

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

**Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie**  
**Département des Sciences Alimentaires**  
**Filière : Alimentation et Nutrition**  
**Option : Industries des Corps Gras**



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

## **MASTER**

### *Thème*

**Qualité et activité antioxydante de  
l'huile d'olive issue des mélanges  
d'olives de deux variétés différentes**

Présenté par :

**Moussouni Imane & Zaidi Ferial**

Soutenu le : **18 Juin 2017**

Devant le jury composé de :

Mme LEHOUCHE Rahima  
M Tamendjari Abderezzek  
Mme Deflaoui Lila

MCB	Président
Professeur	Encadreur
MAA	Examineur

**Année universitaire : 2016 / 2017**

# Remerciements

*Tout d'abord, on remercie Dieu le tout puissant de nous avoir accordé le courage et la force pour réaliser ce travail.*

*On remercie notre encadreur Mr A. Tamendjari pour sa disponibilité, son encadrement ainsi que ses conseils et ses orientations.*

*On tiens à exprimer nos remerciements à, Mme Kherbachi, responsable du laboratoire Biochimie appliquée.*

*Nos remerciements vont aussi à Mlle Ait Chabane F., pour son soutien et ses conseils.*

*On désire témoigner nos reconnaissances au personnel du laboratoire conditionnement des huiles de CEVITAL, particulièrement Mr Bahirene.*

*Notre gratitude va également aux membres du jury qui ont accepté d'évaluer ce travail, ainsi qu'aux enseignants de la faculté qui ont contribué énormément à notre formation.*

*Un grand merci pour tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.*

# Dédicace

*A mes très chers parents pour leur soutien, leur amour et leur encouragement*

*A mes chères sœurs Souhila et Katia*

*A mon frère Farouk et sa femme Razika*

*A mon fiancé Anis qui a été le pilier de mes efforts*

*A ma belle mère pour son soutien discret et essentiel*

*Et à tout mes amis (e).*

*Ferial.*

# Dédicace

*A mes très chers parents pour leur soutien morale et financier.*

*A mes très chères sœurs Khouloud et Ferial.*

*A mon frère Youcef.*

*A toute la famille MOUSSOUNI et BRIHMAT.*

*Et à mes amis.*

*Imane.*

## ***LISTE DES ABREVIATIONS***

A% : Acidité.

AGI : Acides gras insaturé.

AGS : Acides gras saturé.

ANOVA: Analyse de Variance.

CCE : Communauté Economique Européenne.

COI : Conseil Oléicole International.

DPPH : 2,2-Diphenyl-1-picrylhydrazyl.

EAA : Equivalent d'acide ascorbique.

EAG : Equivalent d'acide gallique.

EC<sub>50</sub> : Concentration correspondante à 50% d'inhibition.

EQ: Equivalent quercétine.

IM : Indice de maturité.

IP : Indice de peroxyde.

I.T.A.F.V : Institut Technique d'Arboriculture Fruitière et de la Vigne.

K<sub>232</sub> : Absorbance spécifique à l'ultraviolet à 232 nm.

K<sub>270</sub> : Absorbance spécifique à l'ultraviolet à 270 nm.

PM : Poids moyen.

Rpm : Rotation par minute.

## ***LISTE DES FIGURES***

N°	Titre	Page
1	Structures des composés phénoliques représentatifs de l'huile d'olive.	5
2	Feuille de profil de l'huile d'olive vierge (COI, 2015).	10
3	Schéma d'un oléodoseur.	18
4	Acidité des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées.	27
5	Indice de peroxyde des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées.	28
6	Coefficient d'adsorption spécifique à 232 nm des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées.	28
7	Coefficient d'adsorption spécifique à 270 nm des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées.	29
8	Teneurs en caroténoïdes et en chlorophylles des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées.	32
9	Teneurs en composés phénoliques des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées.	34
10	Teneurs en flavonoïdes des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées.	35
11	Indice d'amertume des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées.	36
12	Activité antiradicalaire des différents échantillons d'huiles d'olive.	37
13	Concentrations efficaces 50 des échantillons d'huiles d'olive étudiés.	37
14	Pourcentage d'inhibition du radical DPPH des extraits d'huiles d'olive étudiées.	38
15	Activité antiradicalaire des extraits des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées.	39
16	Pouvoir réducteur des extraits des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées.	40

1	Courbes d'étalonnage pour le dosage des composés phénoliques (a), les flavonoïdes (b)	Annexe II
2	Courbes d'équivalences pour l'activité antiradicalaire de l'huile contre le DPPH (c), le pouvoir antiradicalaire de l'extrait méthanolique contre le DPPH (d), le pouvoir réducteur (e).	Annexe II
3	Chromatogramme type des esters méthyliques des acides gras de l'huile de la variété <i>Aharoun</i> .	Annexe III
4	Chromatogramme type des esters méthyliques des acides gras de l'huile de la variété <i>Chemlal</i> .	Annexe III
5	Chromatogramme type des esters méthyliques des acides gars de l'huile issue du mélange ( <i>Chemlal/Aharoun</i> =50 :50).	Annexe IV
6	Chromatogramme type des esters méthyliques des acide gras de l'huile issue du mélange ( <i>Chemlal/Aharoun</i> =75 :25).	Annexe IV

## ***LISTE DES TABLEAUX***

N°	Titre	Page
I	Composition en triglycérides de l'huile d'olive des trois variétés étudiées par Giovanna <i>et al.</i> (1999).	3
II	Composition moyenne en acides gras totaux (COI, 2015).	4
III	Contenu total (en mg/kg) en composés aromatiques dans quelques variétés d'huiles d'olive.	7
IV	Les différentes catégories d'huiles d'olive et leurs caractéristiques (COI, 2015).	11
V	Composition en acide gras des variétés espagnoles.	15
VI	Effet de la variété sur la fraction stérolique (mg/100mg).	16
VII	Composition en acides gras (en %) et teneur en polyphénols dans les mélanges d'huiles d'olive à différentes proportions.	17
VIII	Teneur en phénols dans les mélanges d'huiles d'olive à différentes proportions.	17
IX	Indice de maturité, caractères pomologiques et rendement en huile de <i>Chemlal</i> et <i>Aharoun</i> .	25
X	Composition en acide gras des échantillons d'huiles d'olives.	30
XI	Tableaux récapitulatifs de tous les résultats obtenus.	Annexe V, VI

