols, exhibe un effet antioxydant plus élevé contre l'oxydation de la fraction lipidique de l'huile. Cependant, l'huile de la variété Chemlal Oran est moins riche en composés phénoliques que l'huile de la variété Chemlal Biskra, mais elle enregistre un temps d'induction plus prolongée par rapport à celle-ci, ce qui peut être probablement dû aux produits secondaires d'oxydation qui sont présents dans l'huile de la variété de Chemlal Biskra avant le chauffage des huiles. Notant que les coefficients K270 et K232 qui sont des indicateurs de la présence de produits d'oxydation, sont relativement élevés pour l'huile de variété de Chemlal Biskra par rapport à ceux de l'huile de variété Chemlal Oran ; en plus, elle se caractérise par le rapport acide oléique/acide linoléique le plus élevé 6,91, indicateur de la stabilité à l'oxydation (Allalout *et al.*, 2009).

L'huile de Chemlal Skikda présente le temps d'induction le plus faible de 12,17h. En effet, cette huile se caractérise par l'acidité libre la plus élevée de 0,40% d'acide oléique, apportant

ainsi des substrats à l'oxydation (Paradisco *et al.*, 2010). Des coefficients de corrélation négatifs et hautement significatif ($p < 0,001$) entre les temps d'induction et l'acidité libre ($r = - 0,68$), et entre le temps d'induction et l'indice de peroxyde ($r = - 0,75$) ont été obtenus (Annexe 3). En outre, cet échantillon présente une teneur modeste en acide oléique et le taux le plus faible en *ortho*-diphénols (12,31 mg/Kg), ces constatations sont consolidées par Bester *et al.* (2008) et Gallina-Toshi *et al.* (2005), ayant indiqué que la stabilité oxydative ne dépend pas seulement du pool en antioxydant, elle est affectée par les composés de nature pro-oxydantes pouvant être présent dans l'huile, ainsi que par la composition en acides gras. De même, Nakbi *et al.* (2010) ont attribué la stabilité oxydative de l'huile de la variété Chatoui relativement élevée par rapport à la variété Chemlali, à sa grande teneur en *ortho*-diphénols qui est deux fois plus élevée dans la variété Chatoui.

Plusieurs auteurs dont Pardo *et al.* (2011), Gomez-Alonso *et al.* (2002) et Fuentes de Mendoza *et al.* (2013) ont établi des corrélations significatives entre les composés phénoliques et la stabilité à l'oxydation de l'huile d'olive, les coefficients s'étendent de 0,70 à 0,90. Par ailleurs, dans l'investigation menée par Carransco-Pancorbo *et al.* (2006) et Valasco et Dobarganes (2002) ont relevé des corrélations entre les composés phénoliques individuels de l'huile d'olive et sa stabilité à l'oxydation.

Dans la présente étude, nous avons obtenu un coefficient de corrélation positif et hautement significatif ($p < 0,01$) entre le temps d'induction et les composés phénoliques totaux ($r = 0,60$) ; en revanche, il reste inférieur aux coefficients rapportés par Cerrenti *et al.* (2006) et Allalout *et al.* (2009), 0,78 et 0,80 respectivement. En effet, la contribution des composés phénoliques à la stabilité oxydative de l'huile d'olive réservent la grande part par rapport aux autres constituants (Fuentes de Mendoza *et al.*, 2013).

Un coefficient de corrélation très hautement significatif ($p < 0,001$) est aussi enregistré entre les *ortho*-diphénols et le temps d'induction ($r = 0,68$) mais reste inférieur à celui de Cerranti *et al.* (2006) ($r = 0,79$). Selon Psomiadou et Tsimidou, (2002), les *ortho*-diphénols sont les composés phénoliques sont efficace à protéger l'huile d'olive de l'auto-oxydation. En outre les composés phénoliques sont les antioxydants primaires inhibant l'oxydation thermique de l'huile d'olive, ils agissent comme des destructeurs des réactions en chaînes en donnant des ions d'hydrogène au radicaux alkylperoxy, ces derniers sont formés pendant le processus d'oxydation lipidique (Velasco et Dobarganes, 2002). Toutefois, les échantillons présentent des rapports acide oléique/acide linoléique élevés marquant une stabilité à l'oxydation élevé (Chemlal Biskra ; Tableout Biskra). De même, Aguillera *et al.* (2005) ont abouti à un coefficient de corrélation de 0,80 entre ce rapport et la stabilité à l'oxydation. Gomez Alonso *et al.* (2002)

ont constaté que les teneurs en composés phénoliques totaux et *ortho*-diphénols déterminées par HPLC sont corrélées avec la stabilité à l'oxydation de l'huile d'olive ($r = 0,90$ et $0,95$, respectivement). En revanche, leur détermination par la méthode colorimétrique a révélé une faible corrélation de $0,77$ et $0,78$ ce qui reflète la non-spécificité de la méthode spectrophotométrique pour le dosage des composés phénoliques possédant une activité antioxydante vis-à-vis de l'oxydation thermique de l'huile d'olive. Les caroténoïdes ne sont pas corrélés avec la stabilité à l'oxydation vu les faibles teneurs enregistrées ($0,67$ à $1,70$ mg/kg). D'après Perrin (1992), les caroténoïdes ne confèrent des propriétés antioxydantes qu'à une teneur supérieure à 1 mg/ml. Selon Aparicio *et al.* (1999), la contribution des constituants de l'huile d'olive à sa stabilité oxydative a été estimée à 37% , 27% et 6% pour les composés phénoliques totaux, la composition en acides gras et les caroténoïdes respectivement.

II.6. Les composés phénoliques

II.6.1. Les polyphénols totaux

Les composés phénoliques font partie des métabolites secondaires présents chez les végétaux. Selon les études *in vitro* et *in vivo*, les composés phénoliques de l'huile d'olive ont un grand intérêt dans l'inhibition de la peroxydation des LDLs, l'oxydation des protéines et de l'ADN (Visioli *et al.*, 2002). L'olive contient une quantité appréciable de composés phénoliques qui passent dans l'huile lors de son extraction (Haddam *et al.*, 2014).

Les résultats du dosage colorimétrique des polyphénols totaux exprimés en milligrammes d'équivalents d'acide gallique/Kg sont consignés dans la figure 13, montrent que les teneurs diffèrent significativement ($p < 0,05$) d'un échantillon à un autre, exception faite pour Chemlal Oran et Chemlal Bouira. Les huiles des variétés en provenance de Biskra Chemlal, Tableout, Sigoise, Frantoio manifestent des teneurs 458 ; 351 ; 278 et 142 mg EAG/kg, respectivement. Par ailleurs, la variété Chemlal de différentes régions (Bouira, Biskra, Oran, Skikda) marque respectivement des teneurs de $250,37$; 458 ; 274 et 163 mg EAG/kg. Il se dégage de nos résultats, que l'huile de variété Chemlal Biskra présente la teneur en polyphénols totaux la plus élevée par rapport aux autres régions. A titre comparatif, la variété Chemlal de Biskra présente une quantité de polyphénols totaux supérieure de $45,33\%$; $40,17\%$ et $64,41\%$ par rapport aux variétés Chemlal Bouira, Chemlal Oran et Chemlal Skikda respectivement.

Les huiles examinées peuvent être réparties en différentes classes en se basant sur la classification proposée par Montedoro *et al.* (1992) qui ont regroupé les huiles d'olive selon leurs teneurs en polyphénols totaux comme suit :

- Variétés à faible teneur (50-200ppm) ;
- Variétés à moyenne teneur (200-500ppm) ;
- Variétés à une teneur élevée (500-1000ppm).

Suivant cette classification, nos échantillons sont répartis en deux classes :

- Chemlal Skikda, Frantoio Biskra : Teneurs faibles en polyphénols ;
- Chemlal Biskra, Chemlal Bouira, Chemlal Oran, Sigoise Biskra, Tableout Biskra ont des teneurs moyennes.

Sur l'ensemble des échantillons examinés, les teneurs en polyphénols totaux restent légèrement supérieures à celles de certaines variétés algériennes rapportées par Dozane *et al.* (2009) dont les teneurs oscillent entre 109 et 322 mg EAG/kg. Dans l'étude menée par Issaoui *et al.* (2010), sur les deux variétés les plus diffuses de la Tunisie Chatoui et Chémlali, en provenance de régions Nord et Sud, a montré que les huiles referment 551 mg EAG /kg au Nord et 274 mg EAG /kg au Sud et de 572,5 mg EAG /kg au Nord et 172,5 mg EAG/kg au Sud pour Chémlali et Chétoui respectivement. Le cas opposé est noté pour notre variété Chemlal pour laquelle un taux de 458 mg EAG/kg au Sud et de 229mg EAG/kg au Nord a été enregistré.

Les teneurs en composés phénoliques des variétés de Biskra restent supérieures aux cinq variétés iraniennes rapportées par Hashempour *et al.* (2010) dont les niveaux varient entre 181,63 et 148mg EAG/kg d'huile.

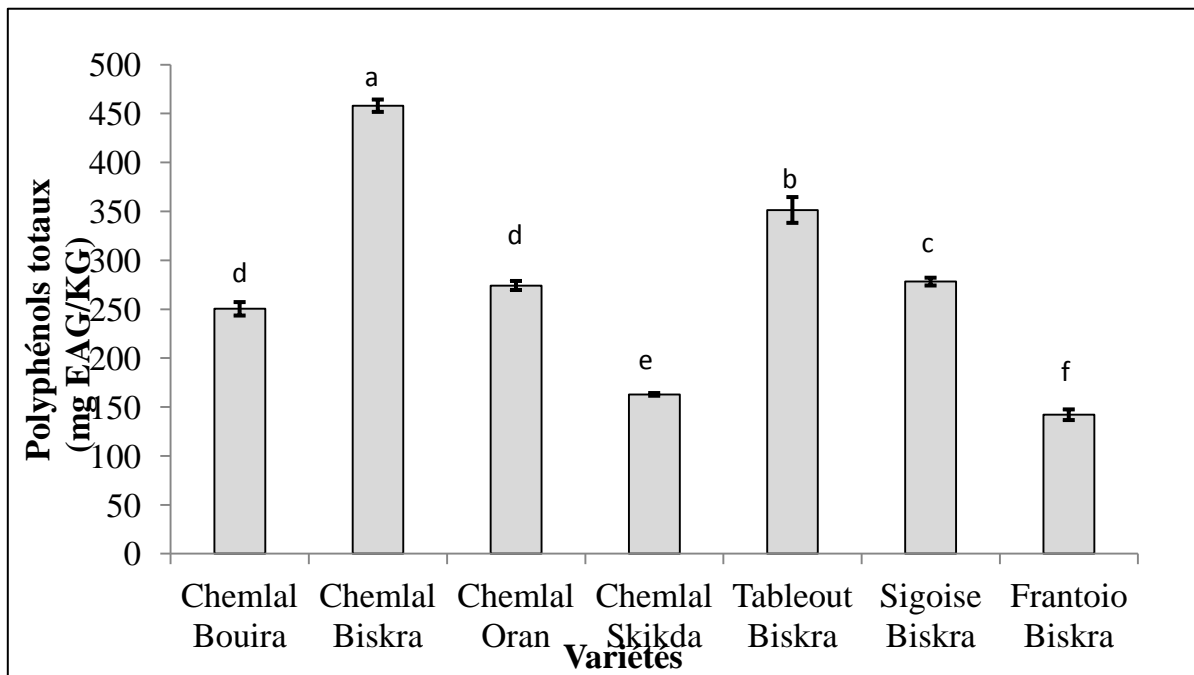


Figure 13 : Teneurs en polyphénols totaux des échantillons d'huiles.
 Les barres verticales représentent les écarts types. Les lettres différentes indiquent des valeurs significativement différentes ($p < 0,05$.)

Le travail présenté par Boukachbine *et al.* (2011) sur la variété la plus abondante au Maroc Picholine provenant de trois localités de Nord, elle fait apparaître des contenus en composés phénoliques proches de la variété Chemlal de la présente étude, marquant des teneurs sont comprises entre 101,89 et 303,50 mg EAG/kg.

Il ressort du travail de Dabbou *et al.* (2010) portant sur l'huile de la variété algérienne Sigoise introduite en Tunisie, que le contenu en composés phénoliques de cette huile marque un taux de 207,2 mg EAG/kg dans la zone aride de Bougara ; une valeur moins élevée comparée à la variété Sigoise de la présente étude, tandis qu'un taux de 279,59mg EAG /kg est marqué dans le Nord (Béjaoui). Une telle situation reflète l'effet de la région, qui pourrait aussi bien conditionner le contenu en composés phénoliques dans l'huile d'olive.

Les travaux de Bianco *et al.* (2009), et Aguilera *et al.* (2005) ont révélé que des teneurs moins importantes en polyphénols totaux sont attribuées aux huiles en provenance de basse altitudes. Dans l'investigation menée par Wiesman *et al.* (2010), portant sur la caractérisation des huiles des variétés Koreneiski, Leccino, Barnea, Arabeqina et Picual qui proviennent d'une zone aride, a marqué des teneurs en composés phénoliques totaux atteignant des valeurs qui dépassent 400 ppm, pouvant être à l'origine de stress hydrique. En effet, Tovars *et al.* (2002), Baccouri *et al.* (2007) et Machado *et al.* (2013) ont signalé que le stress hydrique pourrait induire l'augmentation de l'activité enzymatique de la L-Phénylalanine Ammonia Lyase (PAL), enzyme impliqué dans la voie de la biosynthèse des polyphénols.

Allalout *et al.* (2009) ont examiné cinq variétés étrangères introduites en Tunisie qui sont : Arabiquina, Arabiquin T-18 qui proviennent de l'Espagne, les variétés Koroneiki et Arbosana qui proviennent de la Grèce, ils ont rapporté des teneurs différentes en composés phénoliques totaux par rapport à leurs zones d'origine, certaines marquent des teneurs moins élevées en comparaison à leur origine (Arbosana, Koroneiki). Tandis que les deux variétés (Arabiquina et Arabiquina T19) préservent des niveaux similaires à ceux enregistrés dans leurs zones d'origine. En plus des facteurs déjà cités, plusieurs investigations ont mis en évidence d'autres paramètres pouvant influencer la teneur en polyphénols dans l'huile d'olive, à savoir l'état sanitaire des olives (Gomez-Caravaca *et al.*, 2008 ; Tamandjari *et al.*, 2009), le processus d'extraction (Angerosa *et al.*, 2001), le stockage de l'huile d'olive (Gómez-Alonso *et al.*, 2002) et le stade de maturation (Bengana *et al.*, 2013).

II.6.2. Les *ortho*-diphénols

Les *ortho*-diphénols sont à l'origine de l'activité antioxydante de l'huile d'olive et lui confère des propriétés sensorielles très appréciées (Blekas et Boskou 1998 ; Lavelli, 2002). Les teneurs en *ortho*-diphénols sont consignées dans la figure 14. Les résultats sont compris entre 12,31 et 50,32mg EAC/Kg et des différences significatives ($p < 0,05$) sont enregistrées entre les huiles étudiées. Les teneurs en *ortho*-diphénols marquent pratiquement la même allure comparée aux teneurs en polyphénols totaux. Ainsi, les huiles les plus riches en polyphénols totaux (Tableout Biskra et Chemlal Biskra) renferment les taux les plus élevés en *ortho*-diphénols (50,32 et 30,99 mg EAC/kg, respectivement). Les teneurs les plus faibles en *ortho*-diphénols sont notées pour l'huile de variété Frantoio Biskra et Chemlal Skikda avec des valeurs de 12,31 et 13,60 mg EAC/kg respectivement.

La variété Chemlal de Biskra enregistre la teneur la plus élevée en *ortho*-diphénol (30,99 EAC/kg) et les variétés Chemlal Bouira, Chemlal Oran et Chemlal Skikda présentent une quantité en *ortho*-diphénol moins supérieure de 19,87% ; 44,85% et 55 % par rapport à la variété Chemlal Biskra, les teneurs obtenues pour les variétés Chemlal des différentes localités restent relativement inférieures à celles des variétés Chétoui et Chemlali de trois localités tunisiennes rapportées par Guerfel *et al.* (2009) : les taux oscillent entre 40 et 261 mg EAC/kg, et à celles rapportées par Zarrouk *et al.* (2008) : les teneurs varient entre 188,12 et 213,24 mg EAC/kg. Néanmoins, elles sont supérieures à celles des variétés espagnoles (Picual, Hojiblanca et Arbequina) rapportées par Gutierrez *et al.* (2002) pour lesquelles des teneurs allant de 3,99 à 18,92 EAC mg/kg sont enregistrées.

La teneur en *ortho*-diphénols rapportée par Belakas *et al.* (1998) pour des variétés d'huiles d'olives grecques varient entre 51 à 168 mg/kg. Un tel résultat est élevé par rapport à la gamme de valeurs obtenue (12,31-50,32 mg/kg). Cette différence peut être due à la méthode de dosage ; les auteurs ont procédé à une nitration des *ortho*-diphénols présents dans l'extrait avec du sodium nitrite tout en utilisant le 3-4 dihydroxy-phenyl-acétique comme standard.

Les teneurs en polyphénols totaux de différentes variétés sont hautement corrélés ($p < 0,001$) avec les teneurs en *ortho*-diphénols ($r = 0,88$), ce qui est en accord avec Cerretani *et al.* (2006) qui ont enregistré un coefficient de corrélation de $r = 0,82$.

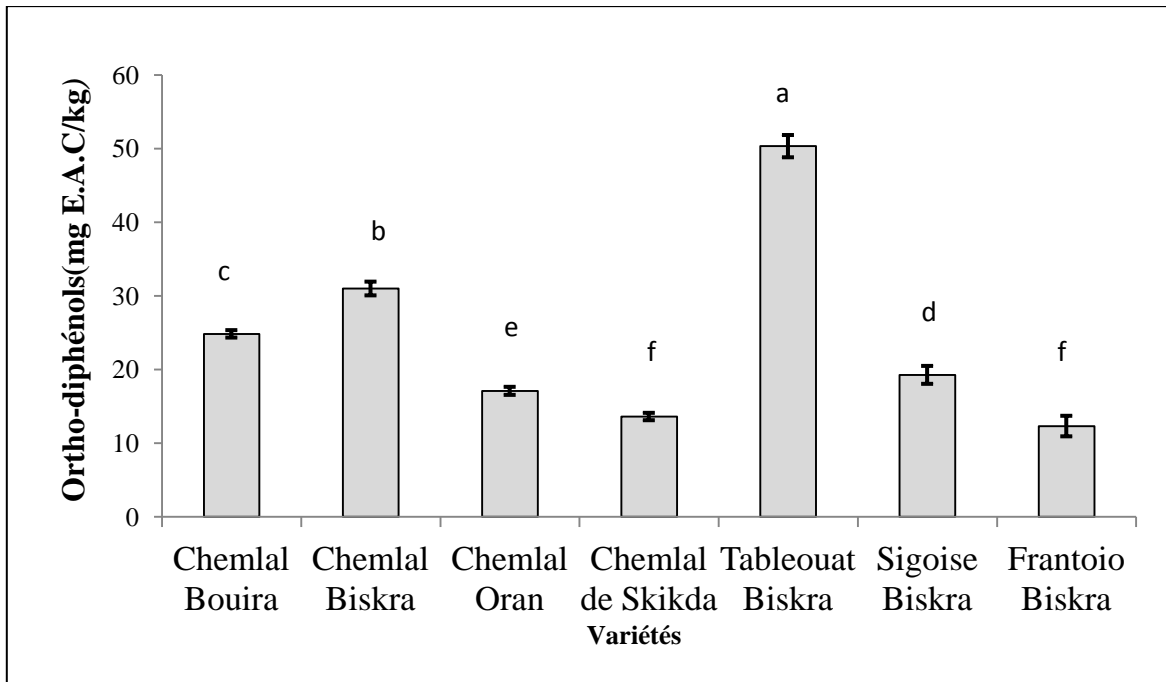


Figure 14 : Teneurs en *ortho*-diphénols des huiles

Les barres verticales représentent les écarts types. Les lettres différentes indiquent des valeurs significativement différentes ($p < 0,05$.)

II.7. Activité antioxydante des extraits d'huiles

Compte tenu de la complexité du phénomène d'oxydation et de la nature diversifiée des antioxydants, il n'y a pas une méthode universelle par laquelle l'activité antioxydante peut être mesurée d'une façon bien précise. Le plus souvent, il est nécessaire de combiner les réponses de tests différents pour avoir une indication sur la capacité antioxydante de l'échantillon à évaluer (Popovici et al, 2009). L'activité antioxydante des extraits méthanolique des variétés d'huile est évaluée par cinq méthodes : activités anti-radicalaires (DPPH), inhibition du peroxyde d'hydrogène, le pouvoir réducteur de fer ferrique, pouvoir chélateur, inhibition de l'oxydation du β -carotène.

II.7.1 Activité anti-radicalaire

La neutralisation du radical DPPH^o est utilisée afin d'évaluer la capacité antioxydante des composés naturels. Il se sert à la fois à estimer le potentiel antioxydant des extraits de l'huile d'olive et de leurs composés phénoliques individuels (Espin *et al.*, 2000).

Les résultats de l'activité anti-DPPH des extraits sont illustrés sur les figures 15 et 16. Tous les extraits analysés ont un potentiel de neutraliser le radical DPPH. La comparaison des

moyennes a révélé des différences significative ($p < 0,05$) entre les huiles, Chemlal Biskra et Tableout Biskra ont manifesté des activités les plus élevées, inhibent 75,17% et 62,31%, soit une activité estimée à 63,43EAG/kg et 48,44 EAG/kg respectivement. Par contre la plus faible capacité anti radicalaire revient aux extraits d'huile de variété Chemlal Skikda et Frantoio Biskra, qui inhibent 29,67% et 23,01%, ainsi enregistrant des activités correspond à 19,22 et 12,81 mg EAG/kg respectivement, ces faibles activités comparées à d'autres extraits est en relation avec leurs faibles teneurs en polyphénols totaux. Cioffi *et al.* (2010) ont indiqué que la capacité antioxydante de l'huile d'olive est en relation avec leurs teneurs en polyphénols totaux.