*Liste des Abréviations*

*Liste des Figures*

*Liste des Tableaux*

*Liste des annexes*

<b>INTRODUCTION</b> .....	1
---------------------------	---

## **CHAPITRE I : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE**

<b>I.1. L'huile d'olive</b> .....	2
I.1.1. Définition .....	2
I.1.2. Classification de l'huile d'olive .....	2
I.1.3. Composition biochimique de l'huile d'olive.....	2
I.1.3.1. La fraction saponifiable .....	2
I.1.3.1.1. Les triglycérides .....	2
I.1.3.1.2. Les acides gras .....	3
I.1.3.2. La fraction insaponifiable .....	4
I.1.3.2.1. Composés phénoliques .....	4
I.1.3.2.2. Tocophérols .....	5
I.1.3.2.3. Les stérols .....	6
I.1.3.2.4. Hydrocarbures .....	6
I.1.3.2.5. Les pigments .....	6
I.1.3.2.6. Composés aromatiques.....	7
<b>I.2. Propriétés biologiques de l'huile d'olive</b> .....	7
<b>I.3. Critères d qualité</b> .....	9
I.3.1. Acidité.....	9
I.3.2. Indice de peroxyde .....	9
I.3.3. Coefficients d'absorption spécifique.....	9
I.3.4. Les propriétés organoleptiques .....	10
<b>I.4. Facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive</b> .....	12
I.4.1. Effets du climat .....	12
I.4.2. Effet de l'entretien du sol.....	12
I.4.3. Effet des ravageurs.....	12

I.4.4. Modalités de la récolte .....	12
I.4.4.1. Méthode de récolte.....	12
I.4.5. La maturation .....	13
I.4.6. Les conditions du stockage .....	14
I.4.7. Effet de la taille des arbres .....	14
I.4.8. Le facteur variétal .....	14
I.4.8.1 Effet variétal sur la teneur en huile .....	15
I.4.8.2. Effet variétal sur la composition biochimique de l'huile d'olive.....	15
I.4.9. Le système d'extraction .....	16
I.4.10. Les mélanges d'huile de variétés .....	16

## CHAPITRE II : MATERIEL ET METHODES

<b>II.1. Matériel végétal</b> .....	18
II.1.1. Provenance.....	18
II.1.2. Récolte et transport .....	18
II.1.3. Extraction des huiles.....	18
<b>II.2. Détermination sur les fruits</b> .....	19
II.2.1. Analyses pomologiques .....	19
II.2.2. Indice de maturité .....	19
II.2.3. Détermination de la teneur en huile des olives .....	19
<b>II.3. Détermination des indices de qualité des huiles</b> .....	19
II.3.1. Mesure de l'acidité.....	19
II.3.2. L'indice de peroxyde .....	20
II.3.3. Absorbance dans l'ultraviolet .....	20
<b>II.4. Composition en acides gras</b> .....	21
<b>II.5. Dosage des pigments</b> .....	22
<b>II.6. Extraction et dosage des composés phénoliques</b> .....	22
<b>II.7. Les flavonoïdes</b> .....	23
<b>II.8. Indice d'amertume</b> .....	23
<b>II.9. Etude de l'activité antioxydante</b> .....	23
II.9.1. Activité antiradicalaire de l'huile contre le radical DPPH.....	23
II.9.2. Activité antioxydante des extraits méthanoliques.....	24
II.9.2.1. Activité antiradicalaire contre le radical DPPH.....	24
II.9.2.2. Pouvoir réducteur des extraits.....	24

<b>II.10. Etude statistique</b> .....	24
---------------------------------------	----

## **CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS**

<b>III.1. Déterminations sur les fruits</b> .....	25
III.1.1 L'indice de maturité .....	25
III.1.2. Analyses pomologiques.....	25
III.1.3. Rendement en huile .....	26
<b>III.2. Indices de qualité des huiles</b> .....	26
III.2.1. Acidité .....	26
III.2.2. Indice de peroxyde .....	27
III.2.3. Absorbance dans l'ultraviolet.....	28
<b>III.3. La composition en acides gras</b> .....	30
<b>III.4. Pigments</b> .....	31
III.4.1. Les chlorophylles .....	31
III.4.2. Les caroténoïdes .....	32
<b>III.5. Les composés phénoliques</b> .....	33
<b>III.6. Les flavonoïdes</b> .....	34
<b>III.7. Indice d'amertume</b> .....	35
<b>III.8. Activité antioxydante</b> .....	36
III.8.1. Activité antiradicalaire de l'huile contre le radical DPPH .....	36
III.8.2. Activité antioxydante des extraits méthanoliques .....	38
III.8.2.1. Activité antiradicalaire contre le radical DPPH des extraits .....	38
III.8.2.2. Le pouvoir réducteur .....	39
<b>CONCLUSION ET PERSPECTIVES</b> .....	41
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES</b>	
<b>ANNEXES</b>	



## INTRODUCTION

---

L'huile d'olive est le produit méditerranéen par excellence. On la retrouve à travers l'histoire, depuis la civilisation grecque jusqu'à nos jours. Elle est la principale source de matières grasses du régime crétois ou du régime méditerranéen qui sont bien connus pour leurs effets bénéfiques sur la santé humaine (Veillet, 2010).

La production mondiale de l'huile d'olive présente une tendance haussière, la production moyenne de 2011 à 2016 est de 2.944.500 tonnes contre 2.784.800 tonnes de 2005 à 2010, l'Espagne et l'Italie sont jusqu'à présent les deux plus grands producteurs oléicoles. Les pays du Maghreb consacrent de plus en plus d'importantes étendues à l'oléiculture. Parallèlement à l'extension en surface des oliveraies, la culture de l'olivier, la récolte des olives et l'élaboration d'huile d'olive ont beaucoup évolué ces dernières années avec l'introduction de nouvelles variétés et l'automatisation croissante des huileries (Mansouri et al., 2016).