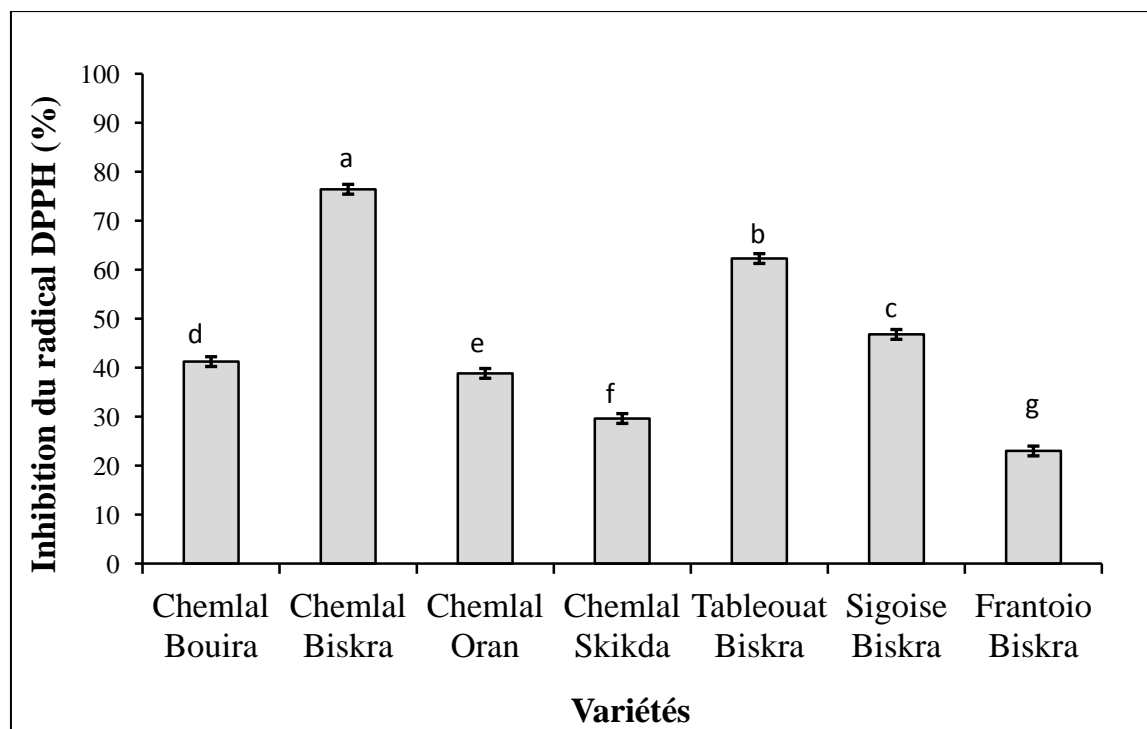


Figure 15 : Activité antiradicalaire des extraits d'huiles (%).

Les barres verticales représentent les écarts types. Les lettres différentes indiquent des valeurs significativement différentes ($p < 0,05$).

Selon Bianno *et al.* (2013), l'activité antioxydante des extraits de l'huile d'olive évaluée par la méthode DPPH^o est significativement influencée par la variété et l'origine géographique de l'huile. De plus Condolli *et al.* (2015) ont révélé que les différences observées sont essentiellement dues aux profils des composés phénoliques individuels. Arslan et Shreiner (2012) ont indiqué en plus de l'effet variété sur l'activité antioxydante des extraits méthanoliques des huiles de variétés turques, elle est aussi influencée par le stade de maturité des olives dont les huiles sont issues. La structure chimique des composés phénoliques présents dans l'extrait conditionne aussi cette activité.

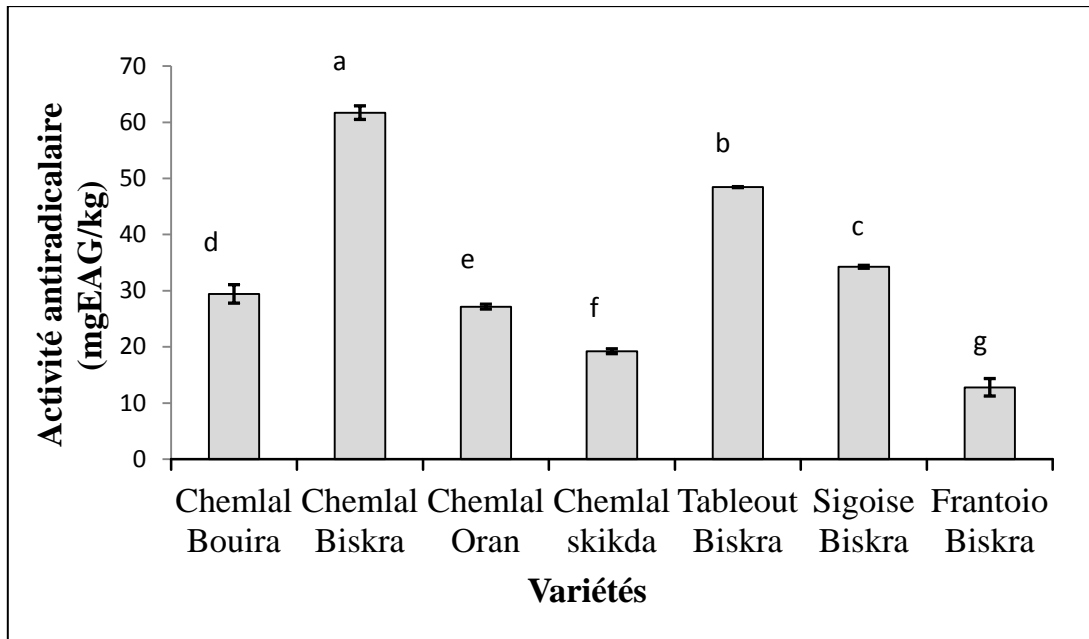


Figure 16 : Activité antiradicalaire (mg EAG/kg).

Les barres verticales représentent les écarts types. Les lettres différentes indiquent des valeurs significativement différentes ($p < 0,05$).

Selon Ben youcef et al. (2010), la concentration en *o*-diphénols est proportionnelle à la capacité antioxydante de l'huile d'olive ; une position *para* ou *ortho* des substituants sur le noyau aromatique augmente la stabilité et les performances de ces constituants (Caransco Pancorbo et al., 2005). Gorinstein et al. (2003) et Samaniego-Sanchez et al. (2007) ont obtenu des corrélations significatives entre les composés phénoliques et l'activité anti-DPPH. Ainsi, une corrélation positive et hautement significative ($p < 0,001$) est notée entre cette activité et les polyphénols totaux et *ortho*-diphénols avec un coefficient de corrélation $r = 0,98$ et $r = 0,76$, respectivement.

L'activité de neutralisation des radicaux libres dépend étroitement de la structure des molécules impliquées (Tripoli et al., 2005). Les propriétés antioxydantes élevées des *Ortho*-diphénols sont associées à leurs capacités à former une liaison hydrogène intramoléculaire entre le groupement hydroxyle et le radical phenoxy (Finotti et Di Majo, 2003). Par ailleurs, les *ortho*-diphénols possèdent un potentiel antioxydant plus important comparé aux composés ayant un seul substituant monohydroxyle tel que le tyrosol (Carrasco- Pancarbo et al., 2005).

II.7.2. Pouvoir réducteur

Le pouvoir réducteur est un indicateur efficace de pouvoir antioxydant des extraits. Tous les extraits manifestent un potentiel à réduire le fer ferrique (Fe^{3+}) en fer ferreux (Fe^{+2}). Les résultats de pouvoir réducteur sont présentés dans la figure 17. Les extraits d'huiles des variétés Chemlal Biskra et Tableout Biskra sont les plus performantes avec des activités estimées à 260 et 220,20mg EAC/kg, respectivement, alors que les variétés Chemlal Skikda et Frantoio Biskra présentent les activités les moins élevées estimées à 100,6 et 85,10 mg EAC/kg, respectivement. Par ailleurs le reste des échantillons montrent des activités comprises de 155,8 à 143,4 EAC/kg. L'analyse statistique montre que les pouvoirs réducteurs des variétés examinées présentent des différences significatives ($p \leq 0,05$). Ces différences peuvent être attribuées aux variations quantitatives et qualitatives en composés phénolique sous l'effet de la variété et de l'origine.

Les extraits d'huiles riches en composés phénoliques et en *ortho*-diphénols (Chemlal Biskra et Tableout Biskra) montrent les meilleures activités réductrices. Aussi des corrélations hautement significatives ($p < 0,001$) sont obtenues entre le pouvoir réducteur et les teneurs en polyphénols totaux ($r = 0,98$) et en *ortho*-diphénols ($r = 0,86$).

II.7.3. Inhibition du peroxyde d'hydrogène

Le peroxyde d'hydrogène est essentiel pour le déroulement des réactions physiologiques, peuvent être aussi une source du radical OH° via de la réaction de Fenton et du cycle d'Haber Weiss (Valko *et al.*, 2007). Les radicaux hydroxyles sont les plus nuisibles pouvant attaquer toutes les molécules biologiques dont l'ADN, les protéines et les lipides (Ahsan *et al.* 2003). Les composés phénoliques agissent comme donneurs d'électrons, ils entraînent la décomposition du peroxyde d'hydrogène en H_2O (Mc donald *et al.*, 2001 ; Tripoli *et al.*, 2005).

Les résultats de l'activité d'inhibition du peroxyde d'hydrogène des extraits méthanoliques sont consignés dans la figure 18 et indiquent que tous les extraits d'huiles d'olive analysés possèdent la capacité à neutraliser le peroxyde d'hydrogène. La capacité des extraits diffèrent significativement ($p < 0,05$) entre les échantillons, Nous constatons que Tableout Biskra et Chemlal Biskra enregistrent les inhibitions les plus élevées (84,32%; 66,23%, respectivement),

tandis que le faible taux est exprimé pour la variété Frantoio Biskra (20,70%). Les autres variétés montrent des pourcentages d'inhibition comprises dans l'intervalle de 56,36 à 32,41 %.

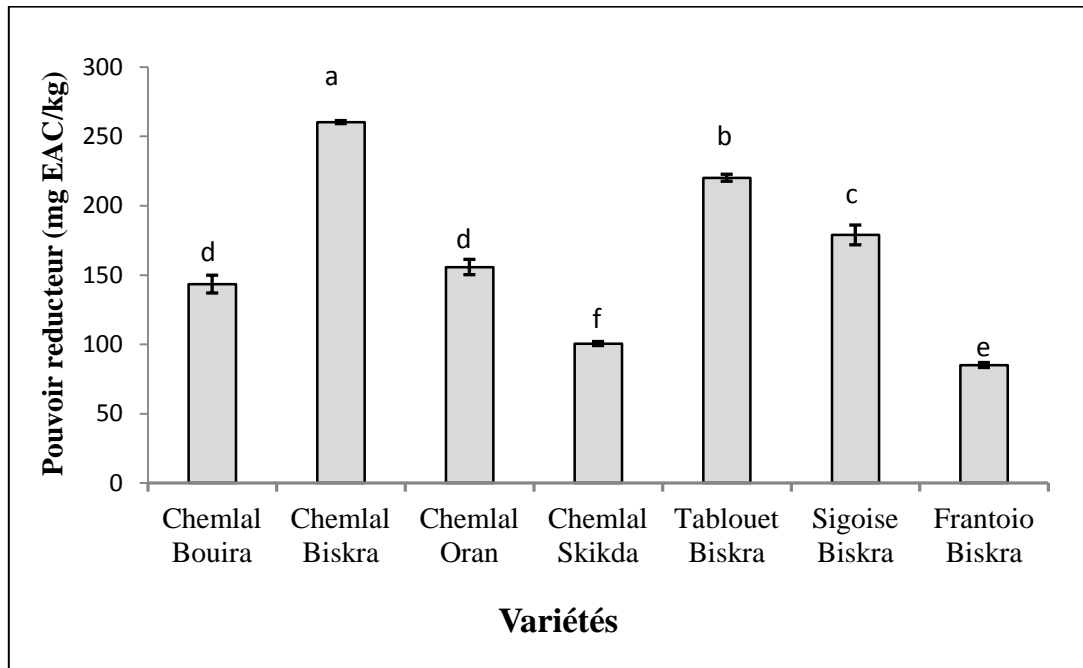


Figure 17 : Pouvoir réducteur des extraits d'huiles

Les barres verticales représentent les écarts types. Les lettres différentes indiquent des valeurs significativement différentes ($p < 0,05$).

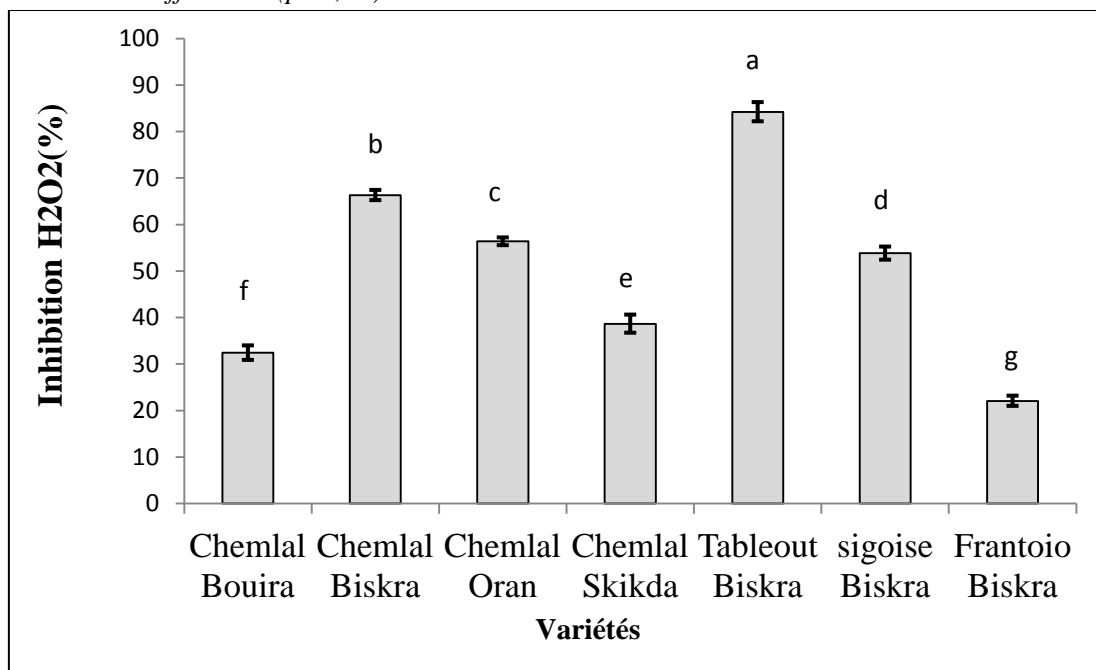


Figure 18. Inhibition du peroxyde d'hydrogène des extraits d'huiles

Les barres verticales représentent les écarts types. Les lettres différentes indiquent des valeurs significativement différentes ($p < 0,05$).

Selon Nadour *et al* (2012), le taux d'inhibition de peroxyde d'hydrogène de l'extrait méthanolique de l'olive de variété Chemlal est concentration dépendante, en effet il est plus efficace que certains antioxydants purs dont la vitamine C et l'acide gallique à des concentrations de 150, 200,250 µg/ml. Par ailleurs, l'extrait méthanolique à la concentration de 250ug/ml montre un taux d'inhibition de peroxyde d'hydrogène à environ 87%, similaire à l'acide tannique à la même concentration, mais inférieur à l'acide caféique.

En plus de leurs faibles teneurs en composés phénoliques, les faibles activités d'inhibition de peroxyde d'hydrogène enregistrées par les variétés Franoio Biskra et Chemlal Skikda peuvent être dues à le profil des composés phénoliques individuels de leurs extraits methanoliques, en l'occurrence, les composés phénoliques oxydés dont les performances antioxydantes diminuent considérablement (Laincer *et al.*, 2010). Une corrélation très hautement significative ($p < 0,001$) est notée entre l'inhibition du peroxyde d'hydrogène et les teneurs en polyphénols totaux ($r = 0,81$). Selon Lee *et al.* (2007), l'inhibition du peroxyde d'hydrogène par les composés phénoliques est attribuée à leur capacité de donneurs d'électrons. Ainsi leur capacité donneur d'électron est proportionnel au nombre de substitutions hydroxyles sur leurs noyau aromatique.

II.7.4 Activité chélatrice de fer

La capacité à chélater les métaux de transition est un important mécanisme de l'activité antioxydante. Les métaux libres peuvent catalyser des réactions d'oxydation et contribuent à la formation des espèces réactives de l'oxygène. Désactiver ces métaux en les liant aux antioxydants, diminue leur action ce qui contribue à la protection des cellules. L'activité chélatrice de fer ou autre métal (cuivre), est par conséquent, une propriété importante à évaluer le potentiel antioxydant (Le *et al.*, 2007).

Les résultats obtenus concernant le pouvoir de chélation du fer varient considérablement entre les variétés étudiées (figure 19). Sur l'ensemble des résultats obtenus, l'activité chélatrice du fer des huiles analysées varient significativement ($p < 0,05$) entre 5% (Frantoio Biskra) et 35% (Chemlal Biskra). Pour les autres échantillons, les taux d'inhibition sont 27,50 ; 24,30 ; 22,00 et 8,30% pour Chemlal Oran, Tableout Biskra, Sigoise Biskra et Chemlal Skikda. Les différences constatées entre les huiles de variétés de Biskra et entre les huiles de variété Chemlal de différentes régions sont probablement dues aux variations de la composition phytochimique de leurs extraits méthanoliques. Les composés phénoliques totaux montrent des corrélations très hautement significatives ($p \leq 0,001$) avec le pouvoir chélateur de fer ($r = 0,97$), de même pour les

ortho-diphénols qui présentent des corrélations très hautement significatives ($p \leq 0,001$) avec le pouvoir chélateur de fer ($r = 0,68$).

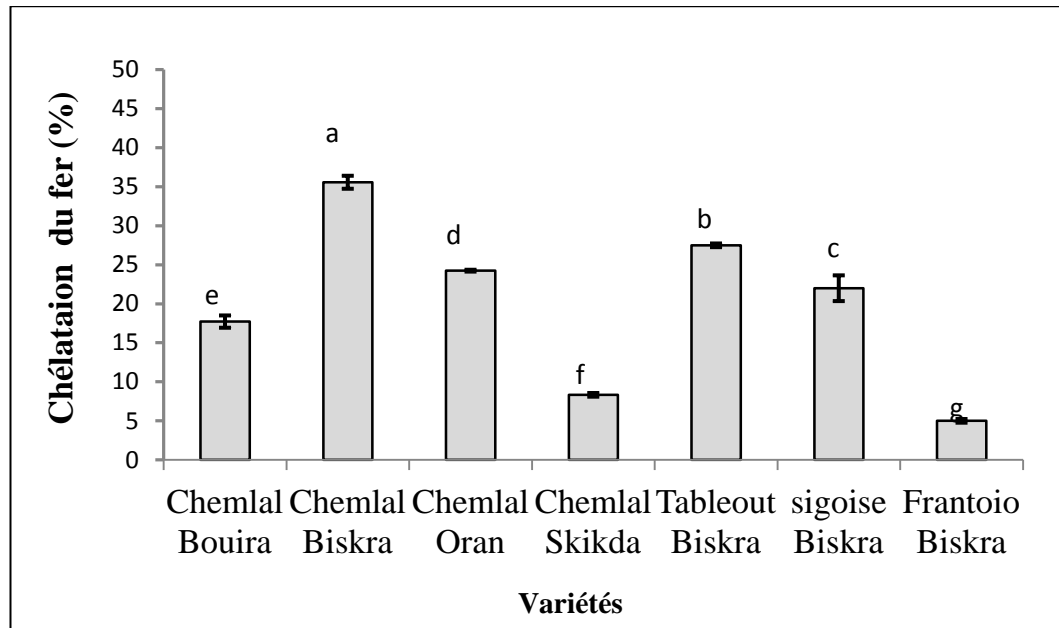


Figure 19 : Activité chélatrice de Fer des huiles

Les barres verticales représentent les écarts types. Les lettres différentes indiquent des valeurs significativement différentes ($p < 0,05$).

II.7.5. Inhibition de l'oxydation du β -carotène

L'inhibition de la peroxydation lipidique est évaluée par le test d'inhibition de l'oxydation du β -carotène (Condelli *et al.*, 2015). Les résultats des taux d'inhibition de la dégradation du β -carotène sont consignés dans la figure 20, l'analyse statistique ($p < 0,05$) révèle des différences significatives entre les échantillons examinés. Cependant, aucune différence n'est constatée entre Frantoio Biskra et Sigoise Biskra, ni entre Chemlal Bouira et Chemlal Oran. D'après ces résultats, nous remarquons que la majorité des extraits d'huiles d'olives ont un potentiel à inhiber l'oxydation du β -carotène. Tableout Biskra présente le meilleur taux d'inhibition (65,30%), suivie de Chemlal Biskra et Chemlal Oran avec des taux d'inhibition de 48,98 % et 44,60% respectivement, tandis que les faibles taux d'inhibitions sont notés pour Frantoio Biskra et Sigoise Biskra, qui est en moyen de 20%. Nos échantillons examinés présentent des taux d'inhibition sont supérieurs à ceux rapportés par Condelli *et al.*, (2015) en appliquant le même protocole d'analyse et les taux d'inhibition oscillent entre 12,20% et 30,5%, pour quelques variétés d'huiles d'olives Italiennes (Maiatica, Coratina, O. Vulture. Leccino, O. Bradano).

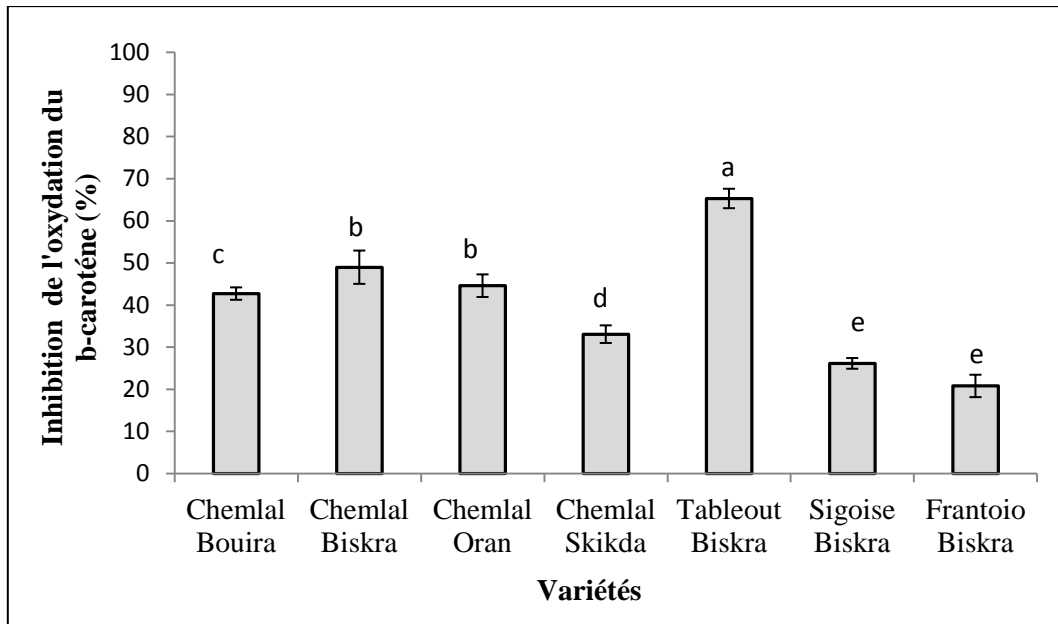


Figure 20 : Inhibition de l'oxydation du β -carotène par les extraits des d'huiles

Les barres verticales représentent les écarts types. Les lettres différentes indiquent des valeurs significativement différentes ($p < 0,05$)

Une inhibition de l'oxydation du β -carotène élevée est liée à la richesse des extraits en composés phénoliques ayant une structure moléculaire possédant un ou plusieurs groupements hydroxyles qui sont responsables de l'activité antioxydante. Ainsi ces composés phénoliques sont caractérisés par leurs actions neutralisantes vis-à-vis des radicaux libres formés de la peroxydation de l'acide linoléique induite par l'augmentation de la température (Gadow *et al.*, 1997; Tripoli *et al.*, 2005; Milella, *et al.*, 2014 ; Condelli *et al.*, 2005.).

Malgré la teneur en composés phénoliques de la variété Chemlal Oran relativement moins élevée par comparaison à la variété Chamlal Bouira, elle enregistre un taux d'inhibition de l'oxydation du β -carotène élevé de celui de la variété Chemlal Bouira. Cette différence pourrait être due au contenu en composés phénoliques individuels, qui exercent des efficacités distinctes à inhiber l'oxydation du β -carotène et/ou bien est due à la présence de certains composés dans l'extrait méthanolique ayant la capacité d'inhiber l'oxydation du β -carotène en piégeant d'une manière sélective les produits d'oxydation de l'acide linoléique, préservant ainsi le β -carotène de l'oxydation.

Des corrélations positives hautement significative ($p < 0,001$) sont notées entre les teneurs en polyphénols totaux ($r = 0,80$). Ainsi nous constatons une corrélation significative ($p < 0,05$) entre les *ortho*-diphénols et l'inhibition de l'oxydation du β -carotène ($r = 0,59$). Gorinstein *et al.* (2003) ont abouti à une corrélation positive de $r = 0,99$ entre les composés phénoliques et l'inhibition de l'oxydation du β -carotène chez des extraits d'huiles d'olives espagnoles, les

auteurs ont indiqué que ce test est plus performant pour évaluer le potentiel antioxydant de l'huile d'olive. De même, Sanchez *et al.* (2007) ont enregistré un coefficient de corrélation $r = 0,73$. Par contre Rondolli *et al.* (2015) n'ont pas constaté de corrélation entre les composés phénoliques totaux de l'huile d'olive et l'inhibition de la dégradation du β -carotène.

II.8. Classification Hiérarchique Ascendante

Un dendrogramme de la Classification Hiérarchique Ascendante est illustrée dans la figure 21 est réalisé sur les différents paramètres examinés antérieurement. Le tableau des distances euclidiennes a permis d'estimer les degrés de similitude entre les différentes variétés étudiées (Rondolli *et al.*, 2015) Tableau XI.

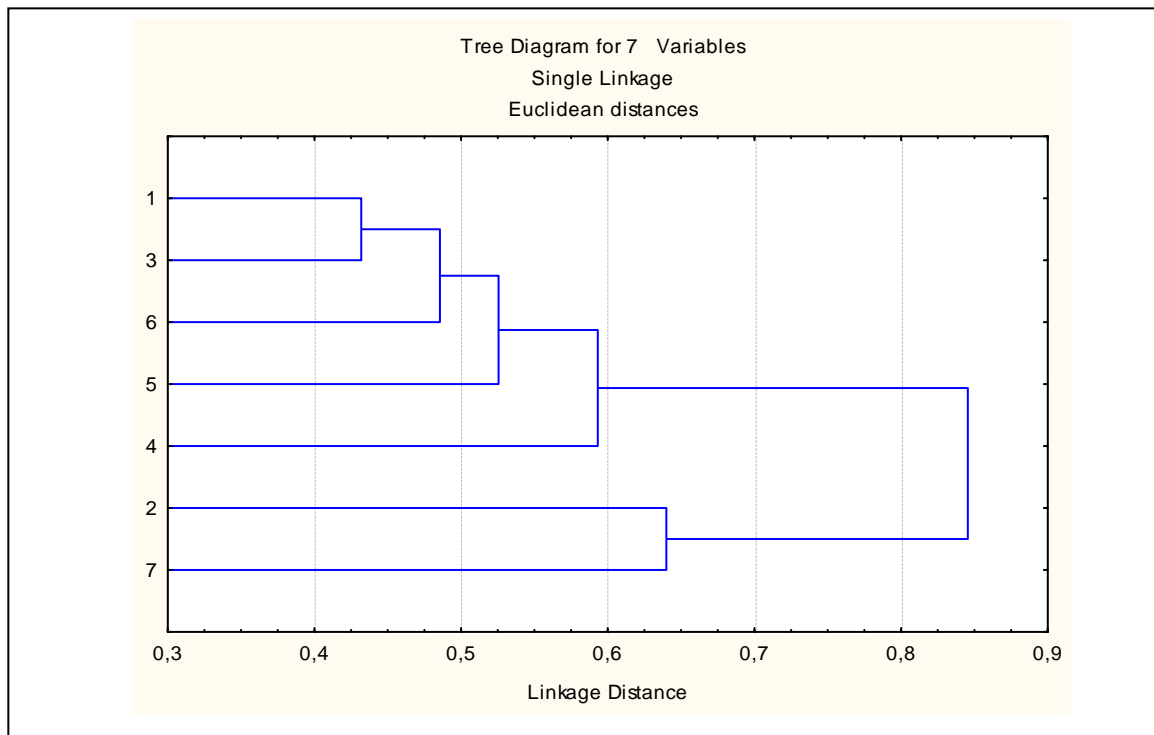


Figure 21 : Classification Hiérarchique Ascendante des huiles

1. Chemlal Bouira ; 2.Chemlal Skikda ; 3.chemlal Oran ; 4.Chemlal Biskra 5.Tableout Biskra ; 6.Sigoise Biskra; 7. Frantoio Biskra

Le dendrogramme révèle deux groupes : le groupe 1 qui comprend les variétés Chemlal Skikda et Frantoio Biskra, ces dernières présentent des ressemblances pour leurs faibles teneurs en antioxydants (composés phénoliques totaux et *ortho*-diphénols). par conséquent, elles marquent des faibles activités antioxydantes, à propos de groupe 2 il compte le reste des

échantillons qui marquent des teneurs en antioxydants et des activités antioxydantes relativement élevées en comparaison aux deux variétés Chemlal Skikda et Frantoio de Biskra.

D'après les résultats illustrés dans le tableau VI, une distance euclidienne de 0,43 entre Chemlal Bouira et Chemlal Oran, elle reflète des ressemblances en certains paramètres, en occurrence l'extinction spécifique à 232nm, indice d'amertume, activité anti-DPPH et l'activité d'inhibition de l'oxydation du β carotène, ainsi que leurs potentiels réducteur de fer.

Une distance euclidienne de 0,49 entre Chemlal Oran et Sigoise Biskra ces dernières montrant des teneurs en polyphénols totaux, Teneurs en *Ortho*-diphénols, activité d'inhibition de peroxyde d'hydrogène sont semblables. Une distance euclidienne de 0,53 entre Tableout Biskra et Sigoise Biskra elles montrent des mêmes des similarités pour K270, le rapport C18 :1/C18 :2. Une distance de 0,54 entre Chemlal Bouira et Sigoise Biskra, enregistrant des stabilités à l'oxydation et l'acidité se rapprochent. Une distance euclidienne de 0,64 est notée entre Chemlal Skikda et Frantoio Biskra, ce qui indique certaines similitudes des teneurs en *ortho*-diphénols. Les distances euclidiennes plus élevées ont notées par Chemlal Biskra et Frantoio Biskra (1,61), entre Tableout Biskra et Frantoio Biskra (1,48), entre Chemlal Skikda et Chemlal Biskra (1,31) indiquent leurs divergences.

Tableau VI : Distances euclidiennes entre les huiles.

	1	2	3	4	5	6	7
1	0,00						
2	0,85	0,00					
3	0,43	0,95	0,00				
4	0,68	1,31	0,65	0,00			
5	0,72	1,19	0,58	0,59	0,00		
6	0,54	0,91	0,49	0,66	0,53	0,00	
7	1,02	0,64	1,20	1,61	1,48	1,16	0,00

1.Chemlal Bouira ; 2.Chemlal Skikda ; 3.chemlal Oran ; 4.Chemlal Biskra, 5.Tableout Biskra ;
6.Sigoise Biskra; 7. Frantoio Biskra.

Conclusion

CONCLUSION

L'étude réalisée à pour but d'évaluer la qualité, une caractérisation physico-chimique et le pouvoir antioxydant des extraits méthanoliques de l'huile de quelques variétés d'huile d'olives algériennes en provenance d'une zone oléicole nouvellement introduite à Biskra, ainsi que la variété Chemlal en provenance de quatre régions.

L'évaluation des indices de qualité des huiles d'olive examinées montre que les huiles produites à partir de ces variétés, présentent toutes, sans exception, des valeurs d'acidité, d'indice de peroxyde et 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, ce qui nous permet de les classer dans la catégorie « extra vierge ».

Le profil en acides gras indique que certaines des huiles étudiées présentent des profils répondent aux normes établies par le COI (2003), le cas de l'huile de Chemlal Oran et Chemlal Bouira, étant des huiles d'olives extra vierges. Cependant d'autres huiles ne répondent pas à cette norme en ce qui concerne l'acide oléique (Chemlal Biskra) et l'acide linoléique (Tableout Biskra, Sigoise Biskra, Frantoio Biskra). Ainsi l'analyse de ces profils à révéler que les huiles de Chemlal Oran et Sigoise Biskra, se distinguent par des taux importants en acides oléique (66,07% et 65,65% respectivement), les autres huiles présentent des teneurs allant de 55% à 60%. Des variations cultivar-dépendantes et régions- dépendantes ont été révélées en profils d'acide gras de ces huiles.

Les teneurs en chlorophylles et caroténoïdes enregistrées indiquent ainsi l'influence significative de la variété et de l'origine géographique sur la composition en caroténoïdes et en chlorophylles.

Les huiles de ces variétés sont intéressantes puisqu'elles présentent des teneurs importantes en polyphénols totaux (Chemlal Biska : 458mg EAG/kg ; Tableout Biskra : 351mg EAG/kg), par ailleurs ces teneurs sont affectés par la variété et de la région. les teneurs en *ortho*-diphénols, différent significativement d'un échantillon d'huile à un autre, ceci est dépend des cultivars, ainsi la variété Tableout Biskra se distingue par sa teneur élevée en *ortho*-diphénols (50,32 mg EAC/kg), est suivie par Chemlal Biskra avec une teneur de 30,99 mg EAC/kg.

La détermination des absorbances à 225nm a mis en évidence un indice d'amertume élevé pour Chemlal Biskra (1,66) et Sigoise Biska (1,46), En revanche des faibles indices d'amertume ont été enregistré pour Chemlal skikda (0,248) et Frantoio Biskra (0,348).

Les périodes d'inductions enregistrées sont hétérogènes, d'ailleurs les huiles de variétés Chemlal Oran et Tableout Biskra montrent les meilleures stabilités oxydatives évaluées à 48,60h et 42,77h respectivement. De même des corrélations positivement et hautement significatives ($p < 0,01$) de $r=0,60$ et $r = 0,68$ ont été obtenus pour les polyphénols totaux et les *ortho*-diphénols.

Les activités antioxydantes des variétés sont évaluées par cinq méthodes. Les extraits méthanoliques des variétés d'huiles d'olives ont des activités inhibitrices de radical libres DPPH°, de capacités réductrices des espèces réactives d'oxygène (peroxyde d'oxygène), des aptitudes à réduire des métaux de transition (fer), montrent également une aptitude à chélater le fer, ainsi à l'inhibition de l'oxydation du β -carotène. En effet Les huiles de variétés Chemlal Biskra, et Tableout Biskra se caractérisent par des meilleures activités réductrices de fer estimées à 260,24 et 249,29 mg EAC/kg respectivement. En outre elles se montrent très performantes vis-à-vis de la neutralisation du radical DPPH° avec un pourcentage d'inhibition appréciés à 75,17% et 62,31%, par ailleurs l'activité d'inhibition de peroxyde d'hydrogène (H_2O_2) est estimées à 66,32% et 84,23%, un pourcentage de chélation de fer enregistre un taux de 35% pour chemlal Biskra et 27,5% pour chemlal Oran. Par ailleurs les variétés Frantoio Biskra et Chemlal Skikda enregistrent les plus faibles activités, ceci pourrait être dû à leurs faibles teneurs en composés phénoliques.

Des coefficients de corrélation significatifs ont été établis entre les polyphénols totaux et les *ortho*-diphénols avec les différentes activités antioxydantes des extraits étudiées : le pouvoir réducteur ($r = 0,97$ et $r = 0,92$), l'activité anti radicalaire du DPPH° ($r = 0,98$ et $r = 0,76$). L'activité d'inhibition du peroxyde d'Hydrogène ($r=0,80$; $r= 0,83$), l'activité de chélation de fer ($r=0,97$; $r=0,67$) et l'activité d'inhibition de l'oxydation du β -carotène ($r=0,68$; $r=0,86$). Ce qui explique l'implication des composés des phénoliques dans l'activité antioxydante. Cette étude confirme l'intérêt de la consommation de l'huile d'olive, qui représentent une source importante des composés phénoliques, d'acide gras bénéfique pour la santé en occurrence l'acide oléique, ainsi que des teneurs non négligeables en acides gras essentiels tel que l'acide linoléique.

La caractérisation des variétés d'huiles d'olives est une démarche indispensable qui permet une amélioration de la qualité de nos huiles produites, d'ailleurs elle est considérée étant une préoccupation primordiale pour les pays producteurs notamment ceux de pays méditerranéens, en effet des données de notre étude montrent que la variété et la région de provenance sont deux facteurs à prendre en considération pour une nouvelle implantation.

Nos huiles examinées sont qualifiées comme suit :

- Les huiles de la variété Chemlal Biskra et Tableout Biskra se distinguent des autres huiles analysées par les teneurs élevées en polyphénols totaux et *ortho*-diphénols, montrant les meilleures activités antioxydants.
- L'huile de la variété Chemlal Bouira, est une huile douce avec une acidité ne dépassant pas 0,23 % et un indice d'amertume de 0,453.
- L'huile de la variété Chemlal Oran et Sigoise Biskra montrent des teneurs appréciables en acide oléique de 66,07% et de 65,65%, respectivement et de faibles proportions en acide palmitique avec 18,68% et 15,73% respectivement et de l'acide linoléique 12,17% et 9,51% respectivement.
- Une attention doit être apportée pour Chemlal Skikda et Frantoio Biskra, d'autres investigations seront nécessaires, en analysant l'effet de la maturation des olives pour déterminer le stade optimale de la récolte et l'effet des autres zones de culture dans l'objectif visant à améliorer sa qualité.

En guise de perspectives :

- il serait souhaitable d'analyser l'effet de la maturation des olives pour déterminer le stade optimal de récolte manifestant le meilleur potentiel de ces variétés (richesse en acide oléique, en poly phénols...).
- d'élargir l'échantillonnage sur d'autres variétés et dans d'autres régions.
- Identifier et quantifier les polyphénols individuels, les triglycérides, les stérols et les substances aromatiques pour une meilleure caractérisation variétale et géographique.
- Réaliser des tests *in vivo* pour une meilleure évaluation de l'activité antioxydante des huiles d'olives ;
- Étudier l'activité antimicrobienne d'huile ainsi que ses principaux composés phénoliques individuels.
- Pour mieux caractériser la qualité des huiles produites, il est impératif de compléter ce travail par : Suivi de ces variétés sur au moins 03 campagnes successives.
- Des connaissances plus poussées en fonction des zones de production pour permettre de mettre sur le marché des AOP (appellation d'origine protégée) pour l'huile d'olive algérienne; Une analyse sensorielle permet de mieux caractériser l'acceptabilité par le consommateur,
- traiter les données obtenues par des différentes méthodes chimiométriques d'analyses tel que l'analyse en composantes principales (ACP).

Afin de mieux valoriser l'oléiculture algérienne, il semblerait intéressant de prendre en considération des variétés semblent être plus rentable économiquement (rendement, résistances aux parasites qui touche l'olivier.) pour les nouvelles plantations d'oliviers ou pour le remplacement des vieilles oliveraies. Ainsi de mener dans le secteur de l'huile d'olive un programme qui vise principalement la production d'une huile de haute qualité dans l'intérêt des oléiculteurs, des consommateurs, et des transformateurs.

2. L'huile de soja

Les huiles ont toujours constituées une part importante de l'alimentation humaine. Elles offrent un large choix tant au niveau du goût, de l'utilisation. La différence entre diverses huiles réside dans la qualité des acides qui les composent. Selon leur nature, elles sont plus ou moins riches en certains acides gras polyinsaturés ; elles sont constituant également la meilleure source de vitamine E connus pour des propriétés antioxydantes (Frénot et Vierling, 2001).

L'huile de soja raffinée provient d'une huile brute qui nécessite, pour obtenir une huile comestible, le passage obligatoire par un raffinage. ce traitement doit garantir au consommateur un produit neutre de goût, résistant à l'oxydation, adapté à l'emploi désiré et débarrassé des substances toxiques ou nocives (Wiedermann et al. 1988,).

La méthode de raffinage la plus pratiquée est le raffinage chimique, ou presque tout le contenu en acides gras libres est éliminé par un traitement initial avec un excès d'hydroxyde de sodium, ou la teneur en phospholipides est réduite à un taux de phosphore généralement inférieur à 10ppm.

Le dégommeage acide peut être remplacé par une méthode enzymatique, ou processus EnzyMax de Lugi, qui utilise les phospholipase pour l'étape de dégommeage. Par rapport au processus de dégommeage acide, le dégommeage enzymatique présente de nombreux avantages (moins de cout, absence de pâte de neutralisation, économie de produits chimiques dont l'acide citrique et la soude) (Claussen, 2001).

Le processus EnzymMax nécessite trois étapes : ajustement du pH de l'huile, l'addition de l'enzyme et la séparation de la gomme sous forme des bouts/huile. Chaque étape de procédé doit être rigoureusement contrôlée.

Akrouche et Charffa (2013) ont examiné l'effet de l'hydroxyde de sodium, la quantité de l'enzyme et la durée de la réaction enzymatique sur le processus de dégommeage enzymatique à l'échelle laboratoire d'une huile de Soja. L'efficacité du dégommeage est évaluée par l'obtention d'une teneur minime en phosphore résiduel.

Dans le présent travail, ces trois paramètres qui régissent la catalyse, dont leurs valeurs sont obtenues à l'aide d'étude d'un plan d'expérience et qui vont aboutir a une réponse optimisée (teneur en phosphore) va être vérifiée et validée.

I. Généralités sur l'huile de soja

I.1. Composition

Le soja constitue la principale graine oléagineuse produite dans le monde, en raison de ses caractéristiques agronomiques, ses protéines de haute qualité ainsi que pour la valeur nutritionnelle de son huile (Gunstone et Wang, 2002). L'huile de soja obtenue après la trituration (huile brute) renferme différents types de lipides qui consistent principalement en des lipides neutres (les tri-, di- et monoglycérides), des acides gras libres, ainsi que les lipides polaires (Ciofalo *et al.*, 2006). Elle contient également une faible teneur en composés insaponifiables dont les tocophérols, phytostérols et des hydrocarbures tel que le squalène (Sadegh, 2010) et des métaux à de très faibles concentrations. (Gunstone et Wang, 2002).

Tableau VII : composition typique de l'huile de soja brute et raffinée
(Gunstone et Wang, 2002).