En Algérie, les superficies occupées par l'olivier sont de l'ordre de 315 000 hectares avec 35 millions d'oliviers et une production moyenne annuelle de 35000 tonnes. L'intérêt dont a fait l'objet l'oléiculture dans le monde ces dernières années a porté l'Algérie à lancer un plan de développement de la filière en mettant l'accent sur la quantité et la qualité. Un plan national de développement agricole a été mis en œuvre pour la création d'un million d'hectares, pour relancer l'oléiculture algérienne (I.T.A.F. 2014).

En matière de production d'huile d'olive, l'Algérie est classée au 8<sup>ème</sup> rang avec 1,7% de la production mondiale. La structure variétale montre la prédominance de la variété *Chemlal* qui occupe 30% des superficies totales et 44% des terres destinées à l'huile d'olive (Marouane et al., 2014).

Dans la pratique locale de production, différents cultivars sont récoltés simultanément et souvent transformés en mélange de fruits, indépendamment de leurs différents stades de maturité. La combinaison de fruits de différents cultivars pourrait avoir un effet synergique ou antagoniste sur la synthèse et l'accumulation de différents composés dans l'huile résultante.

L'objectif de ce présent travail est d'évaluer l'effet de mélange des olives de deux cultivars (*Chemlal et Aharoun*) de la région de Béni-Mansour pendant la trituration sur les caractéristiques physico-chimiques, les composés mineurs et l'activité antioxydante des huiles issues. Le manuscrit est divisé en trois parties : la première est consacrée à une synthèse bibliographique, la seconde fera l'objet de la description du matériel et méthodes utilisés, la dernière portera sur les résultats obtenus et leurs interprétations.



## CHAPITRE I : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

---

## I.1. L'huile d'olive

### I.1.1. Définition

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

### I.1.2. Classification de l'huile d'olive

L'huile d'olive vierge qui doit être obtenue par simple pression des fruits mûrs ou par centrifugation comprend diverses appellations: l'huile d'olive vierge propre à la consommation en l'état (l'huile d'olive vierge extra, l'huile d'olive vierge, l'huile d'olive vierge courante), et l'huile d'olive non propre à la consommation en l'état (lampante) (COI, 2015).

### I.1.3. Composition biochimique de l'huile d'olive

La composition biochimique de l'huile d'olive contient des éléments majeurs et mineurs. La fraction majeure dite saponifiable est représentée par les triglycérides et les acides gras libres. La fraction mineure (insaponifiable) offre à l'huiles ses propriétés sensorielles et biologiques (Pinelli et *al.*, 2003 ; Mukovic et *al.*, 2004)

#### I.1.3.1. La fraction saponifiable

Cette fraction représente 98 % de l'huile d'olive (Lazzez et *al.*, 2006). Elle est composée essentiellement de triglycérides et d'acides gras. La composition en acides gras et triglycérides de l'huile d'olive dépend de la variété, du degré de maturité des olives, de la latitude et du climat (Velasco et *al.*, 2002).

##### I.1.3.1.1. Les triglycérides

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

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

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

### I.1.3.1.2. Les acides gras

Comparée à d'autres huiles végétales, l'huile d'olive est caractérisée par une domination en acides gras monoinsaturés (Ajana *et al.*, 1998), l'acide gras principal est l'acide oléique qui représente 55% à 83%. L'huile d'olive est constituée aussi d'un pourcentage modéré d'acides gras polyinsaturés essentiels tels que l'acide linoléique et l'acide linoléique et d'acides gras saturés comme les acides palmitique et stéarique (Baccouri *et al.*, 2006). La composition moyenne en acides gras totaux est donnée dans le tableau II.

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

Acides gras	Normes COI (2015)
Aide myristique (C14:0)	< 0,03
Acide palmitique (C16:0)	7,50 - 20,00
Acide palmitoléique (C16:1)	0,30 - 3,50
Acide heptadécanoïque (C17:0)	< 0,30
Acide heptadécénoïque (C17:1)	< 0,30
Acide stéarique (C18:0)	0,50 - 5,00
Acide oléique (C18:1)	55,00 - 83,00
Acide linoléique (C18:2)	2,50 - 21,00
Acide linoléique (C18:3)	< 1,00
Acide arachidique (C20:0)	< 0,60
Acide eicosénoïque (C20:1)	< 0,40
Acide behénique (C22:0)	< 0,20 *
Acide lignocérique (C24:0)	< 0,20

### **I.1.3.2. La fraction insaponifiable**

Les composants mineurs, représentent environ 2 % du poids total de l'huile, notamment, plus de 230 composés chimiques, tels que les alcools aliphatiques et triterpéniques, les stérols, les hydrocarbures, les composés volatils et les polyphénols (Servili et *al.*, 2002). Néanmoins, c'est la présence de composés phénoliques et d'autres antioxydants particuliers qui confèrent à l'huile d'olive une haute stabilité contre l'oxydation avec une couleur et une saveur unique la distinguant des autres huiles.

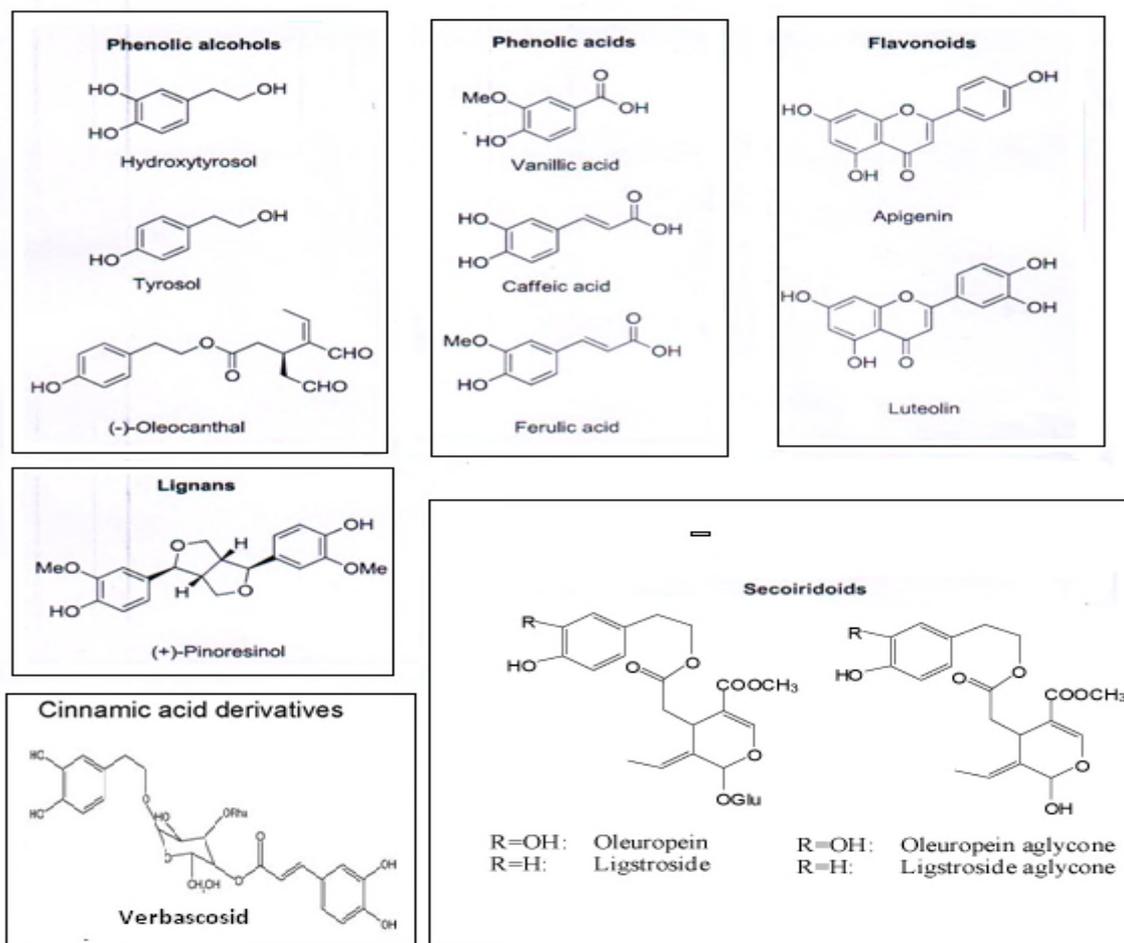
Les principaux antioxydants de l'huile d'olive sont les tocophérols, les carotènes et les composés phénoliques, y compris, les phénols lipophiles et hydrophiles (Boskou, 1996 ; Merouane et *al.*, 2014).

Les constituants principaux de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive sont :

#### **I.1.3.2.1. Composés phénoliques**

Les composés phénoliques jouent un rôle très important dans la caractérisation des huiles et dans leur intérêt nutritionnel. La classe des phénols regroupe toute une gamme de substances diverses, dont des composés phénoliques simples comme l'acide vanillique, l'acide gallique, l'acide caféique, le tyrosol et l'hydroxytyrosol. Par ailleurs, l'huile d'olive contient des sécoiridoides comme l'oleuropéine et le ligstroside, ou des molécules plus complexes comme des lignanes et des flavonoïdes comme l'apigénine ou la lutéoline (Owen et *al.*, 2000)

Ces composés (simples et complexes) (figure 1), confèrent les propriétés antioxydantes et modulent la saveur de l'huile (Servili et Montedoro, 2002), ils contribuent aussi fortement au goût piquant, à l'astringence et à l'amertume des huiles (Garcia et *al.*, 2003).



**Figure 1 :** Structures des composés phénoliques représentatifs de l’huile d’olive (Tuck et Hayball, 2002, Tripoli *et al.*, 2005; Rodriguez-Morato *et al.*, 2015).

### I.1.3.2.2. Tocophérols

Outre leur activité vitaminique, les tocophérols sont parmi les antioxydants naturels les plus efficaces en raison de leur contribution à la stabilité oxydative des huiles d’olive, ce qui confère à ces huiles des propriétés particulières, aussi bien sur le plan nutritionnel que sur le plan de la conservation (Jahouach, 2009). La teneur moyenne de l’huile d’olive est d’environ 12 à 25 mg/100 g (Pseumiado *et al.*, 2000). D’autres recherches ont abouti à des valeurs encore plus élevées, de 24 à 43 mg/100g (Gutierrez *et al.*, 1999).

Les tocophérols constituent le groupe d’antioxydants lipophiles, ils sont remarquables pour leur protection contre le rancissement de toutes les huiles végétales.

### I.1.3.2.3. Les stérols

Les stérols sont des lipides nutritionnellement importants, associés à la qualité de l'huile (Rodríguez et *al.*, 2014).

Les stérols correspondent à 20% de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive et sont présents sous forme libre et estérifiée aux acides gras (Phillips et *al.*, 2002 ; Matos et *al.*, 2007).

Les teneurs en stérols de l'huile d'olive varient de 1000 à 3000 mg/kg (Rayan et *al.*, 1998 ; Matos et *al.*, 2007). Le  $\beta$ -sitostérol est le principal stérol de l'huile d'olive et représente plus de 75% des stérols totaux dont les propriétés thérapeutiques sont bien discutées (Gorinstein et *al.*, 2003). Les autres stérols sont le  $\Delta$ -5-avenastérol, le campestérol et le stigmastérol (Rayan et *al.*, 1998 ; Ben Temime et *al.*, 2008).

### I.1.3.2.4. Hydrocarbures

Le principal hydrocarbure de l'huile d'olive est le squalène, un terpène insaturé (isoprénoïde) dont le taux de l'huile d'olive varie de 136 à 708 mg/100g. L'huile d'olive vierge extra contient environ 400-450 mg/100 g ; l'huile d'olive raffinée en contient quelque 25 % de moins (Owen et *al.*, 2000).

Outre le squalène, l'huile d'olive contient aussi d'autres hydrocarbures, comme le  $\beta$ -carotène (une provitamine A), mais en très faibles quantités ( $\beta$ -carotène : 0,03 – 0,36 mg/100 g) (Kiritsakis et Markakis, 1987).

### I.1.3.2.5. Les pigments

La couleur de l'huile d'olive est le résultat d'une solubilisation de deux types de pigments lipophiles, les caroténoïdes et les chlorophylles présents dans l'olive. La qualité est définie par une couleur vert-jaunâtre, bien que l'intensité de cette couleur peut changer selon la variété et l'état de maturité des fruits (Gandul-Rojas et *al.*, 2000). L'huile d'olive vierge contient de 1 à 2,7 ppm  $\beta$ -carotène et 0,9 à 2,3 ppm de lutéine.