Composants	Huile brute	Huile raffinée
Triglycérides (%)	95-97%	≥99%
Phosphatides (%)	1.5-2,5	0,003-0,045
Tocophérols(%)	0,14-1,3	0,11-0,12
Hydrocarbures (%)	0,014-0,017	0,001
Fer (ppm)	1-3	0,1-0,3
Cuivre (ppm)	0,03-0,05	0,02-0,01

I.2. Différents types des phospholipides

Les phospholipides constituent la majeure partie des lipides polaires de l'huile de soja. Ils sont répartis en trois principales classes : phosphatidylcholine (PC), phosphatidylethanolamine (PE) et le phosphatidylinositol (PI) avec des proportions respectives de 35%, 25% et 15%. On retrouve également 5 à 10% d'acide phosphatidique et le reste est formé de composés phospholipidiques mineurs (Sadegh, 2010). La figure 22 illustre les structures moléculaires et la formation des trois principaux types de phospholipides de l'huile

de soja (Cifiolo et al, 2006). Ces phospholipides présentent une hydratabilité différente les uns des autres, (Windermann 1981; Sadegh 2010)

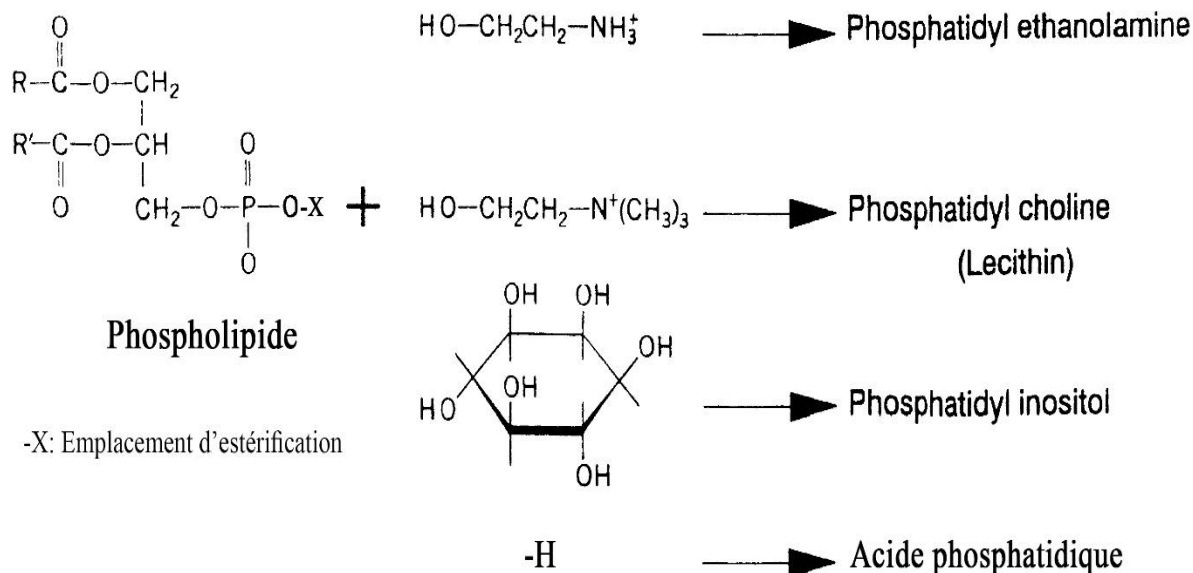


Figure 22 : Structure moléculaire des phospholipides du soja

(Wang et al, 1997)

II. Raffinage des huiles végétales

II.1. But du raffinage des huiles végétales

Le raffinage des huiles végétales à long terme a été considéré comme étant une neutralisation alcaline de l'acidité des huiles. Cependant, au fil du temps, cette définition s'est élargie à tous les procédés de traitement post-extraction des huiles. Le procédé de raffinage permet d'assurer un haut et constant niveau de qualité ainsi que de préparer une huile qui puisse se prêter à des traitements de modification tels que l'hydrogénation ou l'interesterification, et cela en éliminant certains catalyseurs indésirables de ces réactions (Matthäus, 2012).

II .2. Procédés de raffinage des huiles végétales

Le raffinage de l'huile brute de soja peut être effectué suivant l'un des deux principaux procédés de raffinage à savoir physique ou chimique (Gunstone, 2004). Le choix de la méthode à adopter est en fonction de type d'huile à traiter, de sa qualité initiale, Ces deux méthodes diffèrent l'une de l'autre du point de vue du type et performance de l'étape de neutralisation. Dans le cas du raffinage physique, l'huile est débarrassée des acides gras libres

par de la vapeur d'eau chaude (distillation neutralisante). Le procédé de raffinage chimique, met en œuvre, quant à lui, des solutions alcalines pour les neutraliser (Matthäus, 2012). Une autre méthode de traitement des huiles brutes de soja, utilisant des phospholipase (Djisikra et al., 2005). Les étapes essentielles du raffinage sont les suivantes : Démucilagination ; Neutralisation ; Décoloration ; Désodorisation.

II.2.1. Raffinage chimique

II.2.1.1. Dégommage

Le dégomme ou la démucilagination des huiles végétales, première étape du raffinage, consiste en une réduction du contenu de l'huile en phospholipides (Cifiolo *et al*, 2006) . Le but étant, dans le cas de l'huile de soja, d'amener la teneur en phosphore à un niveau inférieur ou égal à 200 mg/kg (Matthäus, 2012). Dans cette étape, l'huile est chauffée à une température de 60 à 80°C, il s'en suit un ajout d'acide phosphorique à 75% (Ghazani et al., 2013). L'huile et l'acide passent alors dans un mélangeur rapide, puis dans un mélangeur lent à axe vertical assurant un temps de contact de 15 à 20 minutes. Le mélange est ensuite envoyé à l'étape de neutralisation (Cifiolo et al, 2006).

II.2.1.2. Neutralisation

Le principe de cette étape repose sur la transformation des acides gras libres en sels de sodium ou de potassium, c'est-à-dire en savon, lesquels sont très peu solubles dans l'huile mais solubles dans l'eau (Francois, 1974). L'huile dégomme est chauffée à une température avoisinant les 90°C, il s'en suit une injection de la solution neutralisante (NaOH ou KOH). Le mélange d'huile et de soude passe dans un mélangeur rapide avant d'être envoyé vers la centrifugeuse destinée à séparer les pâtes de neutralisation (Karleskind et .Denise, 1992).

II.2.1.3. Lavage et séchage

L'opération de lavage se résume à l'ajout de 10 à 20% d'eau à une température 85°C suivi d'une centrifugation. Le séchage est effectué dans un sécheur sous pression et permet d'éliminer l'eau présente dans l'huile et de l'amener à un taux d'humidité résiduelle compris entre 0,05% et 0,1%. Cela permet d'éviter le colmatage des filtres de décoloration et d'améliorer le pouvoir adsorbant des terres décolorantes (Proctor, 1997).

II.2.1.4 Décoloration

Cette opération vise à éliminer les pigments que la neutralisation n'a que très partiellement détruit. Elle élimine également les savons et les phospholipides résiduels, les produits

d'oxydation, les pesticides, les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP), les acides gras trans et conjugués ainsi que les traces métalliques. Elle fait intervenir un phénomène physique : l'adsorption sur des terres décolorantes (Ghazani et Marangoni, 2013). La quantité d'adsorbant à utiliser dépend de la nature initiale de l'huile à traiter (Kartika, 2005).

II.2.1.5 Désodorisation

Dernière étape du raffinage, la désodorisation a pour objectif d'éliminer les composés ayant une influence négative sur le goût et l'odeur de l'huile. Les produits responsables de ces odeurs sont en général des substances volatiles divers (aldéhydes, cétones, ...) (Ortega-García, 2006).

La désodorisation met en œuvre une série d'opération :

- la désaération destinée à éliminer l'oxygène dissout dans l'huile, par chauffage à pression réduite ;
- Le préchauffage, par échange thermique avec l'huile chaude désodorisée ;
- La désodorisation qui consiste à injecter de la vapeur sèche dans l'huile de soja maintenue sous vide (1-6 mm Hg) à des températures de l'ordre de 225°C, avec un intervalle maximal de 245°-250°C, pendant un temps relativement long (1h30 à 3 h) (Kartika, 2005).

II.2.2 Raffinage enzymatique

Le dégomme enzymatique est une méthode récente. C'est une technique adéquate pour le raffinage physique qui requiert de faibles teneurs en phosphore et qui ne peuvent être atteintes avec les méthodes conventionnelles de démuçilagination (traitement à l'acide, dégomme à l'eau, super-dégomme, etc.). Cette technique est également connue sous le nom de procédé Enzymax[®] (Sadegh 2010 ; Yang et al., 2006). Le but de ce procédé est de convertir grâce à une phospholipase, les phospholipides non hydratés en une forme hydratée avec pour avantages un accroissement du rendement en huile, des coûts réduits ainsi que la diminution des effluents (Yang et al., 2008; Sadegh, 2010).

Le procédé Enzymax peut être subdivisé en quatre principales étapes :

1. Ajustement des conditions optimales de réaction de l'enzyme (pH et température).
2. Addition de l'enzyme.
3. Déroulement de la réaction enzymatique.
4. Séparation des phospholipides hydratés de l'huile

Les huiles obtenues à la suite de ce procédé de dégomme poursuivent un raffinage physique. Elles sont ainsi envoyées directement à la section de décoloration sans passer par l'étape de

neutralisation. En effet, l'élimination des acides gras libres dans ce cas se fera par distillation sous vide au cours de la désodorisation.

III. Lécitase Ultra[®]

La Lécitase[®] Ultra fait partie du groupe des estérases carboxyliques. Elle présente une affinité envers les phospholipides ainsi que les triglycérides (Song et al., 2005, Liu et al., 2010). Cette enzyme opère dans des conditions qui ne nécessitent pas des quantités importantes d'eau (Sadegh, 2010, Song et al., 2005).

III.1. Paramètres analytiques de la lécitase Ultra[®]

La lécitase[®] Ultra, comme toute enzyme, joue le rôle de biocatalyseur en facilitant une réaction biochimique, afin d'assurer son bon fonctionnement certains paramètres doivent être définis et contrôlés. Dans le cas du dégomme enzymatique, le pH ainsi que la température du milieu réactionnel sont deux paramètres primordiaux (Sadeghi., 2010; Yang et al., 2006). La Lécitase[®] Ultra a démontré une bonne stabilité dans un intervalle de pH allant de 4.7 à 7.4. Il a également été observé une dénaturation irréversible aux pH extrêmes (Wang et al., 2010). Sadeghi (2010) a observé que l'enzyme présente une activité importante soit lipasique ou phospholipasique dans un environnement acide avec une valeur optimale à pH=5. Il a été observé par wong et al, (2010) la lécitase Ultra[®] présentait une bonne stabilité à des températures inférieures à 45°C. Cependant, à des températures excédant 60°C, la stabilité de cette enzyme tend à décroître jusqu'à devenir nulle pour des températures élevées, ceci correspondant à la dénaturation irréversible de la PLA1.

L'effet de la température apparaît comment étant différent sur les activités lipasique et phospholipasique. Ainsi, lorsque la température est inférieure à 40°C, l'activité lipasique est plus importante que l'activité phospho-lipasique. A des températures supérieures à 40°C, l'activité phospholipasique prédomine ; l'activité lipasique est minime. (Wang et al. 2010).

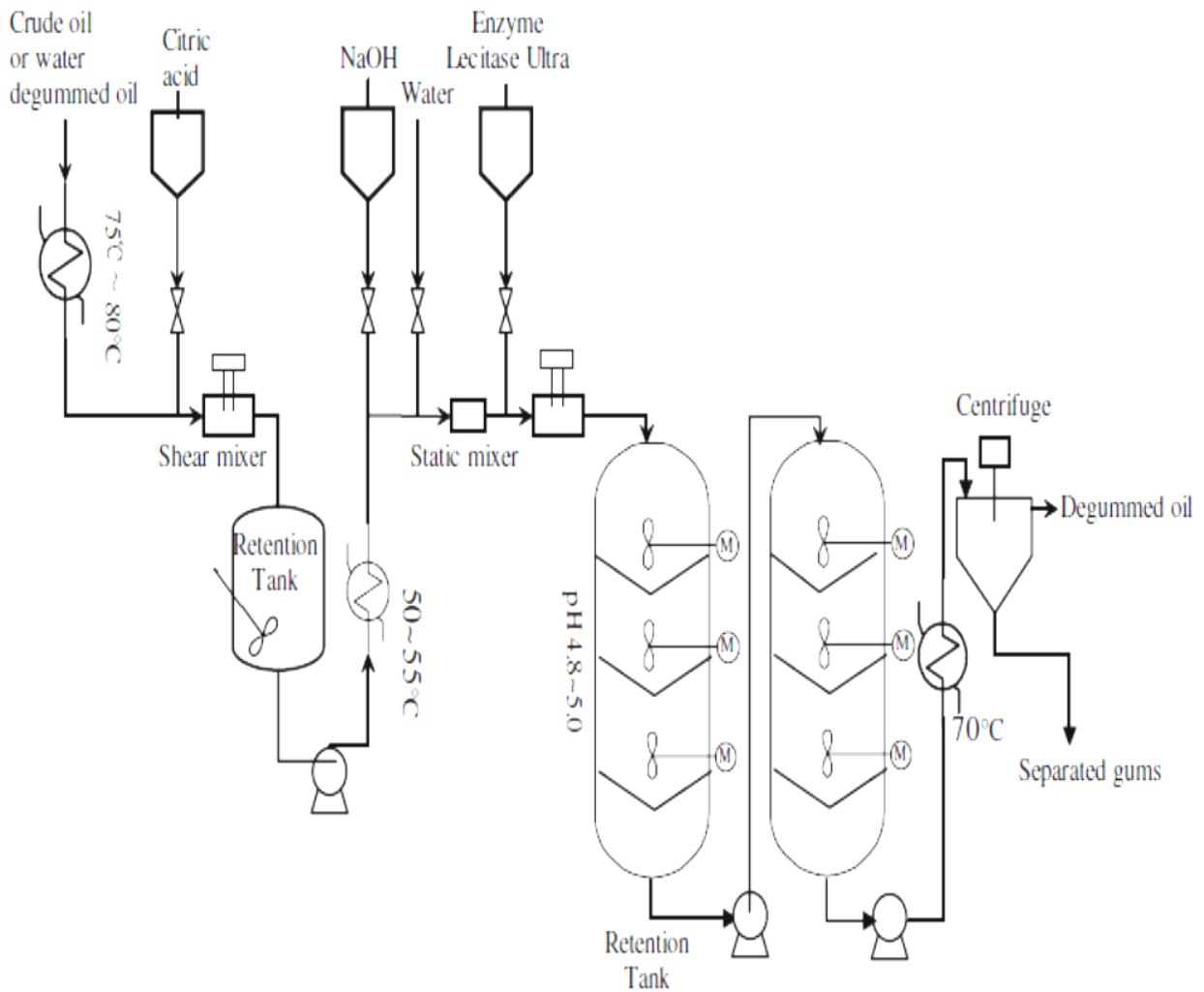


Figure 23 : Diagramme du dégomme enzymatique (Yang et al., 2008).

III.3. Dégomme enzymatique par la lécitase Ultra®

Au cours du dégomme enzymatique, la Lecitase® Ultra n'agit pas sur les phospholipides non hydratés (PNH) présents dans l'huile. Ainsi, afin d'obtenir une teneur résiduelle en phosphore minimale répondant aux normes en vigueur, il est indispensable de procéder à un prétraitement à l'acide citrique finement dispersé dans l'huile et cela dans le but de convertir les PNH en phospholipides hydratés (PH) qui peuvent ainsi migrer dans la phase aqueuse et être accessibles à l'enzyme. L'action de l'acide citrique est :

- Une chélation des métaux liés au groupement phosphorique des PL.
- Un changement de pH qui induit une modification des charges électriques des PL.
- Un assouplissement de la micelle permettant à l'enzyme d'y pénétrer.

L'enzyme, étant dans la phase aqueuse maintenue en émulsion dans la phase huileuse, elle agit à l'interface eau-huile sur les phospholipides (Al-zuhair, 2003 ; Dijkstra, 2013). Les

lysophospholipides, produits de la dégradation des PL par la PLA₁, sont alors rendus hydrophiles et peuvent être séparés avec l'eau, tandis que l'acide gras libéré reste dans l'huile. Il est à noter également qu'au début de la réaction, les lysophospholipides formés agissent tels de puissants détergents (pouvoir tensio-actif) qui accélèrent le processus en réduisant les huiles en fines gouttelettes. On obtient ainsi à la fin du dégommeage, des gommages les 2-acyl-1-lysophospholipides, formés par l'action de la PLA₁, seront isomérisés en la forme 1-acyl lysophospholipide semblable (Sadeghi 2010 ; Dijkstra, 2011).

Les lysophospholipides, produits de la dégradation des phospholipides par la PLA₁, sont alors rendus hydrophiles et peuvent être séparés avec l'eau, tandis que l'acide gras libéré reste dans l'huile. Il est à noter également qu'au début de la réaction, les lysophospholipides formés agissent tels de puissants détergents (pouvoir tensio-actif) qui accélèrent le processus en réduisant les huiles en fines gouttelettes. On obtient ainsi à la fin du dégommeage, des gommages peu visqueuses, de couleur jaune pâle, composées à hauteur de 54.3% de lysophospholipides et 45.7% de glycérophospholipides très hydrophiles qui permettent d'assurer une séparation aisée des gommages de la phase huileuse et de faibles pertes en huile (Yang et al., 2008).

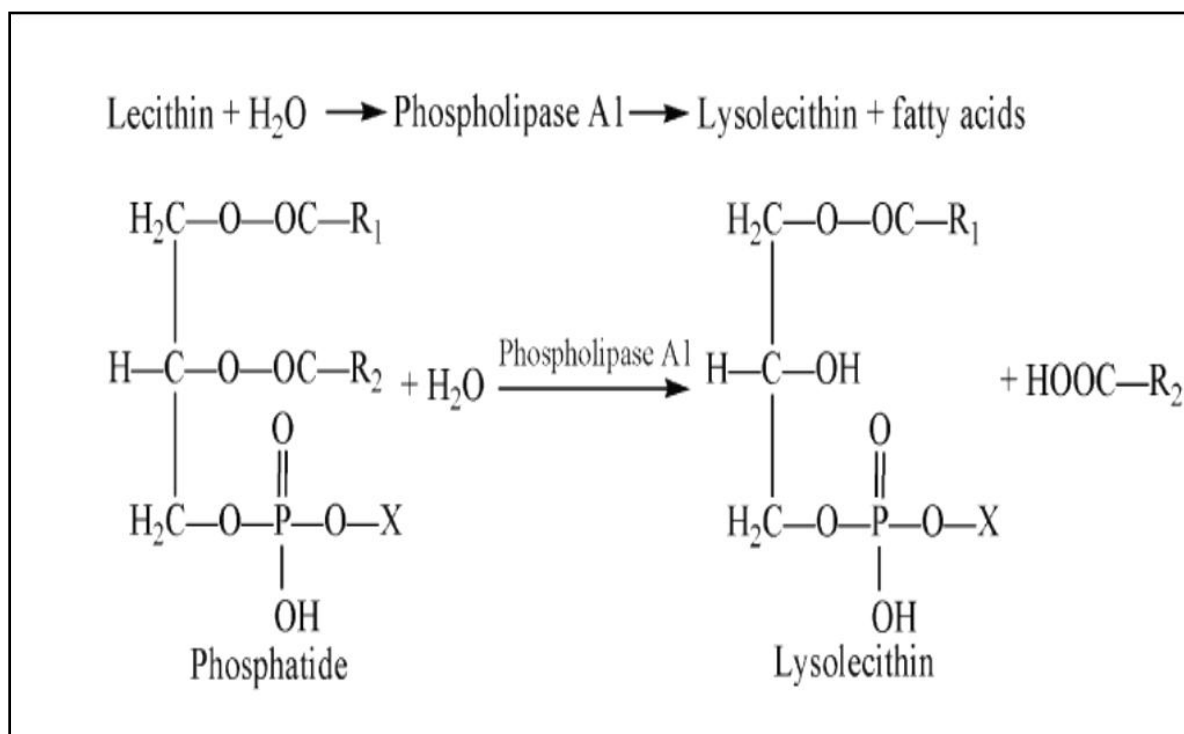


Figure 24 : conversion du phosphatide en lysolecithine sous l'action de la lécitase Ultra®
(Sadeghi, 2010).

Matériel et Méthodes

I.1. Huile brute

Dans la présente étude, l'huile brute de soja est utilisée (Annexe :07). L'huile brute de soja a été importé de l'Allemagne présente une teneur importante en phosphore (189 ppm), son acidité oleique est 0,63 %, son indice de peroxyde est 5,8 meq d'O₂.

I.2. Enzyme utilisée

La lecitase[®] Ultra (Novozymes A/S, Bagsvaerd Denmark) est commercialisée sous forme d'une solution aqueuse contenant approximativement 6,5% de protéines avec une activité de 10 000 U/g.

I.3. Dégommage enzymatique à l'échelle laboratoire

Les calculs des quantités des réactifs utilisés.

➤ La quantité d'acide citrique

une optimisation de ce paramètre a été effectuée pour la Novozyme pour l'huile de soja et une quantité de 650 ppm d'acide citrique monohydraté est recommandée. La quantité indiquée pour l'échelle expérimentale :

650 g acide citrique —————→ 1 T d'huile

x g —————→ $200 * 10^{-6}$ T d'huile

une quantité de 0,13 mg d'acide citrique monohydraté correspondant, pour une solution à 50%, à un volume de 0,212 mL.

➤ quantité de soude

la quantité d'enzyme nécessaire pour 200g d'huile brute à traiter, sachant que la quantité sachant que la quantité d'enzyme recommandée par Novozymes est de 30 ppm :

30 g d'enzyme —————→ 1 T d'huile

x g d'enzyme —————→ $2 * 10^{-6}$ T d'huile

X g (quantités d'enzyme) = 0,006 g.

D'autre part, l'enzyme n'est pas ajoutée telle quelle à l'état pur mais sous forme d'une solution diluée à 10 % :

$$T = \frac{V_i}{V_f} \Rightarrow V_f = \frac{\frac{m}{d} \times 1000}{T}$$

Où: V_i : volume d'enzymes initial ; $V_f = V_{enzyme}$: volume d'enzymes en μL ; T : taux de dilution, égale à 10% ; m : masse d'enzymes ; d : densité de l'enzyme, $d=1,02$; 1000 : Facteur de conversion du volume en μL .

$$V_{enzyme} = 58,82 \mu\text{L}$$

➤ Calcul de la quantité d'eau à ajouter

L'eau distillée est ajoutée à raison de 2,5 % de la masse d'huile de soja brute à dégommer ;

$$V_{eau} = 5\text{mL}.$$

Mode opératoire

Une aliquote de 200g d'huile brute de soja est mise dans un ballon en agitation ; l'huile est chauffée à 70°C. Un volume de 0,21 mL d'acide citrique monohydraté à 50% est ajouté. L'huile est laissée sous agitation durant 20 min, puis, la température du bain est abaissée et maintenue à $50 \pm 0,1^\circ\text{C}$ (température optimale à l'activité de l'enzyme), une quantité d'hydroxyde de sodium à 14% est ajoutée, après 3 minutes d'agitation, 5 ml d'eau sont additionnés et le mélange est laissé agiter durant 3 min.