Les caroténoïdes en particulier le  $\beta$ -carotène peuvent ralentir l'oxydation de l'huile par la lumière (Criado et *al.*, 2007). A l'obscurité, les caroténoïdes et leurs produits d'oxydation peuvent agir en tant que pro-oxydants dans les huiles végétales (Rahmani et *al.*, 1991).

Les chlorophylles sont des puissants pro-oxydants sous la lumière, elles agissent comme des sensibilisateurs pour produire l'oxygène singulet, et comme des antioxydants

dans le noir en faisant un don d'hydrogène aux radicaux libres (Ben Tekaya *et al.*, 2006 ; Davis, 2007).

### I.1.3.2.6. Composés aromatiques

La teneur en composés volatils dépend étroitement de l'activité des enzymes de la voie de la lipoxygénase et varie selon le cultivar, le degré de maturité des olives, le stockage des olives, l'opération de lavage, le temps et la température du malaxage, les conditions climatiques et l'état sanitaire des olives (Miliauskas *et al.*, 2004; Runcio *et al.*, 2008).

Ce sont les composés en C6 tels que l'hexanal, le trans-2-hexènal, l'hexanol qui forment les principaux constituants de l'arôme de l'huile d'olive (Angerosa, 2002).

Le tableau ci-dessous nous donne le contenu total des composés aromatiques d'huile vierge de quelques variétés.

**Tableau III :** Contenu total (mg/kg) en composés aromatiques de quelques variétés d'huiles d'olive (Luna *et al.*, 2006).

Variété	Total des composés aromatiques	Total des composés C <sup>6</sup>	Total des hydrocarbures	Total des aldéhydes	Total des alcools	Total des cétones	Total des esters
<i>Arbequina</i>	19	12,6	2,72	10	4,40	1,17	0,69
<i>Chemlal de Kabylie</i>	35	17,6	9,14	11,3	11,3	1,78	1,26
<i>Picholine Marocaine</i>	16	5,63	7,86	2,13	3,54	1,93	0,88
<i>Hojiblanca</i>	9	4,25	2,22	2,05	3,15	0,80	0,64

## I.2. Propriétés biologiques de l'huile d'olive

Le régime méditerranéen est l'un des régimes alimentaires les plus étudiés pour ses bienfaits sur la santé humaine. Ce régime diminue la mortalité et la morbidité dues aux maladies cardiovasculaires, ainsi que l'incidence du diabète, de l'obésité et du cancer. Ces bienfaits potentiels résultent de l'ensemble des aliments qui le composent et parmi eux, l'huile d'olive vierge (en particulier l'huile d'olive vierge extra) qui, pour sa valeur biologique et thérapeutique, est considérée comme l'ingrédient le plus important du régime méditerranéen, sa capacité antioxydante, anti-inflammatoire, antiathérogène et hypolipémiante, entre autres fonctions biologiques, est due principalement à sa composition chimique riche en acide

oléique, polyphénols, stérols et tocophérols qui la distingue des autres huiles (Moreno et *al.*, 2015).

Grace à l'acide oléique contenu dans l'huile d'olive, les risques des maladies cardiovasculaires est diminué, tout en abaissant le taux des niveaux de cholestérol de la Lipoprotéine de faible densité (LDL) et en augmentant celui des cholestérols à Haute Densité de Lipoprotéine (HDL) et de protéger ces derniers de l'oxydation, il a aussi un effet protecteur vis-à-vis les cellules endothéliales, et il améliore la vitesse d'incorporation des triglycérides dans les lipoprotéines (Hang et Sumpio, 2008)

Les personnes qui adoptent le régime alimentaire de type méditerranéen ont environ 15 % moins de risque d'être touchées par le cancer. Selon une nouvelle étude, l'huile d'olive joue un rôle-clé dans cette protection en raison de sa capacité à tuer rapidement les cellules cancéreuses, et ça grâce à l'oléocanthal, une molécule qui agit sur des cellules cancéreuses (prostate, sein, pancréas) (Béliveau, 2015).

L'huile d'olive empêche également la motilité gastrique. Comme elle empêche partiellement l'absorption de cholestérol par le petit intestin en raison de la présence du  $\beta$ -sitostérol. Elle mobilise également l'absorption de divers minéraux tels que le calcium, le fer et le magnésium (Jones et *al.*, 2007).

L'huile d'olive vierge, et en particulier l'huile d'olive vierge extra, contient une multitude de composés antioxydants qui peuvent jouer un rôle protecteur important contre le vieillissement. Le  $\beta$ -carotène, caractérisé par l'activité antioxydante de la vitamine A, la vitamine E et d'autres composés phénoliques sont quelques exemples de ces composés (Maria et *al.*, 2015).

### I.3. Les critères de qualité

La qualité est définie comme étant l'ensemble des caractéristiques chimiques, physiques et sensorielles, permettant de classer l'huile d'olive en différentes catégories conformément aux définitions de la norme commerciale adoptée par le conseil oléicole international (COI, 2015) (Tableau 4). La qualité d'huile d'olive est influencée par une combinaison de facteurs: la variété, méthodes de récolte, processus d'extraction (Tanouti *et al.*, 2010).

#### I.3.1. Acidité

La matière grasse de l'huile d'olive est constituée de triglycérides. Lorsque ces derniers sont dégradés, les acides gras sont libérés dans l'huile. Ils sont appelés acides gras libres. Leur taux dans l'huile (grammes d'acide oléique pour 100 gramme d'huile) désigne l'acidité de l'huile (Davis, 2007).

L'acidité est un marqueur d'altération de l'huile, elle peut être liée à certaines variétés d'olives mais aussi à l'insuffisance de précautions prises lors de la récolte ou du stockage (olives véreuses en trop grand nombre, traitement sanitaire des arbres peu avant la récolte, olive moisies par un stockage prolongé et dans de mauvaises conditions, olives rassies au sol) (Kristakis *et al.*, 1998).