Enfin , la quantité d'enzymes diluées à 10% est ajoutée, la réaction de catalyse se déroule pendant un temps déterminé, une fois la réaction est terminée , l'agitation est arrêtée et une centrifugation est réalisée à 4000 tr/min pendant 20 min, puis l'huile dégommée est récupérée pour le dosage de phosphore résiduel.

I.4. Suivi du dégommage enzymatique

L'efficacité du dégommage enzymatique peut être déterminée par certains critères qui permettent de savoir si l'enzyme est active et permet de réduire la teneur en phosphore de l'huile.

Dosage du phosphore

Principe

La détermination de la teneur en phosphore ou en phosphatides équivalent par la méthode AOCS Official Methods, Ca 12-55) qui consiste à une calcination de l'échantillon en présence d'oxyde de zinc, suivie par la mesure spectrophotométrique du phosphore en tant que complexe bleu d'acide phosphomolybdique.

Mode opératoire

Une aliquote de 200g d'huile brute de soja est mise dans un ballon en agitation ; l'huile est chauffée à 70°C. Un volume de 0,21 mL d'acide citrique monohydraté à 50% est ajouté. L'huile est laissée sous agitation durant 20 min, puis, la température du bain est abaissée et maintenue à $50 \pm 0,1^\circ\text{C}$ (température optimale à l'activité de l'enzyme), une quantité de soude caustique à 14% est ajoutée, après 3 minutes d'agitation, une quantité de 5 ml d'eau est additionnées et le mélange est laissé agiter durant 3 min .

Enfin , la quantité d'enzymes diluées à 10% est ajoutée, la réaction de catalyse se déroule pendant un temps déterminé, une fois la réaction est terminée , l'agitation est arrêtée et une centrifugation est réalisée à 4000 tr/min pendant 20 min, puis l'huile dégomée est récupérée pour le dosage de phosphore résiduel.

II.1. Construction du plan expérimental

La méthode des plans d'expériences est préconisée afin d'optimiser la démarche de réalisation d'expériences. Elle permet d'une part, de modéliser des phénomènes complexes rencontrés dans la plupart des procédés de fabrication ou d'expériences en laboratoire et d'autre part, de comprendre aussi bien les relations liant la réponse avec les facteurs, que les facteurs entre eux. Le but étant d'obtenir un maximum d'informations avec un minimum d'expériences, ce qui est synonyme de gain de temps et de productivité (Tinsson, 2010).

Le plan utilisé dans cette partie est le plan box-behnken (figure 25), qui est un plan à trois facteurs et qui comporte douze essais auxquels un ou plusieurs points centraux sont ajoutés (Goupy, 2000).

Le plan d'expérience a été réalisé par le logiciel JMP 10.0, le plan généré comprend 15 essais dont trois répétés en centre du domaine, mais aussi les calculs statistiques permettant d'évaluer la qualité du modèle mathématique (Goupy, 2002).

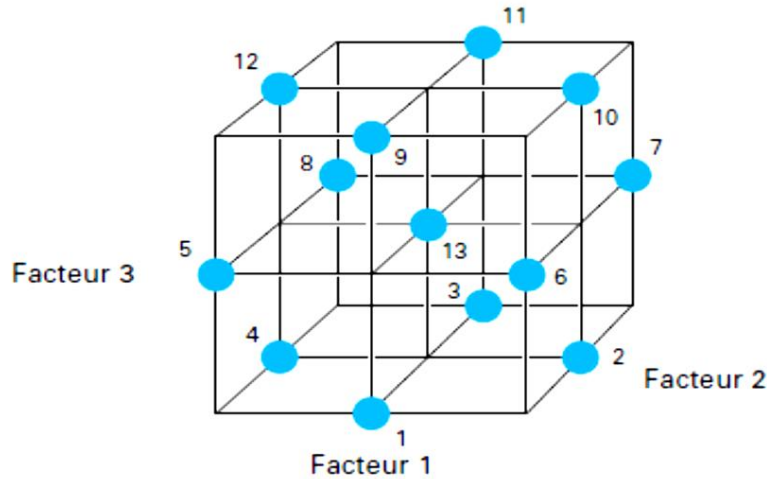


Figure 25 : Plan de Box-Behnken pour trois facteurs (Goupy, 2002)

Le tableau VIII regroupe les niveaux des facteurs, les valeurs mesurées et prédites des teneurs en phosphore résiduel. Les résultats montrent que les teneurs en phosphore résiduel varient de 0,48 à 9,66 ppm. A partir des données du tableau VIII, les valeurs expérimentales et prédites sont étroitement proches.

La figure 25 illustre les valeurs observées en fonction des valeurs prévues pour les teneurs en phosphore résiduel (ppm). Le graphique de la figure 26 soutient les faibles variations entre les valeurs observées et prédites ; tous les points sont inclus dans les intervalles de confiances. Le coefficient de détermination R^2 de 0,97 indique une bonne corrélation et affirme des similarités entre les valeurs expérimentales et théoriques

Tableau VIII : Matrice du modèle de Box-Benkhen (en valeurs codées et réelles des niveaux des trois variables) et les valeurs expérimentales et prédites des trois des trois facteurs (Akrouche et Charfa, 2013).

Essai	Enzyme (ppm) X_1		NaOH (μ L) X_2		Temps (h) X_3		Phosphore (ppm)	
	Valeurs codées	Valeurs réelles	Valeurs codées	Valeurs réelles	Valeurs codées	Valeurs réelles	Valeur mesurée	Valeur prédite
1	0	30	0	225	0	5	1	1,46
2	-1	25	-1	175	0	5	6,5	6,75
3	0	30	-1	175	-1	4	10	9,66

4	0	30	0	225	0	5	1,9	1,46
5	0	30	1	275	-1	4	4	4,73
6	1	35	0	225	1	6	4,8	4,71
7	0	30	1	275	1	6	2,2	2,53
8	1	35	1	275	0	5	5,5	5,25
9	1	35	-1	175	0	5	9,5	10,32
10	1	35	0	225	-1	4	6,6	6,11
11	-1	25	1	275	0	5	4	3,17
12	-1	25	0	225	-1	4	4,6	4,68
13	0	30	-1	175	1	6	7	6,26
14	-1	25	0	225	1	6	0	0,48
15	0	30	0	225	0	5	1,5	1,46

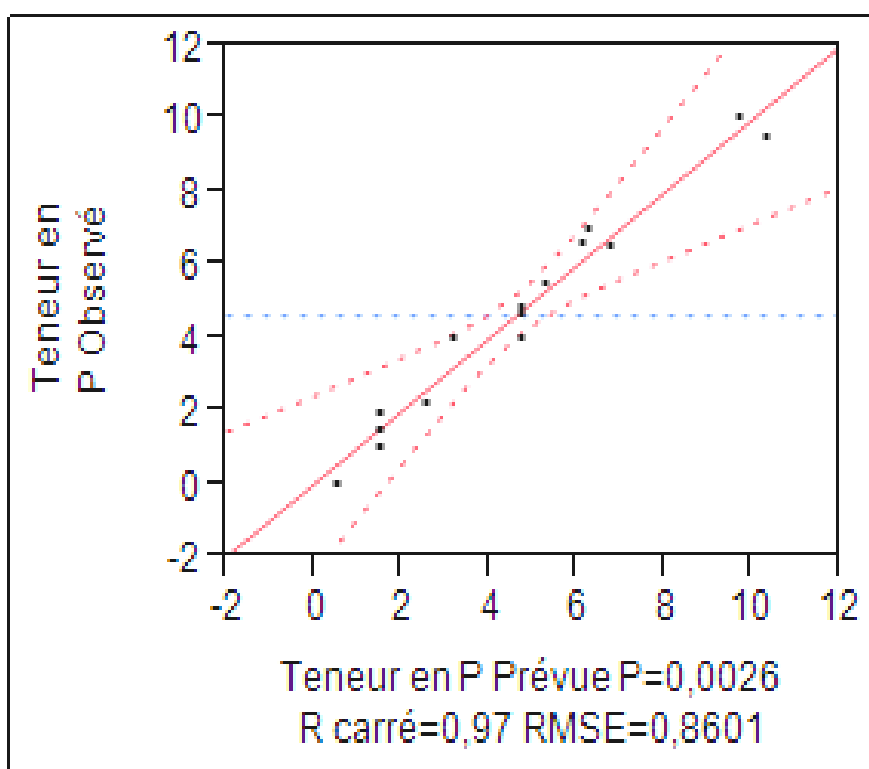


Figure 26 : Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prédites pour les teneurs en phosphore résiduel (Akrouche et Charfa, 2013)

➤ **Modèle global et manque d'ajustement**

Akrouche et Charfa (2003) ont constaté à partir des données de l'analyse de la variance que l'analyse de la régression du modèle (la teneur en phosphore résiduel) a montré des carrés des

moyennes de modèle soit supérieur aux carré des moyennes de résidus. Par ailleurs, le rapport de Fisher (F) indique la valeur de 18,20 pour ce modèle correspondant à une probabilité de (P< 0,0026). D'après ces résultats, Ils ont conclut que le modèle exprime de forte significativité vis-à-vis de la réponse expérimentale de la teneur en phosphore

Les résultats de traitement statistique indiquent que les défauts d'ajustement de modèle ne sont pas significatifs. Il faut noter que lorsque le test de défaut d'ajustement est non significatif, ainsi le modèle est jugé bon (Goupy, 2006). Akrouche et Charfa (2013) ont constaté que le défaut d'ajustement est n'est pas significatif (p<0,1063), ainsi il a une forte capacité d'explication des résultats expérimentaux et est jugé bon.

➤ **Effets des facteurs**

La significativité des effets des trois paramètres (la quantité d'hydroxyde de sodium, la quantité d'enzyme, le temps d'incubation) ainsi que leurs interactions sur la réponse (la teneur de l'huile dégomée en phosphore résiduel) ont été examinés par Akrouche et charfa (2013) suivant l'analyse de la variance.

Plus la différence entre la valeur du coefficient (estimation) et l'erreur standard est grande, plus le facteur est jugé influent. Cela peut se traduire par la comparaison du rapport de coefficient et de l'erreur standard indiquée par le «Rapport t ». Autrement dit, la significativité augmente avec la baisse de la valeur de probabilité ; elle est considérée statistiquement significative pour les valeurs de t inférieures à 0,05.

Les effets de facteurs sont jugés significatifs selon l'ordre décroissant suivant : quantité d'enzyme²> quantité d'enzyme> quantité Hydroxyde de sodium ²> quantité d'hydroxyde de sodium> temps d'incubation. Par ailleurs, les effets de trois interactions quantité d'enzyme-quantité de NaOH, quantité d'enzyme- temps d'incubation et quantité de soude- temps sont jugés non significatifs. Il apparait que la quantité de hydroxide de sodium ajoutée au cours du dégomage entraîne des effets quadratique et linéaire considérables comparativement à ceux de la quantité d'enzyme.

D'après les résultats obtenus précédemment, le modèle mathématique peut se présenter sous forme de polynômes de second degré. Le modèle s'est simplifié par l'élimination des effets jugés non significatifs dans l'analyse.

$$y = 1,4666 + 1,4125x_1 - 2,1625x_2 - 1,4x_3 + 1,5541x_1^2 + 3,35417x_2^2$$

L'intérêt de modéliser la réponse par un polynôme montre que son usage permet de résoudre la plupart des problèmes et ce sont eux qui ont la faveur des expérimentateurs (Indira et al., 1991 ; Goupy, 2000).

II.2. Détermination et validation des conditions optimales

Les conditions optimales de dégomme enzymatique de l'huile de soja sont déterminées par la maximisation de la désirabilité avec le module de Profileur de prévision du logiciel de JMP. Les conditions optimales des trois facteurs étudiés, quantité d'hydroxyde de sodium à 14% (μl), quantité d'enzyme (ppm) et temps d'incubation (h) sont 237,34 μl ; 26,86 ; 5,9 respectivement. Ces conditions permettent d'obtenir une réponse de minimiser la teneur en phosphore résiduel à 0,125ppm (Tableau IX).

Les valeurs théoriques optimales sont soumises à une validation expérimentale, trois essais sont préparés dans les conditions optimales déterminées. Les résultats obtenus sont différentes de la réponse prédite (la teneur résiduelle de phosphore de l'huile de soja dégomme).

Tableau IX : Conditions optimales et habituelles du dégomme enzymatique pour 200g d'huile brute.

Variable	Conditions habituelles	Valeurs optimales prédites
Quantité d'enzyme (ppm)	40	26,86
Quantité de la soude (μL)	231,4	237,35
Temps de réaction (h)	6	5,90
Teneur en phosphore résiduel (ppm)	10	0,126

Le résultat obtenu ne confirme pas la prévision proposée par le plan d'expérience : la teneur en phosphore doit être de 0,125 ppm, en revanche elle est de 0,698 ppm, ceci il pourrait s'expliquer par : l'activité et la performance de la lécitase ultra[®] pourraient ne pas être les mêmes entre cette présente étude et celle initiée par Akrouche et Charffa (2013), d'où la nécessité de proposer un protocole expérimental permettant de vérifier la performance et l'activité de la lecitase Ultra[®]. D'autres travaux rapportés par Yang et al. (2006) sur l'optimisation du dégomme enzymatique de l'huile de colza par la variation de trois facteurs (quantité d'enzyme, pH et température du milieu réactionnel) en utilisant le modèle Box-benken, ont abouti à une correspondance entre la réponse optimisée réellement obtenue et celle prédite par le modèle mathématique.

Tableau X : teneurs en phosphore des huiles dégommees obtenues dans les conditions optimales

Essai	Enzyme (ppm)	NaOH (μ l)	Temps de reaction (h)	Phosphore (ppm)
1	26,86	237,34	5,9	0,65
2	26,86	237,34	5,9	0,68
3	26,86	237,34	5,9	0,75
Moyenne		-	-	0,690
Ecart type		-	-	0,05
Valeur predite	-	-	-	0,126

CONCLUSION

Le dégomme constitue une opération importante dans le raffinage des huiles végétales. Plusieurs méthodes ont été mises au point ; à cet effet, l'une des plus récentes en la matière de dégomme est le dégomme enzymatique faisant intervenir des enzymes pour favoriser l'élimination des phospholipides.

Nous avons vérifié les conditions optimales (quantité d'enzyme, quantité d'hydroxyde de sodium et temps de la réaction) qui ont été prédites par un modèle mathématique en utilisant les plans d'expérience.

Les résultats de l'optimisation ont été obtenus ultérieurement par Charfa et Akrouche (2013) sont : quantité de l'enzyme est de 26,86 ppm, le volume d'hydroxyde de sodium à 14% est de 0,273 ml et le temps de réaction est de 5,9 h. Ainsi il permet d'obtenir une teneur en phosphore résiduel (réponse) de 0,12 ppm. En revanche nous n'avons pas pu aboutir à une ressemblance entre la valeur réellement obtenue (expérience réalisée) avec celle prédite par le modèle (plan d'expérience), mais la teneur en phosphore résiduelle reste inférieure à la limite maximale tolérée (<10 ppm).

Références bibliographiques

I. l'huile d'olive

-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.
- Abu-Reidah I., Yasin M., Urbani S., Servilli M et Montedoro, G. (2013). Study and characterization of Palestinian monovarietal Nabali virgin olive oils from northern West Bank of Palestine. *Food Research International* ,54, 1959 -1964.
- Ahsan H, Ali A and Ali R (2003). Oxygen free radicals and systemic autoimmunity. *Clinical and Experimental Immunology*, 131, 398-404.
- Aguilera MP, Beltran G, Ortega D, Fernandez A, Jimenez A, Uceda M (2005) Characterisation of virgin olive oil of Italian olive cultivars: 'Frantoio' and 'Leccino', grown in Andalusia. *Food Chemistry*, 89,387–391.
- 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.
- Allalout,A., Krichéne, D., Methenni, K., Taamalli, A., Oueslati, I., Daoud, D and Zerrouk, M. (2009).Characterization of virgin olive oil from Super Intensive Spanish and Greek varieties grown in northern Tunisia. *Scientia Horticulturae* ,120 ,77–83.
- Angerosa F., Basti C., et Vito R. (1999). Virgin olive oil volatile compounds from lipoxigenase pathway and characterization of some Italian cultivars. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47 (3), 836-839.
- 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.
- Angerosa F., Servili M., Selvaggini R., Taticchi A., Esposto 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 and García-González L.D. (2013). Olive Oil Characterization and Traceability In "Handbook of Olive Oil Analysis and Properties" . _Aparicio R & Harwood J, (Eds.). *Springer*, pp., 431.
- Aparicio R. and Luna G. (2002). Characterisation of monovarietal virgin olive oils. *European Journal of Lipids Science and Technology*, 104:1-12.
- Aparicio, R., Roda L., Albi A.M. and Gutiérrez F. (1999). Effect of Various Compounds on Virgin Olive Oil Stability Measured by Rancimat. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*.47, 4150-4155

- Arslana, D et Schreiner M. (2012). Chemical characteristics and antioxidant activity of olive oils from Turkish varieties grown in Hatay province. *Scientia Horticulturae*, 144:141–152.
- Assmann G. and Wahrburg U.(2000). Effets des composants mineurs de l’huile d’olive sur la santé. Institut de recherche sur l’athérosclérose, université de Mûnste, Allemagne : 1-8.
- Azzi A. and Stocker A. (2000). Vitamin E: non-antioxidant roles. *Progress in Lipid Research*. 39(3): 231-255.

-B-

- Barjol, J.L. (2003). Introduction. In Handbook of Olive Oil Analysis and Properties. AparicioR and Harwood J. (Eds.). *Springer* .Pp . 1-16.
- Baccouri B., Zarrouk W., Baccouri O., Guerfel M., Nouairi I., Krichene D., Daoud D. and Zarrouk M. (2008). Composition, quality and oxidative stability of virgin olive oils from some selected wild olives (*Olea europaea* L. subsp. *Oleaster*). *Grasas y Aceites*, 59 (4): 346-351.
- Baccouri O., Guerfel M., Baccouri B., Cerretani L.(2008). Chemical composition and oxidative stability of Tunisian monovarietal virgin olive oils with regard to fruit ripening. *Food Chemistry* 109 ,743–754
- Ballus C.A., Meinharta A.D., Brunsb R.E. and Godoy H.T.(2011). Use of multivariate statistical techniques to optimize the simultaneous separation of 13 phenolic compounds from extra-virgin olive oil by capillary electrophoresis. *Talanta*, 83 : 1181–1187
- 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. *FoodChemistry*, 89: 207–215.
- Beltran G., Ruano M.T., Jimenez A., Uceda M., and Aguilera, M.P., (2007), Evaluation of virgin olive oil bitterness by total phenol content analysis, *European Journal of Lipid Sciences Technologies.*, 108, 193–197.
- Beauchamp G.K., Keast R.S.J., Morel D., Lin J., Pika J., Han Q., Lee C.H., Smith A.B. and Wreslin P.A.S. 2005. Ibuprofen-like activity in extra-virgin olive oil. *Nature*, 437: 45-46.
- Ben Tekaya I et Hassouna M. (2005). Etude de la stabilité oxydative de l’huile d’olive vierge extra tunisienne au cours de son stockage. *Oilseeds and fats Crops and Lipids*,12 (5-6) : 453-456.
- Ben temmime S., Taamalli W., Baccouri B., Abaza L., Djouja D et Zerrouk M. (2006).Changes in olive oil quality of Chétoui variety according to origin of plantation. *Journal of Food Lipids*. 13:88–99.

- Ben Youssef N., Abaza L., Youssef O., Naeit Mohamed S., Nizard D., Chedly A and Mokhtar Z. (2012). Influence of the Site of Cultivation on Chétoui Olive (*Olea europaea* L.) Oil Quality. *Plant Production Sciences*, 15(3): 228-237.
- Ben Youssef N., Zarrouk W., Carrasco-Pancorbo A., Ouni Y., Segura-Carretero A., Fernandez-Gutierrez A., Daoud D. and Zarrouk M. (2010). Effect of olive ripeness on chemical properties and phenolic composition of chétoui virgin olive oil. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 90: 199-204.
- Ben Youssef, O., Guido, F., Manel I., Ben Youssef, N., Pier, C. L., Mohamed H., Daoud D et Mokhtar Z.(2011). Volatile compounds and compositional quality of virgin olive oil from Oueslati variety: Influence of geographical origin. *Food Chemistry* :124 1770–1776
- Bengana M., Bakhouch A., Sanchez- Lozano J., Amir Y. et Youyou A. (2013). Influence of olive ripeness on chemical properties and phenolic composition of Chemlal extra-virgin olive oil. *Food Research International* : 54 1868–1875.
- Bester 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.
- Biano. A., Terracone C., Viggiani I., Alessandro M. (2013). Effects of Cultivars and Location on Quality, Phenolic Content, *American oil chemists Society*, 90:103–111.
- 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):971-4.
- Blekas G. and Boskou D. (1998). Antioxidative activity of 354-dihydroxyphenylacetfc acid and a-tocopherol on the triglyceride matrix of olive oil. Effect of acidity. *Grasas y Aceites* 49(1):34-37.
- Boscou D.(1996). Olive oil: chemistry and technology. Champaign Illinois. *American oil chemists' Society*, 69:552-555
- Boskou D.(2006). Characteristics of the Olive Tree and Olive Fruit: in Olive Oil, Chemistry and Technology, *The American Oil Chemists' Society*, pp 13-20.
- Boskou D.(2009). Phenolic Compounds in Olives and Olive Oil in “Olive oil: minor constituents and Health” Boskou D.(Ed). *Taylor & Francis Group*. New York pp 11-44.
- Boukachabine N., Ajana H., and Abderraouf El Antari A. (2011). A study of fatty acids and triglycerides oil composition and quality parameters of five autochthon olive varieties in Marocco. *Lebanese Science Journal*, 12, (2), 45-68.
- Brand-Williams W., Cuvelier M. E and Berset C. (1995). Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *Lebensmittel - Wissenschaft Technologie*, 28 : 25-30.

Busch J.L.H.C. Hrnčirik K., Bulukin E., Boucou C and Mascini M.(2006). Biosensor Measurements of Polar Phenolics for the Assessment of the Bitterness and Pungency of Virgin Olive Oil. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 54, 4371-4377.

-C-

C.E.E. (2568/91). Communauté Économique Européenne. Règlement (CEE) N°2568/91 de la commission du juillet (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.

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.

Carrasco- Pancorbo A., Cerretani L., Bendini A., Segura- Carretero A., Del Carlo M., GallinaToschi T., Lercker G., Compagnone D. (2005). Evaluation of the Antioxidant Capacity of Individual Phenolic Compounds in Virgin Olive Oil. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 53: 8918-8925.

Carrasco-Pancorbo A., Cerretani L., Segura-Carretero A., Gallina-Toschi T., Lercker G. and Fernandez-Gutierrez A. (2006). Evaluation of individual antioxidant activity of single phenolic compounds on virgin olive oil. *Progress In Nutrition*, 8 (1): 28-39.

Caruso D., Colombo R., Patelli R., Giavarini F and Galli G. (2000). Rapid Evaluation of Phenolic Component Profile and Analysis of Oleuropein Aglycon in Olive Oil by Atmospheric Pressure Chemical Ionization-Mass Spectrometry (APCI-MS). *Journal of Agricultural Food Chemistry*, 48: 1182-1185.

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 :4 46-50.

Ceci L.N. and Carelli A.A. (2007). Characterization of monovarietal Argentinian olive oils from new productive zones. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 84: 1125-1136

Cerratani L., Bendini A., Del carlo A., Piga A., Vecca V., Caboni M.F. and Toschi T.G. (2006).Preliminary characterisation of virgin olive oils obtained from different cultivars in Sardinia. *European of Food Research and Technology*,222: 354–361

Cicerale S., Conlan X.A., Sinclair A. J. and Keast R. S. J. (2009). Chemistry and health of olive oil phenolics. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 49: 218-236.

Cioffi G , Sabina Pesca M, De Caprariis P, Braca A., Severino L and De Tommasi N. (2010).Phenolic compounds in olive oil and olive pomace from Cilento(Campania, Italy) and their antioxidant activity. *Food Chemistry* ,121 :105–111.

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

Condelli N., Caruso M. C., Galgano F., Russo D., Milella L and Favati Fabio.(2013). Prediction of the antioxidant activity of extra virgin olive oils produced in the Mediterranean area. *Food Chemistry* 177, 233–239.

-D-

D'Archivio M., Filesi C., Di Benedetto R., Gargiulo R., Giovannini C. and Masella R. (2007). Polyphenols, dietary sources and bioavailability. *Annali dell'Instito Superiore di Sanità*. 43, 4: 348-361.

D'Imperio M., Dugo G., Alfa, M., Mannina L., and Segre A. L. (2007). Statistical analysis on Sicilian olive oils. *Food Chemistry*, 102(3):956–965.

Dabbou S., Rjiba I., Nakbi A., Gazzah N., Issaoui M and Hammami M. a (2010) Compositional quality of virgin olive oils from cultivars introduced in Tunisian arid zones in comparison to Chemlali cultivars. *Scientia Horticulturae*, 124: 122–12.

Dabbou S., Sifi S., Rjiba I., Esposto S., Taticchi A., Seville M., Montedoro G F and Hammami M. b (2010) Effect of Pedoclimatic Conditions on the Chemical Composition of the Sigoise Olive Cultivar. *Chemistry & Biodiversity*, 7:898-908.

Dabbou S., Rjiba I., Nakbi A., Gazzah N., Issaoui M et Hammami M. (2010). Compositional quality of virgin olive oils from cultivars introduced in Tunisian arid zones in comparison to Chemlali cultivars. *Scientia Horticulturae* :124 122–127.

Deiana M., Rosa A., Cao C. F., Pirisi F. P., Bendini G. and Dessi M. A. (2002). Novel approach to study oxidative stability of extra virgin olive oils: importance of α -tocopherol concentration. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50: 4342-4346.

De Lacroix E L.(2003). The olive oil sector in the European Union European Commission, *Directorate-General for Agriculture*, pp. 6.

Di Giovacchino, L. (2013), Technological Aspects. In *Handbook of Olive Oil Analysis and Properties*. Aparicio R & Harwood J. (Eds.). *Springer*. New York, pp , 57-93.

Dirman A et Dibeklioglu H. (2009). Characterization of Turkish Virgin Olive Oils Produced from Early Harvest Olives. . *Journal of American Oil Chemist's Society* 86:663–674.

Douzane M., Tamendjari A., Abdi A.K., . Daas M-S. Mehdid F., and Bellal M.M. (2013). Phenolic compounds in mono-cultivar extra virgin olive oils from Algeria. 2013. *Grasas y Aceites*, 64 (3) 285-294.

Douzane M., Nouani A., Brahimi A. et Bellal M.M. (2010). Influence de la Variété, de la Campagne Oléicole et de la Région Sur la Composition en Acide Gras de Quelques

Huiles D'olives Vierges Algérienne. *European Journal of Scientific Research*, 46 (3) : 339-351.

Douzane, M. et Bellal, M.M. (2004) Etude des caractéristiques physico-chimiques des huiles de quelques variétés de populations d'olive de la région de Béjaïa. *Science et Technologie* , 22 : 86-93.

-E-

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

Espin J. C., Soler-Rivas C and Harry .J .(2000). Characterization of the Total Free Radical Scavenger Capacity of Vegetable Oils and Oil Fractions Using 2,2-Diphenyl-1-picrylhydrazyl Radical. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* , 48: 648-656.

Essiari M., Zouhair R et Chimi H.(2014). Contribution à l'étude de la typicité des huiles d'olive vierges produites dans la région de Sais (Maroc). *Olivae* ,119 :8-22

Esti M., Cinquanta L. et La Notte E. (1998). Phenolic compounds in different olive varieties. *Journal Agricultural and Food Chemistry*, 46:32-35.

-F-

Favati F., Condelli N., Galgano F., Carmela Caruso M. (2013). Extra virgin olive oil bitterness evaluation by sensory and chemical analyses .*Food Chemistry*, (139) : 949–954.

Favier A. (2003). Le stress oxydant: Intérêt conceptuel et expérimental dans la compréhension des mécanismes des maladies et potentiel thérapeutique. Mécanismes biochimiques. *Actualité Chimique*, 108-115.

Finotti E and Di Majo D.(2003). Influence of solvents on the antioxidant property of Flavonoids. *Nahrung/Food*. 47 (3): 186 – 187.

Frankel E.N. 1993. In search of better methods to evaluate naturel antioxydants and oxydative stability in food lipids. *Trands in Food Science & Technology*, 4:220-225.

Fuentes de Mendoza M., Gordillo D. C., Expósito J. M.2013. Chemical composition of virgin olive oils according to the ripening in olives. *Food Chemistry*, 141: 2575–2581.

-G-

Gadow A., Elizabeth Joubert E., and Hansmann C.F. (1997). Comparison of the Antioxidant Activity of Aspalathin with That of Other Plant Phenols of Rooibos Tea (*Aspalathus*

- linearis*), a-Tocopherol, BHT, and BHA. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 45, 632-638.
- Gallina-Toschi T., Lercker G., Compagnone D. and Fernandez-Gutierrez A.(2005). Evaluation of the antioxidant capacity of individual phenolic compounds in virgin olive oil. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53: 8918-8925.
- Gandul-Rojas B. and Mínguez-Mosquera M.I. (1996). Chlorophyll and carotenoid composition in virgin olive oils from various Spanish olive varieties. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 72: 31-39.
- Gandul-Rojas B., Gallardo-Guerrero L., Roca M. and Aparicio-Ruiz R. (2013). “Chromatographic Methodologies: Compounds for Olive Oil Color Issues In Handbook of Olive Oil Analysis and Properties”. Aparicio R & Harwood J. (Eds). Springer. New York. 219- 253.
- Gandul-Rojas B., María Roca-L. Cepero M.L and Mínguez-Mosquera I.M. (2005). Use of Chlorophyll and Carotenoid Pigment Composition to Determine Authenticity of Virgin Olive Oil. *Journal of the American Oil Chemist’s Society*.77 :853–858
- Garcia-Gonzalez D.L., Aparicio-Rui R. et Aparicio R. (2008). Virgin olive oil-chemical implications on quality and health. *European Journal of Lipid Science and Technology*,110:1-6
- Gargouri B., Ammar S., Zribi A., Ben Mansour A et Bouaziz M. (2013). Effect of growing region on quality characteristics and phenolic compounds of chemlali extra-virgin olive oils. *Acta Physiologiae Plantarum*, 35:2801–2812.S
- Giuffrida D., Salvo F., Salvo A., Pera L.L. and Dugo G. (2006). Pigments composition in monovarietal virgin olive oils from various Sicilian olive varieties. *Food Chemistry*, 833-837.
- Goamez S., Salvador M.D and Fregapane G.2002. Phenolic Compounds Profile of Cornicabra Virgin Olive Oil. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*. 50, 6812-6817.
- 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.
- Gould, W.A. (1992) Total quality management for the food industries. Baltimore. USA: CTI Publications Inc.
- Gorinstein S., Martin Belloso O., Katrich E., Lojek A., Czek M. and Gligelmo-Miguel N. (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 Nutrition. Biochemistry*, 14: 154-159.
- Grigoriadou D., Androulaki A., Psomiadou E. and Tsimidou M.Z. (2007). Solid phase extraction in the analysis of squalene and tocopherols in olive oil. *Food Chemistry*, 105: 675– 680.
- Guerfel M., Ouni Y., Taamalli A., Boujnah D., Stefanoudaki E. and Zarrouk M. (2009). Effect of location on virgin olive oils of the two main Tunisian olive cultivars. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 111: 926–932.
- Gutierrez F., Jimenez B., Ruiz A. et Albi M. A. (1999). Effect of olive ripeness on the oxidative stability of virgin olive oil extracted from the varieties picual and hojiblanca and on the different components involved. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47: 121-127.
- Gutierrez Rosales F., Perdiguero S., Gutiérrez R., Olías J.M. (1992). Evaluation of the Bitter Taste in Virgin Olive Oil. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 69 (4), 394-395.
- Gutiérrez F, Villafranca M.J and Castellano, M.J. (2002). Changes in the Main Components and Quality Indices of Virgin Olive Oil During Oxidation. *Journal of the American Oil Chemists Society* 79 (7), 669-676.
- Gutierrez, F., Arnaud, T., & Garrido, A. (2001). Contribution of polyphenols to the oxidative stability of virgin olive oil. *Journal of Science and Food Agriculture*, 81: 1
- Gutiérrez-Rosales, F. (1989). Determinación de la estabilidad oxidativa de aceites de oliva vírgenes: Comparación entre el método del oxígeno activo (A.O.M.) y el método rancimat. *Grasas y Aceites*, 40, 1–5.
- H-**
- Haddada F. M., Manai H., Ouslati I., Daoud D., Sanchez J., Osorio E and Zarrouk M. 2007. Fatty Acid, Triacylglycerol, and Phytosterol Composition in Six Tunisian Olive Varieties. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 55, 10941–10946.
- Haddam M. , Chimi H. , A. El-Antari A., Zahouily M., Mouhibi R. , Zaz A., Ibrahimi M., et A. Amine. (2014). Caractérisation physico-chimique et stabilité oxydative des huiles d'olive des variétés Picholine marocaine, Haouzia, Koroneiki et Arbéquine de la région oléicole centrale du Maroc (Chaouia-Ouardigha). *Olivae*, 50, 716-721.
- Harwood J. L. et Aparicio R. (2000). Handbook of olive oil: analysis and properties. *Gaithersburg Maryland, USA: Aspen publications, Inc.* 620 pages.
- Hashempour A., Ghazvini R.F., Bakhshi D., Sanam A.S. (2010). Fatty acids composition and pigments changing of virgin olive oil (*Olea europea* L.) in five cultivars grown in Iran. *Australian Journal of Crop Science*. 4(4):258-263
- Henry, S. 2003. L'huile d'olive, son intérêt nutritionnel, ses utilisation en pharmacie et en cosmétique. Th. Université Henri Poincaré- Nancy, 86 p.

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

-I-

Idrissi A. et Ouzzani N. (2009). Apport des descripteurs morphologiques à l'inventaire et à l'identification des variétés d'olivier (*Olea europaea* L.) *Bioversity International - FAO.*, 136: 1-10.

IOC (International Olive Council). (2013) World market in figures. *Olivae* 115:26–29.

Issaoui M., Dabbou S., Echbili A., Rjiba I., Gazzah N., Trigui A. and Hammami M. (2007). Biochemical characterisation of some Tunisian virgin olive oils obtained from different cultivars growing in Sfax National Collection. *Journal of Food, Agriculture and Environment*, 5 (1): 17-21.

Issaoui, M., Flamini, G., Brahmi, F., Dabbou, S., Ben Hassine, K., Taamali, A., Chabah, H., Ellouz, M., Zarrouk, M et Hammami M. (2010). Effect of the growing area conditions on differentiation between Chemlali and Chétoui olive oils. *Food Chemistry*, 119 : 220–225.

Ivanov S (1929). The factors in the process of oil formation in plants. *J Osterreichische Chemiker Zeitung* 32:89.

Ivekovic D. S., Milardovic M., Roboz B.S., Grabaric. (2005). Evaluation of the antioxidant activity by flow injection analysis method with electrochemically generated ABTS radical cation. *The Analyst* , 130-708.

-J-

Jacotot. (1996). Huile d'olive et prévention. *Clinical Nutrition & Metabolic*, 10: 7-9.

-K-

Kalua C.M., Allen M.S., Bedgood D.R., Bishop A.G., Prenzler P.D. and Robards K. (2007). Olive oil volatile compounds, flavour development and quality: A critical review. *Food Chemistry*, 100 (1): 273-286.

Kamal-Eldin A. and Appelquist L.A. (1996). The chemistry and antioxidant properties of tocopherols and tocotrienols. *Lipids*, 31: 671-701.

Kandylis P., Vekiaris A.S., Kanellaki A.S., Vekiaris M., Kanellaki N., Grati Kamoun M., Msallem M., et Kourkoutas, Y. (2011). Comparative study of extra virgin olive oil flavor profile of Koroneiki variety (*Olea europaea* var. *Microcarpa alba*) cultivated in Greece and Tunisia during one period of harvesting. 2011. *LWT - Food Science and Technology* , 44 :1333-1341.

Kapellakis L.E., Tsagarakis K.P., Crowther J.C. (2008). Olive oil history, production and by-product management. *Revision of Environmental Science Biotechnology* , 7:1–26.

Keceri S et Sebai Z. (2014). Suivi du verger oléicole installé à El outaya (Biskra). Institut technique de l'arboriculture et de la vigne : ferme de démonstration de sidi aich . rapport d'activité :19p.

Kiokias S. & Gordod H.M. (2004). Antioxidant properties of carotenoids *in vitro* and *in vivo*. *Food Reviews International*. 20. 2: 99-121.

Kiritsakis A. K. (1998). Flavor components of olive oila review. *American Oil Chemists 'Society*, 75(6): 673-681.

-L-

Laincer, F., Laribi R., Tamendjaria, A., Arrarb L., Rovellinic P., and. Venturinic S. (2014). Olive oils from Algeria: Phenolic compounds, antioxidant and antibacterial activities. *Grasas Y Aceites* 65(1):7-9.

Laurent A. and Barnouin A. (2000). L'olive. Ed. Minevra, 140p.

Lavelli, V., (2002). Comparison of the antioxidant activities of extra virgin olive oils. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 50, 7704–7708.

Le K., Chiu F. et Ng K. (2007). Identification and quantification of antioxidants in *Fructus lycii*. *Food Chemistry*. (105): 353-363.

Lee J., Koo N. & Min D.B. (2004). Reactive oxygen species, aging, and antioxidative nutraceuticals. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*. Pp 21-32.

León-Camacho M., Morales M.T and Aparicio R .(2013). Chromatographic Methodologies: Compounds for Olive Oil Traceability Issues In : “Handbook of Olive Oil Analysis and Properties” . . Aparicio R and · Harwood J, (Eds) *Springer*.New York.pp;146:213

López-Cortés I., Salazar-García D.C. , Velázquez-Martí B., Salazar D.M.(2013). Chemical characterization of traditional varietal olive oils in East of Spain. *Food Research International* ,54:1934–1940.

Loussert R., Brousse C., (1978). L'olivier, Techniques culturales et productions méditerranéennes, Edit, C.P, Maisonneuve et Larouse, Paris, 437p.

Luaces P., Perez A.G., García J.M. and Sanz C.(2005). Effects of heat-treatments of olive fruit on pigment composition of virgin olive oil. *Food Chemistry*, 90: 169-174.

Lugasi A., Hóvári J., Sági K.V. and Bíró L. (2003). The role of antioxidant phytonutrients in the prevention of diseases. *Acta Biologica Szegediensis*, 47 (1-4):119-125.

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-

- Machado M., Felizardo C., Fernandes-Silva A.A., Nunes F.M and Barros A. (2013). Polyphenolic compounds, antioxidant activity and L-phenylalanine ammonia-lyase activity during ripening of olive cv. "Cobrançosa" under different irrigation regimes. *Food Research International*. 51: 412–42.
- Manach C., Scalbert A., Morand C., Rémésy C. and Jiménez L . (2004). Polyphenols: foodsources and bioavailability. *American Journal of Clinical Nutrition*, 79 (5): 727-747.
- Manai-Djebali H., Krichene D., Ouni Y., Gallardo L., Sanchez J., (2012). Chemical profiles of five minor olive oil varieties grown in central Tunisia. *Journal of Food Composition and Analysis*, 27: 109–119.
- Mateos R., Uceda M., Aguilera M.P., Escuderos M.E. and Beltran M.G. (2006). Relationship of Rancimat method values at varying temperatures for virgin olive oils. *European Food Research and Technology*, 223: 246-252.
- McDonald, S., Prenzler, P. D., Antolovich, M., & Robards, K. (2001). Phenolic content and antioxidant activity of olive extracts. *Food Chemistry*, 73, 73–84.
- Medina, E., de Castro, A., Romero, C., and Brenes, M. (2006). Comparison of the concentrations of phenolic compounds in olive oils and other plant oils: correlation with antimicrobial activity. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 54:4954–4961
- Mendil M. and Sebai A. 2006. L'olivier en Algerie, aperçu sur le patrimoine génétique autochtone. Institut Technique de L'arboriculture fruitière et de la vigne. pp 99.
- Milella, L., Bader, A., De Tommasi, N., Russo, D., & Braca, A. (2014). Antioxidant and free radical-scavenging activity of constituents from two *Scorzonera* species. *Food Chemistry*, 160, 298–304.
- Minguez-Mosquera M.I., Rejano L., Gandul B., Higinio A. and Carido J. (1991). Color pigment correlation in virgin olive oil. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 68: 332-336.
- Mishra K , Ojha H. Chaudhury N.K.(2012). Estimation of antiradical properties of antioxidants using DPPH assay:A critical review and results. *Food Chemistry*, 130 :1036–1043
- Montedoro G., Servilli M., Baldioli M. and Miniati E. (1992). Simple and hydrolysable phenolic compounds in virgin olive oil. 1. Their extraction, separation and quantitative and semiquantitative evaluation by HPLC. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 40: 1571-1576.
- Morales M T. et M Tsimidou. (2000). The role of volatile compound and polyphenols olive oil sensory quality. in: Harwood, J. and Ramon Aparicio R.(Eds). *Springer*. New York,pp 245-256.
- Morello J.R., Romero M. P et Motiva 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 : 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 Abriculture*, 71: 345-350.

Mraicha F., Ksantini M., Zouch O., Ayadi M., Sayadi S and Bouaziz M.(2010).Effect of olive fruit fly infestation on the quality of olive oil from Chemlali cultivar during ripening .*Food and Chemical Toxicology*,(48) :3235–3241

-N-

Nadour M., P. Michaud P. and Moulti-Mati F. (2012). Antioxidant Activities of Polyphenols Extracted from Olive (*Olea europaea*) of Chamlal Variety. *Applied Biochemistry and Biotechnology*. 167:1802–181

Nakbi A., Issaoui M., Dabbou S., Koubaa N., Echbili A., Hammami M and Attia,N.(2010). Evaluation of antioxidant activities of phenolic compounds from two extra virgin olive oils. *Journal of Food Composition and Analysis*: 23, 711–71.

Nieves Criado M., Ramón Morelló J., José Motilva M., and Paz Romero M.(2004). Effect of Growing Area on Pigment and Phenolic Fractions of Virgin Olive Oils of the Arbequina Variety in Spain. *Journal of American Oil Chemist’s Society*, 81:633–640 .

Noorali M., Barzegar M et Sahari M. A.2014. Sterol and Fatty Acid Compositions of Olive Oil as an Indicator of Cultivar and Growing Area. *Journal of American Oil Chemist’s Society*, 91:1571 1581.

-O-

Oliveras-Lopez M. J.Berna G., Carneiro E.M., de la Serrana P.G., Martín, f., Carmen Lopez M. (2008). An Extra-Virgin Olive Oil Rich in Polyphenolic Compounds Has Antioxidant Effects in *Of1* Mice. *Journal of Nutrition*. 138: 1074–1078.

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*, , 965:169-196.

Ortega-García, N.G.-M.J., (2006). Refining of high oleic safflower oil:effect on the sterols and tocopherols content. *European Food Research and Technology*.223, 775–779.

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.

Owen R.W., Haubner R., Mier W., Giacosa A., Hull W.E., Spiegelhalder B. and BartschH. (2003). Isolation, structure elucidation and antioxidant potential of the major phenolic and flavonoid compounds in brined olive drupes. *Food and Chemical Toxicology*, 41:703–717.

Owen R.W., Mier W., Giacosa A., Hull W. E., Spiegelhalder B. and Bartsch H. (2000).Olive-oil consumption and health: the possible role of antioxidants. *The Lancet Oncology*, 1:107-112.