#### I.3.2. Indice de peroxyde

Il mesure l'état d'autoxydation de l'huile qui est lent mais inéluctable. Les précautions prises lors de la récolte, de la fabrication et du stockage de l'huile permettent de retarder et d'en réduire les effets. Un indice de peroxyde bas indique que l'huile a été extraite rapidement après la récolte et qu'elle a été stockée dans de bonnes conditions. Il permet de conclure que l'huile ne s'oxydera pas rapidement ou prématurément et se conservera au cours du temps (Krichene *et al.*, 2010).

#### I.3.3. Coefficients d'absorption spécifique

L'absorbance dans l'UV ou l'examen spectrophotométrique dans l'ultraviolet peut fournir des indications sur la qualité d'une matière grasse, sur son état de conservation, et sur les modifications dues aux processus technologiques. L'oxydation d'une huile aboutit à une dégradation en chaîne des acides gras insaturés par l'oxygène atmosphérique sous l'effet de différents facteurs exogènes et endogènes initiateurs, accélérateurs ou retardateurs, conduisant à des produits oxydés volatils ou non, citons les hydroperoxydes linoléiques qui absorbent la lumière au voisinage de 232 nm. Si l'oxydation se poursuit, il se forme des produits

secondaires d'oxydation, en particulier des dicétones et des cétones insaturées qui absorbent la lumière vers 270 nm (Tanouti et *al.*, 2010).

### I.3.4. Les propriétés organoleptiques

La valeur intrinsèque des matières n'est que l'un des éléments de la qualité du produit. En effet, divers réactions et traitements technologiques auxquels sont soumis les olives peuvent affiner ou non la qualité de l'huile d'olive produite. On s'aperçoit alors que l'analyse sensorielle doit compléter les déterminations analytiques rendues possibles au fur et à mesure du développement de l'analyse chimique ou physique et qu'elle demeure un élément prépondérant. L'homme doit connaître les différentes stimulations qu'il va ressentir pendant la dégustation. Ces propriétés organoleptiques à évaluer peuvent concerner l'aspect, la couleur, la texture, le goût, l'arôme, la saveur, etc. La formation et l'apprentissage pratique sont indispensables pour réaliser une évaluation correcte (Ouaouich et *al.*, 2007). La feuille de profil de dégustation de l'huile d'olive est donnée ci-dessous (figure 2)

Intensité de perception des défauts	
Chômé/lies	_____
Moisi/humidité/terre	_____
Vineux/vinaigré/ acide/aigre	_____
Olives gelées (bois humide)	_____
Rance	_____
Autres attributs négatifs:	
Descripteur:	Métallique <input type="checkbox"/> Foin sec <input type="checkbox"/> Ver <input type="checkbox"/> Grossier <input type="checkbox"/>
	Saumure <input type="checkbox"/> Cuit ou brûlé <input type="checkbox"/> Margines <input type="checkbox"/>
	Sparte <input type="checkbox"/> Concombre <input type="checkbox"/> Lubrifiants <input type="checkbox"/>
Intensité de perception des attributs positifs	
Fruité	_____
	Vert <input type="checkbox"/> Mûr <input type="checkbox"/>
Amer	_____
Piquant	_____
Nom du dégustateur:	
Code du dégustateur	
Code de l'échantillon:	
Date :	
	Signature
Observations:	

**Figure 2 :** Feuille de profil de l'huile d'olive vierge (COI, 2015).

**Tableau IV:** Les différentes catégories d'huiles d'olive et leurs caractéristiques (COI, 2015).

Catégories	Huile d'olive extra-vierge	Huile d'olive vierge	Huile d'olive vierge courante	Huile d'olive vierge lampante	Huile d'olive raffinée	Huile d'olive
<b>1- Caractéristiques organoleptiques</b>						
Odeur et saveur					acceptable	bonne
Médiane de défaut	Me = 0	0 < Me < 3,5	3,5 < Me < 6,0	Me > 6,0		
Médiane de fruité	Me > 0	Me > 0				
Couleur					Jaune	Claire jaune
Aspect à 20 °C pendant 24 heures					limpide	limpide
Acidité libre % m/m exprimée en acide oléique	≤ 0,8	≤ 2,0	≤ 3,3	> 3,3	≤ 0,3	≤ 1,0
Indice de peroxyde en milliéquivalents d'oxygène actif par kg	≤ 20	≤ 20	≤ 20	Non limité	≤ 5	≤ 15
<b>2- L'absorbance dans ultraviolet</b>						
A 270 nm (cyclohexane)	≤ 0,22	≤ 0,25	≤ 0,30		≤ 0,10	≤ 0,90
Δk	≤ 0,01	≤ 0,01	≤ 0,01		≤ 0,16	≤ 0,5
A 232nm	≤ 2,50	≤ 2,60				
<b>3- Teneurs en eau et en matières volatiles</b>						
(%) m/m	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,3	≤ 0,1	≤ 0,1
<b>4- Teneurs en impuretés insolubles dans l'éther de pétrole</b>						
(%) m/m	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,2	≤ 0,05	≤ 0,05
<b>5 - Traces métalliques (mg/kg)</b>						
Fer	≤ 3,0	≤ 3,0	≤ 3,0	≤ 3,0	≤ 3,0	≤ 3,0
Cuivre	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,1

## I.4. Facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive

### I.4.1. Effets du climat

La culture de l'olivier est très sensible aux températures hivernales inférieures à 0°C et même pour des températures inférieures à 10°C qui contribuent à l'arrêt du processus de fécondation pendant la période de floraison. Ceci a pour effet la non fécondation des fleurs et la réduction de la production de l'arbre (Ouaouich et Chimi, 2007).

### I.4.2. Effet de l'entretien du sol

L'olivier pousse mal sur les sols argileux (>40 %) à cause de l'asphyxie que subissent les racines durant les saisons pluvieuses, sans oublier qu'en été, ce type de sol se caractérise par des fissures qui engendrent un dessèchement des racines et les oliviers souffrent par la suite d'un manque d'eau. Les conséquences néfastes d'un tel sol se résument en une chute importante des fruits et en un calibre réduit des olives, ce qui affecte la qualité et le rendement de l'huile extraite (Ouaouich et Chimi, 2007).

### I.4.3. Effet des ravageurs

Les insectes ravageurs ont une action nuisible qui peut intervenir sous différentes formes et notamment par la destruction ou la détérioration des olives. Ces insectes ravageurs peuvent affecter les deux produits de l'olivier : l'huile d'olive et les olives de table.

Les trois types de dégâts observés sont :

- chute prématuré des fruits attaqués ;
- disparition d'une partie de la pulpe ;
- détérioration de la qualité de l'huile (Malheiro et *al.*, 2015).

Des études sur différentes variétés algériennes (Tamendjari et *al.*, 2009 ; Medjkouh et *al.*, 2016) ont montré l'impact négatif de *Bactrocera oleae* sur la qualité de l'huile issue.

### I.4.4. Modalités de la récolte

#### I.4.4.1. Méthode de récolte

La méthode de récolte des fruits est un parmi les nombreux facteurs ayant une incidence sur la qualité de l'huile d'olive (Kiritsakis, 1991).

Il existe de nombreuses techniques de récolte des olives :

➤ La récolte par cueillette

Cette opération culturale est traditionnellement exécutée manuellement, avec le plus grand soin (utilisation des toiles d'olives pour recevoir les fruits et en opérant la séparation entre les différentes catégories d'olive). Sa combinaison récente avec le gaulage (technique à laquelle recourent les cueilleurs pour améliorer leur rendement journalier) abîme ou provoque des meurtrissures aux olives en rompant leur paroi cellulaire (Khlif et Rekik, 1996).

Rares sont les régions qui pratiquent la cueillette des olives à la main ou les ramassent manuellement lorsqu'elles sont tombées (Hammadi, 2001).

Khlif et Rekik (1996) ont obtenu des acidités de 0,20 et 3,18 % lorsque les olives sont cueillies directement sur l'arbre ou récoltées après leur chute sur le sol non nettoyé, respectivement.

➤ Récolte par instruments mécaniques

Il existe maintenant des systèmes de peignes mécaniques équipés d'un moteur faisant tourner les peignes. Cette technique permet une récolte plus rapide des olives et reste peu traumatisante pour les oliviers.

En Espagne ou en Italie, la technique la plus utilisée sur les grandes exploitations est celle par vibration à haute fréquence qui est appliquée au tronc. Le principal inconvénient de ce système, outre son coût à l'achat, est les dégâts qu'il peut occasionner aux jeunes rameaux des oliviers (O.N.U.D.I, 2006).

#### **I.4.5. La maturation**

Le degré de maturation des olives revêt un intérêt primordial pour l'obtention d'huile d'olive de bonne qualité (Hammadi, 2001). Cependant l'influence du niveau de maturité des olives sur la qualité de l'huile d'olive vierge peut s'exprimer de la manière suivante :

- Lorsque les olives commencent à mûrir (fruits verts), elles contiennent encore une faible quantité d'huile. Cette huile étant très riche en chlorophylle, elle subit une détérioration oxydative rapide à la lumière (Kritsakis et Dugan, 1985).

- Durant les stades de pigmentation des olives, les constituants phénoliques augmentent avec le degré de maturité jusqu'au stade semi-noir. Au delà de la date optimale de récolte des olives basée sur la concentration maximale des polyphénols, au stade de maturation précédent (stade semi-noir), la coloration totale des fruits revêt un intérêt primordial pour l'obtention d'une huile d'olive de bonne qualité, étant donné que ces polyphénols interviennent comme antioxydants naturels et confèrent à l'huile ses propriétés organoleptiques (Hammadi, 2001).

- Au stade optimal de maturation (olives noires), la teneur en chlorophylle diminue et l'olive contient beaucoup d'huile (Suarez, 1975).

#### **I.4.6. Les conditions du stockage**

Plus le temps de stockage est long et plus l'acidité libre tend à augmenter, ce qui agit sur la qualité organoleptique des huiles produites, après la récolte et avant le broyage, les olives ne doivent pas être stockées pendant plus de 24 à 48 heures. Le stockage inadéquat affecte la qualité de l'huile d'olive de deux façons. L'hydrolyse des triglycérides résultant de l'huile caractérisée par une teneur élevée en acides gras libres. Cela se produit en raison de l'action des lipases, de l'humidité et de la chaleur. Pour remédier à cette situation, les olives et les huiles d'olive doivent être stockées dans un endroit sec et propre. Le deuxième type d'altération implique une rancidité par oxydation, ce qui se produit surtout lorsque le fruit est blessé et en présence d'air (Gharbi et *al.*, 2015).

#### **I.4.7. Effet de la taille des arbres**

La taille a pour but de maintenir l'équilibre entre la croissance végétative et la fructification. Elle réduit la phase juvénile improductive et s'oppose à la sénescence prématurée de l'arbre. Associée à la fumure et à l'irrigation, la taille permet de maintenir un équilibre qui assure chez l'olivier une production soutenue, des olives de meilleurs calibre, et une maturité régulière des fruits. La taille permet un meilleur fonctionnement de l'appareil photosynthétique constitué par les feuilles et facilite les opérations de cueillette. Elle limite aussi les surfaces d'évaporation et réduit ainsi les besoins en eau de l'arbre (Ouaouich et Chimi, 2007).

#### **I.4.8. Le facteur variétal**

L'huile d'olive est un produit issue du métabolisme de la plante, donc elle est fortement influencée par le cultivar dont l'influence est sur les caractéristiques des fruits (taille, cycle de maturation ...) sur les constituants principaux et secondaires de l'huile (Civantos, 2006).

#### I.4.8.1 Effet variétal sur la teneur en huile

La teneur en huile des olives ne constitue pas un critère de détermination de la qualité de l'huile mais c'est surtout un critère à envisager lors d'une sélection variétale. Ce critère a été utilisé par Sanchez Cacas et *al.* (1999) pour caractériser des variétés cultivées en les classant comme variétés à teneur élevée, moyenne ou faible par rapport à la matière sèche.

#### I.4.8.2. Effet variétal sur la composition biochimique de l'huile d'olive

##### ➤ Effet variétal sur la fraction saponifiable :

Les résultats d'une étude faite sur six variétés espagnoles cultivées dans les mêmes conditions pédoclimatiques (tableau V), montrent que la composition en acides gras des huiles d'olive testées est variable et nettement influencée par le facteur variétal (Aparicio, 2002).