-P-

- Paradiso V.M., Gomes T., Nasti R., Caponio F. and Summo C. (2010). Effects of free fatty acids on the oxidative processes in purified olive oil. *Food Research International*, 43:1389-1394.
- Pardo J. E., Cuesta M. A., Alvarruiz A., Granell J. D., and Álvarez-Ortí M. (2011). Evaluation of potential and real qualities of virgin olive oil from the designation of origin (DO) “Aceite Montes de Alcazaz” (Albacete, Spain). *Food Chemistry*, 124: 1684–1690.
- Perrin J.L. (1992). Les composés mineurs et les antioxygènes naturels de l’olive et de son huile. *Etude et Recherche*, 4: 25-31.
- Piironen V., Lindsay D.G., Miettinen. TA and Toivo J, Lampi AM (2000) Plant sterols: biosynthesis, biological function and their importance to human nutrition. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 80:939–966.
- 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.
- Pinelli P., Galardi C., Mulinacci N., Vincieri F.F., Cimato A. and Romani A. (2003). Minor polar compound and fatty acid analyses in monocultivar virgin olive oils from Tuscany. *Food Chemistry*, 80: 331–336.
- Popovici C., 1, Saykova I, 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. and Tsimidou M. (2001). Pigments in Greek virgin olive oils: occurrence and levels. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 81: 640-647.
- Psomiadou E., Tsimidou M. and Boskou D. (2000). α -Tocopherol content of Greek virgin olive oil. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48:1770-1775.
- Psomiadou E and Tsimidou M. (2002). Stability of Virgin Olive Oil. 1. Autoxidation Studies. *Journal of Agriculture and Chemistry*, 50 (4):716-72.

-R-

- Reboredo-Rodríguez,P., González-Barreiro,C.,Cancho-Grande, B., Simal-Gándara J. (2014).Quality of extra virgin olive oils produced in an emerging olive growing area in northwestern Spain. *Food Chemistry*, 168: 418–426.
- Roca M. and Minguez-Mosquera M.I. 2001. Changes in Chloroplast Pigments of Olive Varieties during Fruit Ripening. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 49: 832-939.
- Rotondi A., Bendini A., Cerretani L., Mari M., Lerker G and Gallina Toschi T. (2004)Effect of Olive Ripening Degree on the Oxidative Stability and Organoleptic Properties of Cv. Nostrana di Brisighella ExtraVirgin Olive Oil, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52: 3649-3654 .

Romero C., Medina E., Vargas J., Brenes M. and De Castro A.(2007). *In vitro* activity of olive polyphenols against *Helicobacter pylori*. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 55 (3):680-686.

Ruch, R.J., Cheng, S.J and Klaunig, J.E., 1989. Prevention of cytotoxicity and inhibition of intercellular communication by antioxidant catechins isolated from Chinese green tea. *Carcinogen*, 10: 1003–1008.

-S-

Salvador M.D., Aranda F., Alonso- Gomez S and Fregapane G.(2001). Cornicabra virgin olive oil: a study of five crop seasons. Composition, quality and oxidative stability. *Food Chemistry*, 74,267–274

Sánchez C. S., Troncoso González A.M. Garcia Parrilla M.C., Quesada Granados J.J. Lopez Garcia de la Serrana H and Lopez 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.

Sánchez-Ortiz A., Ana G. Pérez A.G and Sanz C.(2013). Synthesis of aroma compounds of virgin olive oil: Significance of the cleavage of polyunsaturated fatty acid hydroperoxides during the oil extraction process. *Food Research International*, 54: 1972 -1978

Salvador M. D., Aranda F., Alonso-Gomez S and Fregapane G.(2000). Quality characteristics of Cornicabra virgin olive oil. *International Journal of Advanced Chemistry*,1: 32/39.

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.

Segura-Carretero A., Menéndez J and Fernández-Gutiérrez A.(2010). Polyphenols in Olive Oil: The Importance of Phenolic Compounds in the Chemical Composition of Olive Oil In "Olives and Olive Oil in Health and Disease Prevention". Editions Elsevier. Preedy V. R. and Ross Watson R. pp. 169-170.

Servili M., Selvaggini R., Esposto S., Taticchi A., Montedoro G. and 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*, 1054: 113-127.

Servili M., Sordini B., Esposto S., Urbani S., Veneziani G., Di Maio I., Selvaggini R and Taticchi A.(2014). Biological Activities of Phenolic Compounds of Extra Virgin Olive Oil. *Antioxidants*, 3 :1-23.

Sotiroudis T.G. and Kyrtopoulos S.A. (2008). Anticarcinogenic compounds of olive oil and related biomarkers. *European Journal of Nutritional*, 47: 69–72.

Stefanouadaki E., Kotsifaki F. and Koutsaftakis A. (1999). Classification of virgin olive oils of the two major Cretan cultivars based on their fatty acid composition. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 76 (5): 623-626.

-T-

- Taamalli A., Gomez-Caravaca A.M., Zarrouk M., Segura-Carretero A. and Fernandez-Gutierrez A. (2010). Determination of apolar and minor polar compounds and other chemical parameters for the discrimination of six different varieties of Tunisian extra-virgin olive oil cultivated in their traditional growing area. *European Food Research and Technology*, 231:965–97
- Tamendjari A., Angerosa F., Mettouchi M., Bellal M.M.,(2009). The effect of fly attack (*Bactrocera oleae*) on the quality and phenolic content of Chemlal olive oil, *Grasas Aceites*, 60 (5), 507-513.
- Tanouti K., Elamrani A , Serghini-Caid H., khalid A., Bahetta Y, Benali A., Harkous M. et Khiar M. (2010). Caractérisation d’huile d’olive produites dans des coopérative pilotes Akarama et Kenine au niveau du maroc oriental. *Les Technologies De Laboratoire*.18 - 24.
- Torres M.M. and Maestri D.M. (2006). The effects of genotype and extraction methods on chemical composition of virgin olive oils from Traslasierra Valley (Cordoba, Argentina). *Food Chemistry*, 96: 507–511.
- 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.
- Tripoli E., Marco Giammanco M., Tabacchi G., Di Majo D., Giammanco S. and La Guardia M.(2005).The phenolic compounds of olive oil: structure, biological activity and beneficial effects on human health. *Nutrition Research Reviews*, 18:98–112.
- V-
- Valko M., Leibfritz D., Moncol J., Cronin M.T.D., Mazur M and Telser J.(2007.)Free radicals and antioxidants in normal physiological functions and human disease. *The International Journal of Biochemistry & Cell Biology*, 39: 44–84.
- Velasco J. and Dobarganes C. (2002). Oxidative stability of virgin olive oil. *European Journal of Lipids and Science Technology*, 104: 661–676.
- 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*: 51, 651-656
- Visioli F. and Galli C. (1998). Olive Oil Phenols and their Potential Effects on Human Health. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 46: 4292-4296.
- Visioli F., Bellomo G., Montedoroc G.F., Galli C.(2005) .Low density lipoprotein oxidation is inhibited *in vitro* by olive oil constituents. *Atherosclerosis*, 117 : 25-32

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.

Vossen P., Growing Olives for Oil. (2013). In “Handbook of Olive Oil Analysis and Properties” .. Aparicio R & Harwood J.(Eds.). Springer . New- York19-49.

-W-

Wiesman, Z., Wiessbein, S., Ephrath, J., & Zilberbush, M. (2008). Vegetative and reproductive response of olive varieties to moderate saline water irrigation. *Hort Science*, 43, 320–327.

Wiesman Z.2009. Olive-oil quality biotechnologies. In Desert Olive Oil Cultivation . Edited by Wisman Z. *Elsevier* . Pp.227-301.

-Z-

Zerrouk W., Baccouri B., Taamalli W., Trigui A., Daouda D and Zerrouka M .(2010). 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.

Zerrouk W., Hadada F. M., Baccouri B., Oueslati I., Taamalli W., Fernandez X., Cuvelier L. L., Daoud D et Mokhtar Z. (2008). Characterization of virgin olive oil from Southern Tunisia. *European Journal of Lipid Science and Technology*: 110 81–88.

II. huile de soja

-A-

Aalrust E., Beyer W., Ottofrickenstein H., Penk G., Plainer R. 1992. Enzymatic Method for Reducing the Amount of phosphorus Containing omponents in Vegetale and Animal oils. European patent.

Akrouche, A. et Charfa N. (2013) Dégommage enzymatique de l’huile brute de soja : optimisation et modélisation. Mémoire de Master : Sciences alimentaires, Université de Béjaia. 74p.

Al-zuhair A., Hasan M., Ramachandran K.B. (2003). Kinetics of the enzymatic hydrolysis of palm oil by lipase. *Process Biochemistry*, 38 :1155-1163.

-C-

Carlson K. D. and Robert Kleiman R. (1993). Degumming and Bleaching of *Lesquerella fendleri* Seed Oil., *Journal of American Oil Chemist’s Society* 70(6) :579-582.

Ciofalo V., Barton N., Kerps J., Coats I., Shanatan D.(2006) Safety evaluation of a lipase enzyme preparation, expressed in *Pichiapastoris*, intended for use in the degumming of edible vegetable oil. *Regulatory Toxicology and Pharmacology*. 45: 1–8.

-D-

Diosady L.L., Sleggs P and Kagi T. (1981). Chemical Degumming of Canola Oils. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 59 (07):313-316.

Djkstara A. J. (2013). Degumming In: Degumming Edible oil from a patent perspective. *Journal of American Oil Chemist's Society*. Pp, 121-155.

-E-

Edmund W. Alam L M S., Richard S. Clough C., and M. N. Riaz. (2012). Animal and Vegetables Fats, oils, and Waxes. J.A. Kent (eds.), handbook of Industrial Chemistry and Biotechnology. *Springer*, New York. pp 34.

-F-

Fernandez-Lorente G., Filice M., Terreni M., Guisen J.M. Fernandez- Lafluyente and Palomo J.M.(2008).Lecitase® ultra as regioselective biocatalyst in the hydrolysis of fully protected carbohydrates Strong modulation by using different immobilization protocols. *Journal of Molecular Catalysis B: Enzymatic* ,51 :110–117.

-G-

Ghazani S.M., and Marangoni A.G.(2000) Minor Components in Canola Oil and Effects of Refining on These Constituents: A Review. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 90:923–932.

Goupy .J. Modélisation par les plans d'expériences. (2000). *Ed. Techniques de l'Ingénieur. Traité Génie industriel*. Pp : 1-23.

Gualhardo F and Dayton C. (2012). Edible oil processing, enzymatic degumming. *Journal of American Oil Chemist's Society*

Gunstone, F.D. (2004). The Chemistry of Oils and Fats: Sources,Composition, Properties and Uses. CRC Press, Blackwell Pub. P 185-235.

Indira T.N., Hemavathy J., Khatoon S , A.G. Krishna G and Bhattacharya S. (2000). Water degumming of rice bran oil: a response surface approach. *Journal of Food Engineering*, 43: 83-90.

-J-

Jaeger K E and Eggert T. (2002). Lipases for biotechnology. *Current Opinion in Biotechnology* :13, 390–396.

Jahani M., Alizadeh M., Pirozifard M., , Qudsevali A., (2008). Optimization of enzymatic degumming process for rice bran oil using response surface methodology. *Journal of Food Science and Technology* ,41: 1892-1898.

-K-

Karlenksind., A, et Denise J.(1992). Raffinage des Corps Gras. In « Manuel des Corps Gras ». Vol. 2. Paris, France: Tec& Doc - Lavoisier P 1155.

Kartika, I.K. 2005. Nouveau procédé de fractionnement des graines de tournesol : expression et extraction en extrudeur bi-vis, purification par ultrafiltration de l'huile de tournesol. Thèse de doctorat, institut polytechnique de Toulouse, 333p.

-M-

Matthäus, Bertrand. (2012).oil technology. Technological Innovation in Major World oil crops, Volume 2, 23-92. Doi: 10. 1007/ 978-1-4614-0827-72

Mishra M.K., Kumaraguru T., Sheelu G and Fadnavis N.W. (2009.)Lipase activity of Lecitase-Ultra[®] characterization and applications in enantioselective reactions. *Tetrahedron: Asymmetry* :2845-2860.

-O-

Ortega-García, N.G.-M.J., (2006). Refining of high oleic safflower oil :effect on the sterols and tocopherols content. *European .Food Research. Technology.* 223, 775–779.

-P-

Platon, J.F. (1998). Raffinage de l'huile de soja. American Soybean Association ,19 :3-30.

Procor A.1997. Soybean processus and extraction In”Soybean Chemistry, Technologie, Utilisation”. Ed. Springer . New York.pp.279-346.

-S-

Sadegh M. 2010. Purification of soybean oil with phospholipase A1. *Theoretical and Experimental Chemistry*, 46:2.

Slizyte, R., Rustad, T. and Storro, I. (2005). Enzymatic hydrolysis of cod (*Gadus morhua*) by-products: Optimization of yield and properties of lipid and protein fractions. *Process Biochemistry*, 40, 3680–3692

Song J.K., Han J.J and Rhee J.S. (2005). Phospholipases : Occurrence and Production in Microorganime, Assay for High-Throughput Screening, and Gene Discovery from Natural and Man-Made Diversity. *Journal of American Oil Chemist's Society* : 82, 10.

-T-

Tyagi K., Ansari M.A., Tyagi S., Tyagi A. (2012). A novel process for physically refining rice bran oil through degumming. *Advances in Applied Science Research*, 3 (3):1435-1439.

-W-

Wiedermann (1981), Degumming, Soybean Oil Refining and Bleaching. *Journal of the American Oil Chemist's Society*, 58 :159-165.

-Y-

Yang B, Zhou R ., Yang, Ji G., Wang , Yong-Hua, and Wang, W.F. (2008).Insigt into the Degumming Proessus of Soybean oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 85 (5), 412-425.

Yang B.,Wang Y.H., and Ji-Guo Yang J.G. (2006). Optimization of Enzymatic Degumming Process for Rapeseed Oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 83: 653–658.

Yang B., Zhou R., Yang G., Wang Y.H. Wang W.F. 2008. Insight into the Enzymatic Degumming Process of Soybean Oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 85:421–425.

Annexes

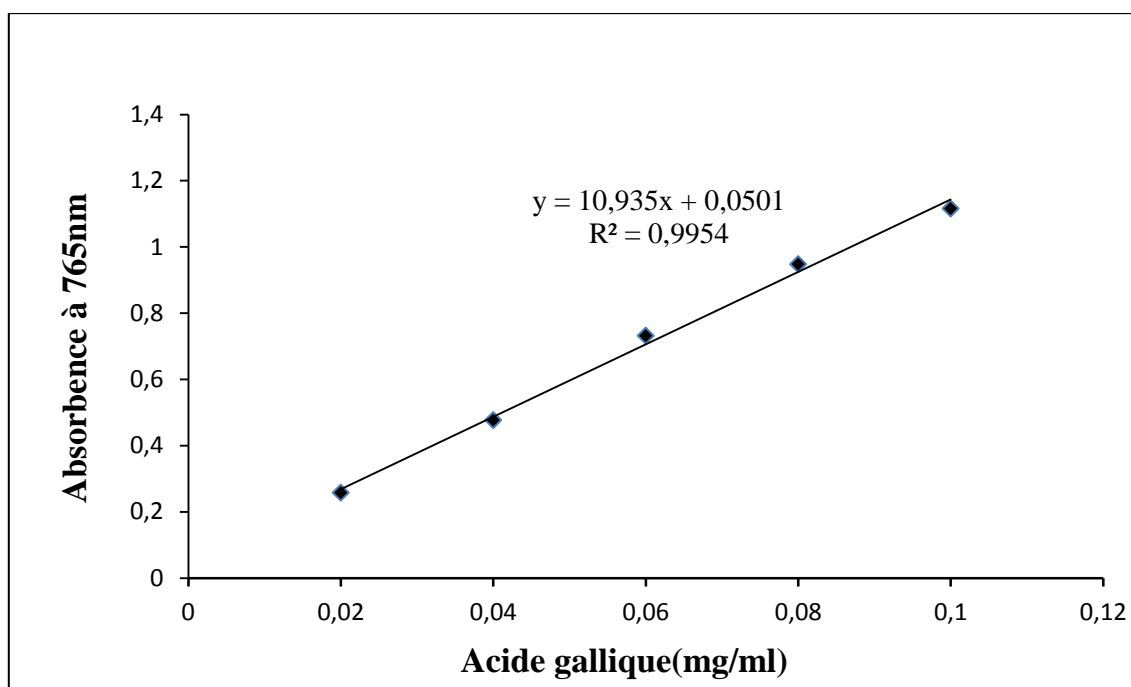


Figure 1 : Courbe d'étalonnage de polyphénols totaux.

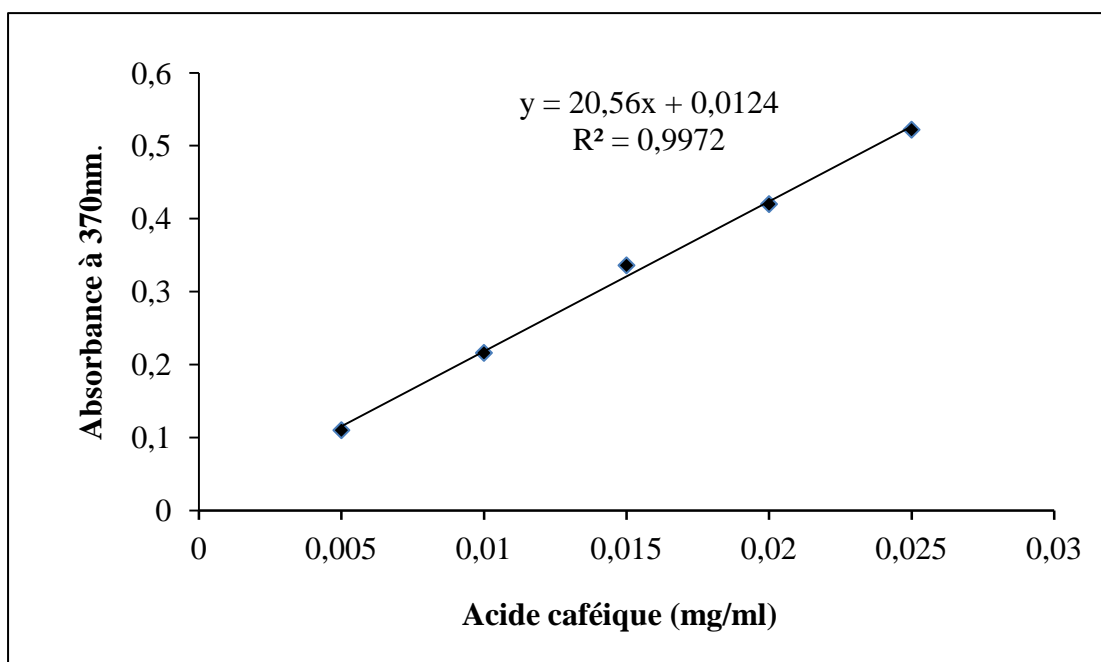


Figure 2 : Courbe d'étalonnage des *Ortho*-diphénols

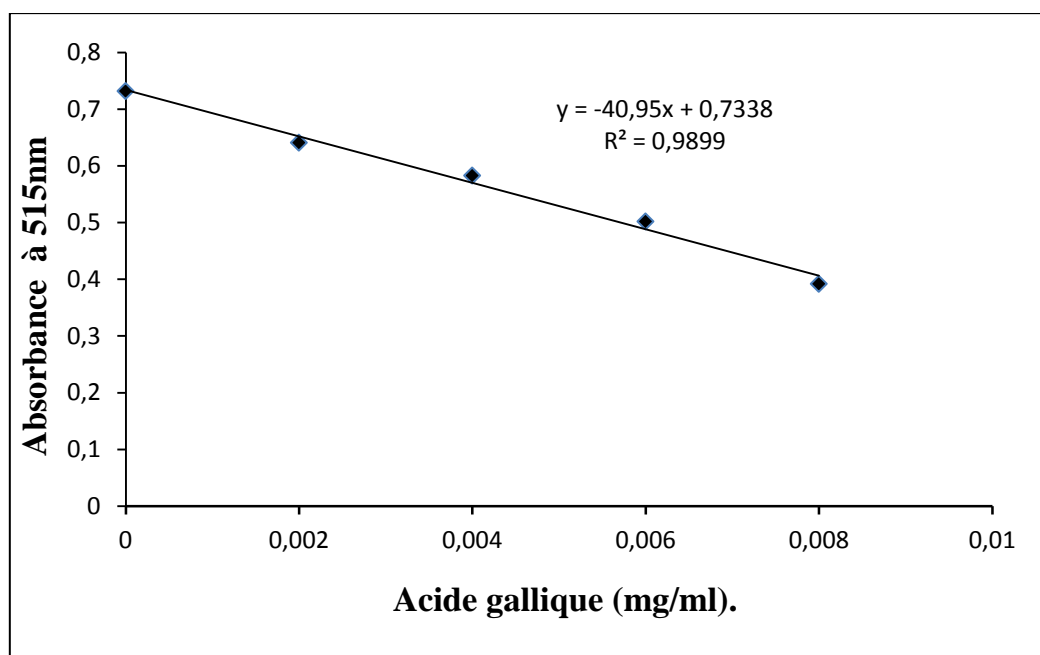


Figure 3 : Courbe d'étalonnage de l'activité anti radicalaire.

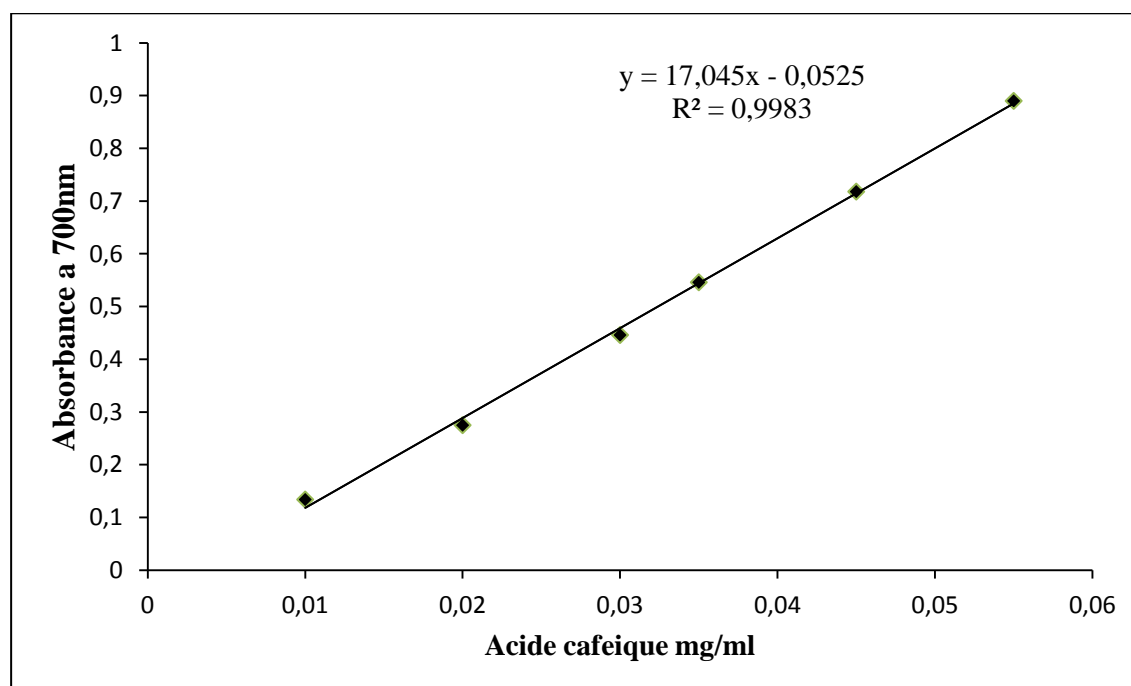


Figure 4 : Courbe d'étalonnage du pouvoir réducteur.

.Tableau XI : Matrice de corrélation des résultats

1	ACI	IP	K230	K270	CARO	CHLORO	Poly	ORTHO	DPPH	PRD	H2O2	K225	BCARO	FER.	RANC
ACI.	1														
IP.	0,83***	1													
K230.	0,62**	0,65**	1												
K270.	0,31	0,13	0,72***	1											
CARO.	0,04	0,05	0,70***	0,78***	1										
CHLORO	0,11	0,07	0,66**	0,82***	0,96***	1									
POLYPH	-0,24	-0,50*	0,22	0,61**	0,71***	0,68***	1								
ORTHO	-0,24	0,51*	-0,11	0,44	0,46	0,60	0,72***	1							
DPPH.	-0,15	-0,41	0,31	0,68***	0,77***	0,77***	0,98***	0,76***	1						
PRD	-0,27	-0,50	0,19	0,65**	0,75***	0,76***	0,96***	0,83***	0,97***	1					
H2O2	-0,15	-0,37	0,16	0,70***	0,60**	0,65**	0,80***	0,83***	0,81**	0,87***	1				
K225	-0,08	0,06	0,70***	0,63**	0,92***	0,80***	0,61**	0,18	0,64**	0,87***	0,40	1			
BCARO	-0,12	-0,36	-0,23	0,33	0,21	0,30	0,68***	0,86***	0,68***	0,59*	0,81***	-0,05	1		
FER.	-0,28	-0,49	0,19	0,59**	0,68***	0,62**	0,97***	0,67***	0,94***	0,71***	0,83***	0,62**	0,69***	1	
RANCI.	-0,67***	-0,75	-0,43	0,10	0,19	0,18	0,60**	0,68***	0,54*	-0,38	0,71***	0,14	0,70***	0,67***	1

Aci : Acidité ; Ip : Indice de peroxyde ; Car : Carotenoides ; Chloro : Chlorophylles ; Poly : Poly phénols ; Ortho. : *Ortho*-diphenols ; PRD : Pouvoir réducteur ; B-caro : B-carotène ; Fer. : Pouvoir Quelateur ; Ranc : Rancimat. (*) Corrélation significative ($p < 0,05$) ; (**) Corrélation hautement significative ($p < 0,01$) ; (***) Corrélation très hautement significative ($p < 0,001$).

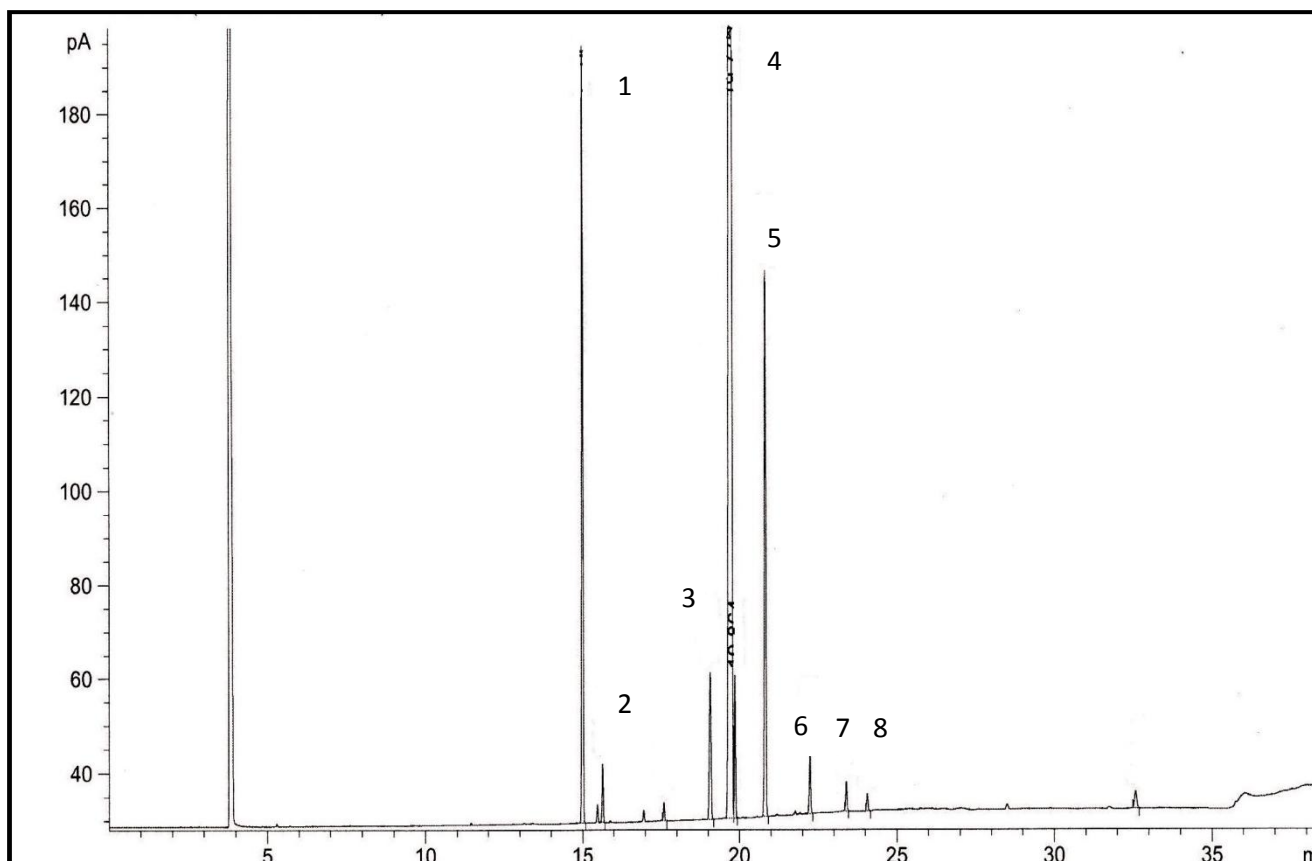


Figure 1: Chromatogramme type des esters méthyliques des acides gras huile d'olive

1 : acide palmitique (C16 :0), **3** : acide stéarique (C18 :0), **4** : acide oléique (C18 :1 [n-9]), **5** : acide oléique (C18 :1 [n-7]), **6** : acide linoléique (C18 :2), **7** : acide linoléique (C18 :3), **8** : acide arachidique (C20 :0), **9** : acide gadoléique (C20 :1).

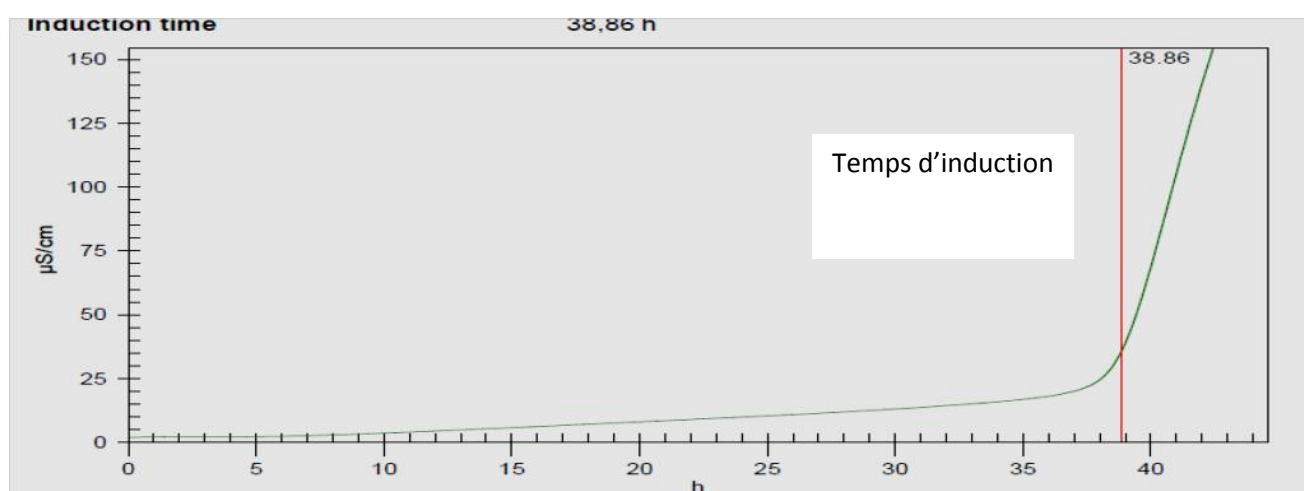


Figure 2: Courbe de conductivité sous les conditions d'oxydation accéléré (110°C, 10 l/h) d'un échantillon d'huile.

Tableau I : Donnés oléicoles dans Quatre wilayas (M.A. 2015).

	Superficie occupée	Oliviers en masse	Oliviers isolés	Total olivier complanté	Oliviers en rapport
WILAYA	(ha)	Nbre d'arbre	Nbre d'arbre	Nbre d'arbre	Nbre arbres
SKIKDA	10 212	1 026 010	384 194	1 410 204	867 931
BOUIRA	31 031	2 827 400	278 900	3 106 300	2 002 500
BISKRA	3 009	661 243	102 785	764 028	347 386
ORAN	6 454	1 153 653	104 537	1 258 190	743 373
Total en Algérie	348 196	-	-	-	-

Nbre : Nombre.

Production		Production d'olive			Rendement d'olive	Production d'huile	Rendement d'huile
				Total			
WILAYA		pour conserve	pour l'huile	Prod. Olivs	Kg/arbre	HI	Litres/Qx
		Qx	Qx	Qx			
SKIKDA		0	311 030	311 030	35,8	68 430	22,0
BOUIRA		5 273	361 216	366 489	18,3	60 950	16,9
BISKRA		38 070	29 042	67 112	19,3	3 210	11,1
ORAN		79 981	5 230	85 211	11,5	575	11,0
Total Algérie	1749345	4038055	-	20,8	715 970		17,70

Quelque définition selon COI/2003/Doc. n° 15/Rév. 2.

L'huile d'olive est l'huile provenant uniquement du fruit de l'olivier (*Olea europaea* L.) à l'exclusion des huiles obtenues par solvant ou par des procédés de réestérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature.

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

L'huile d'olive raffinée est l'huile d'olive obtenue des huiles d'olive vierges par des techniques de raffinage qui n'entraînent pas de modifications de la structure glyceridique initiale.

Vocabulaire spécifique pour l'huile d'olive vierge, selon COI/2003/Doc. n° 15/Révision.2.

1. Attributs négatifs

Chômé/Lies : Flaveur caractéristique de l'huile tirée d'olives entassées ou stockées dans des conditions telles qu'elles se trouvent dans un état avancé de fermentation anaérobie ou de l'huile restée en contact avec les « boues » de décantation, ayant elles aussi subi un processus de fermentation anaérobie, dans les piles et les cuves.

Moisi – humide : Flaveur caractéristique de l'huile obtenue d'olives attaquées par des moisissures et des levures par suite d'un stockage des fruits pendant plusieurs jours dans l'humidité.

Vineux-vinaigré : Flaveur caractéristique de certaines huiles rappelant le vin ou le vinaigre

Acide-aigre : Cette flaveur est due fondamentalement à un processus de fermentation aérobie des olives ou des restes de pâte d'olive dans des scourtins qui n'auraient pas été lavés correctement, qui donne lieu à la formation d'acide acétique, acétate d'éthyle et éthanol.

Métallique : Flaveur qui rappelle les métaux. Elle est caractéristique de l'huile qui est demeurée longtemps en contact avec des surfaces métalliques, au cours des processus de broyage, de malaxage, de pression ou de stockage.

Rance : Flaveur des huiles ayant subi un processus d'oxydation intense

Cuit ou brûlé : Flaveur caractéristique des huiles qui tire son origine d'un réchauffement excessif et/ou prolongé au cours de son obtention et tout particulièrement pendant le thermo malaxage de la pâte, si celui-ci est réalisé dans des conditions thermiques inappropriées.

Foin – bois : Flaveur caractéristique de certaines huiles provenant d'olives sèches

Grossier : Sensation bucco-tactile dense et pâteuse produite par certaines vieilles huiles

Lubrifiants : Flaveur de l'huile qui rappelle celle du gazole, de la graisse ou de l'huile minérale.

Margines : Flaveur acquise par l'huile à la suite d'un contact prolongé avec les eaux de végétation qui ont subi des processus de fermentation

Saumure : Flaveur de l'huile obtenue d'olives conservées en saumure.

Sparte : Flaveur caractéristique de l'huile obtenue d'olives pressées dans des scourtins en sparte neufs. La flaveur peut être différente selon qu'il s'agit de scourtins fabriqués à partir de sparte vert ou de sparte sec.

Terre : Flaveur de l'huile obtenue d'olives ramassées avec de la terre ou boueuses et non lavées.

Ver : Flaveur de l'huile issue d'olives ayant subi une forte attaque de larves de la mouche de l'olive (*Bactrocera Oleae*).

Concombre : Flaveur de l'huile qui se produit à la suite d'un conditionnement hermétique excessivement prolongé, notamment dans des récipients en fer-blanc, et qui est attribuée à la formation de 2-6 nonadiénal.

Bois humide : Flaveur caractéristique d'huiles extraites d'olives ayant fait l'objet d'un processus de congélation sur l'arbre.

2. Attributs positifs

Fruité : Ensemble des sensations olfactives caractéristiques de l'huile, dépendant de la variété des olives, provenant de fruits sains et frais, verts ou mûrs, perçues par voie directe et/ou rétronasale.

Amer : Goût *élémentaire* caractéristique de l'huile obtenue d'olives vertes ou au stade de la véraison, perçu par les papilles caliciformes formant le V lingual.

Piquant : Sensation tactile de picotement, caractéristique des huiles produites au début de la campagne, principalement à partir d'olives encore vertes pouvant être perçu dans toute la cavité buccale, en particulier dans la gorge.

Médiane : la médiane étant le 50^e percentile d'une distribution de nombres ordonnés par ordre croissant. En termes plus simples, la médiane représente la valeur centrale d'une série ordonnée de nombres impairs, ou bien la moyenne de deux valeurs centrales d'une série ordonnée de nombres pairs.

Intense, lorsque la médiane du l'attribut est supérieure à 6

Moyen, lorsque la médiane de l'attribut est comprise entre 3 et 6

Léger, lorsque la médiane de l'attribut est inférieure à



Sigoise



Chemlal



Tableout



Franto

Résumé

L'objectif de cette étude est de caractériser quelques huiles d'olives de différentes variétés de Biskra et d'examiner l'effet de la région sur la variété Chemlal, en s'appuyant sur la détermination de quelques paramètres physico-chimiques ainsi que l'évaluation du pouvoir antioxydant de l'ensemble des échantillons. Les indices de qualité de ces huiles (acidité, Indice de peroxyde, K232, K270) montrent qu'elles appartiennent à la catégorie « *extra-vierge* ». Le dosage des composés phénoliques totaux et ortho-diphénols révèle des teneurs qui diffèrent quantitativement suivant la variété et la région de provenance. La stabilité oxydative est meilleure pour les huiles qui présentent des teneurs appréciables en polyphénols totaux et un rapport acide oléique/acide linoléique ($C_{18:1}/C_{18:2}$) élevé. La capacité antioxydante des extraits méthanoliques évaluée par cinq méthodes est proportionnelle à la teneur des variétés en polyphénols totaux et *ortho* diphénols, ce qui est illustré par des corrélations positives hautement significatives. L'extrait méthanolique de l'huile de variété Chemlal et Tableout de Biskra se montrent très performantes. En revanche les extraits méthanoliques de Frantoio Biskra et Chemlal Skikda montrent des activités antioxydantes moins élevées. D'autre part, le dégommage des huiles de table est une étape cruciale qui doit être bien suivie pour l'obtention d'une huile de table de qualité. Le dégommage enzymatique a été jugé plus rentable que la méthode conventionnelle. Notre contribution consiste à valider les conditions optimales du dégommage enzymatique préalablement déterminées par des plans d'expériences, en s'appuyant sur le model Box-Benken. Les résultats ont montré que la teneur en phosphore résiduelle réellement obtenue ne confirme pas la prévision proposée par le plan d'expérience ce qui nécessite la vérification de l'activité de la lécitase Ultra. Les données de notre étude ont permis de conclure que les huiles d'olives examinées sont intéressantes pour leur valeur nutritive et thérapeutique et que ce potentiel est influencé à la fois par la variété considérée et la région de culture.

Mots-clés : Huile d'olive, Cultivar, polyphénols totaux, activité antioxydante, dégommage enzymatique.

Abstract

The objective of this study is to characterize a few different varieties of olive oils of Biskra and to examine the effect of the region on the variety Chemlal, based on the determination of some physicochemical parameters and the antioxidant properties of all samples. Quality indexes (acidity, peroxide value, K232, K270) show that the analyzed oils belong to the 'extra virgin' category. The determination of total phenolic compounds and ortho-diphenols reveals different quantities depending on variety and growing area. Oxidative stability is better for oils presenting significant levels of total phenolics and high 'oleic acid/linoleic acid ($C_{18:1}/C_{18:2}$) ratio. The antioxidant capacity of methanolic extracts evaluated by five methods is proportional to the content of total phenolics and ortho-diphenols, showed by highly significant positive correlations. The methanol extract of Chemlal variety of oil and Tableout Biskra are very efficient. However, the methanol extracts of Frantoio Biskra and Chemlal Skikda show lower antioxidant activities. Besides, the degumming of edible oils is a critical step for obtaining good quality table oil. Enzymatic degumming considered more profitable than the conventional method. Our contribution aimed to validate the optimal conditions of enzymatic degumming previously determined by experimental design, based on the Box-Benken model. The results showed that the residual phosphorus content actually obtained does not confirm the prediction proposed by the experimental plan, which requires verification of Lecitase Ultra activity. The data in our study concluded that olive oils are interesting for their nutritional and therapeutic value and this potential influenced by both variety and region where the olives come from.

Keywords: Olive oil, cultivar, total phenolics, antioxidant activity, enzymatic degumming.

ملخص

الهدف من هذه الدراسة هو وصف بضعة أنواع مختلفة من زيوت الزيتون من منطقة بسكرة ودراسة تأثير المنطقة على الصنف شمال، استنادا إلى بعض المؤشرات الفيزيائية وكذلك تقييم الخصائص المضادة للأكسدة من جميع العينات. مؤشرات جودة هذه الزيوت (الحموضة، رقم البيروكسيد، K270، K232) تبين أنهم ينتمون إلى فئة "البكر". تحديد مجموع المركبات الفينولية وأورثوديفنول يكشف عن المحتويات التي تختلف كليا اعتمادا على الصنف والمصدر. الاستقرار التأكسدي هو أفضل للزيوت التي لديها مستويات عالية من إجمالي البوليفينول والنسبة حمض الأوليك / حمض اللينولييك (2 : 1 C18 : 1 / C18 : 2) عالية. القدرة المضادة للأكسدة من مستخلصات مثانولية تم تقييمها بواسطة خمس طرق تتناسب مع المحتوى من إجمالي أصناف البوليفينول و أورثوديفنول و الذي يتضح من معاملات التناسب الهامة للغاية. مستخلصات الميثانول من الصنف شمال و طابولت بسكرة هي فعالة جدا. لكن مستخلصات الصنف فرانتويو بسكرة وشمال سكيكة تظهر الأنشطة المضادة للأكسدة الأقل. من ناحية أخرى، فإن إزالة الصمغ من زيوت المائدة هي خطوة حاسمة الواجب اتباعها للحصول على زيت ذات نوعية جيدة. وتعتبر إزالة الصمغ الأنزيمية أكثر فعالية من الأسلوب التقليدي. مساهمتنا هي التحقق من صحة الظروف المثلى لإزالة الصمغ الأنزيمية التي سبق تحديدها حسب التصميم التجريبي Box- Behnken ، استنادا إلى نموذج . وأظهرت النتائج أن محتوى الفوسفور المتبقي الذي تم الحصول عليه في الواقع لا يتناسب مع القيم المقترحة في الخطة التجريبية و ذلك يتطلب التدقيق في نشاط الإنزيم (Lécitase Ultra). وخلصت البيانات في دراستنا أن زيت الزيتون تعتبر ذات قيمة غذائية وعلاجية والتي يثر عليها كل من الصنف والمنطقة.

كلمات البحث: زيت الزيتون، الصنف، إجمالي البوليفينول، النشاط المضاد للأكسدة، إزالة الصمغ الأنزيمية.