**Tableau V :** Composition en acide gras des variétés espagnoles (Aparicio, 2002).

% en AGT	<i>Arbequina</i>	<i>Cornicabra</i>	<i>Farga</i>	<i>Leccino</i>	<i>Nevadilio</i>	<i>Picual</i>
C <sub>16=0</sub>	14,3	8,4	9,4	10,5	11	9,9
C <sub>16=1</sub>	2,1	2,6	2,4	1,4	3	3,2
C <sub>18=1</sub>	75,3	78,7	71,7	70,8	75,3	77,8
C <sub>18=2</sub>	8,5	7,5	8,6	13,9	7,3	5,0
C <sub>18=3</sub>	0,6	0,6	0,5	1,1	0,7	0,7

##### ➤ Effet variétal sur la fraction insaponifiable

Les composants de l'insaponifiables présentent un intérêt accru aux fins de la caractérisation variétale des huiles.

- **La fraction stérolique :** Plusieurs recherches montrent que la composition de l'huile d'olive en stérols est dépendante de la variété. Il a été mis en évidence que l'analyse de la composition stérolique de l'huile d'olive de diverses variétés présente des différences significatives (Marini et *al.*, 2004). Le travail de Pereira et *al.* (2002) cités par Matos et *al.* (2005) sur trois variétés portugaises montre que la teneur en stérols des huiles d'olive extraites à partir de ces variétés est différente entre elles. Le tableau VI montre la variabilité de la teneur en stérols des trois variétés étudiées.

**Tableau VI:** Effet de la variété sur la fraction stérolique (mg/100mg) (Matos et al., 2007).

Variétés	Campestérol	Stigmastérol	$\Delta$ -avenastérol	$\beta$ -sitostérol	Total
<i>Corbrancosa</i>	9,10	1,83	16,24	273,24	267,8
<i>Madual</i>	4,56	1,84	15,22	157,38	181,5
<i>Verdeal Transmontana</i>	7,34	1,67	12,58	193,96	218,3

#### I.4.9. Le système d'extraction

Les principaux critères de qualité de l'huile d'olive tels que l'acidité, la teneur en carotènes et la teneur en polyphénols totaux, sont fortement influencés par le système d'extraction (Gimeno et al., 2002).

Le matériel d'extraction doit assurer l'extraction de l'huile tout en sauvegardant son contenu en vitamines, en acides gras essentiels et surtout en composés mineurs qui lui confèrent sa saveur et qui sont nécessaires pour sa conservation et sa stabilité (Khlif, 1996).

Des études traitant l'influence du système d'extraction sur la composition en huile ont montré que l'acidité est plus élevée dans les huiles extraites par les systèmes de pression que celle obtenue par centrifugation (Torres et al., 2007, Gharbi et al., 2015). Salvador et al., (2003) ont montré que la teneur en caroténoïdes était plus élevée dans les huiles extraites à l'aide du système de pression qu'avec un système centrifuge.

En ce qui concerne la teneur en polyphénols totaux, les décanteurs à deux phases produisent des huiles d'olive de haute qualité avec des teneurs plus élevées qui les rendent plus résistantes à l'oxydation pendant le stockage (Adnan et al., 2015).

#### I.4.10. Les mélanges d'huile de variétés

Le mélange améliore la stabilité oxydante de l'huile, et préserve ses propriétés sensorielles et augmente la teneur en phénols (Mansouri et al., 2016).

D'après l'étude d'Ouni et al. (2010), le mélange des huiles d'olive améliore la composition en acides gras en augmentant l'acide oléique et en diminuant l'acide palmitique (tableau VII).

**Tableau VII:** Composition en acides gras (en %) dans les mélanges d'huiles d'olive à différentes proportions (Ouni et al., 2010).

	<i>Chemlali</i> (100%)	<i>Chemlali</i> (60%)- <i>Oueslati</i> (40%)	<i>Chemlali</i> (60 %) - <i>Chetoui</i> (40%)
Acide palmitique (C16 :0)	18,59±0,29 (a)	15,72±0,20 (ab)	16,31±0,02 (a)
Acide oléique (C18 :1)	54,37±0,56 (c)	61,88±0,14 (b)	61,68±0,19 (b)

Les mélanges agissent aussi sur la teneur en composées phénoliques ainsi que les pigments (Ouni et al., 2010) (tableau VIII).

**Tableau VIII:** Teneur en phénols dans les mélanges d'huiles d'olive à différentes proportions (Ouni et al., 2010).

	<i>Chemlali</i> (100%)	<i>Chemlali</i> (80%) - <i>Oueslati</i> 20%)	<i>Chemlali</i> (80%) - <i>Chetoui</i> (20%)	<i>Chemlali</i> (40%) - <i>Oueslati</i> (60%)	<i>Chemlali</i> (40%) - <i>Chetoui</i> (60%)
Teneur en phénols	190,09 ±0,4	215,17 ± 2,40	254,12 ± 0,6	401,22 ± 1,01	736,89 ± 4,66
Chlorophylles	1,83±0,29	1,99±0,42	2,09±0,11	3,77±0,62	3,88±0,22
Carotenoides	0,72±0,06	0,83±0,01	0,97±0,04	1,58±0,13	1,63±0,07



## CHAPITRE II : MATERIEL ET METHODES

---

## II.1. Matériel végétal

### II.1.1. Provenance

Notre étude porte sur deux variétés qui sont *Chemlal* et *Aharoun* ainsi que leurs mélanges : (*Chemlal/Aharoun*= 50:50) et (*Chemlal/Aharoun*= 75:25). Les échantillons d'olives proviennent de la région d'Ath-Mansour, commune de Boudjellil de la wilaya de Bouira.

### II.1.2. Récolte et transport

La cueillette des olives a été faite à la main, au hasard autour de l'arbre, le 30/01/2017. Les échantillons ont été transportés dans des cagettes en plastique jusqu'au laboratoire d'I.T.A.F.V de Takerietz. Les olives sont effeuillées et nettoyées pour l'extraction des huiles.

### II.1.3. Extraction des huiles

L'extraction des huiles est réalisée au niveau du laboratoire de la pépinière de l'I.T.A.F.V de Takerietz au moyen d'un oléodoseur (figure 3) suivant les étapes ci-après :

- 1- Broyage : réalisé avec un broyeur à marteaux.
- 2- Malaxage : effectué dans des bols en inox sans ajout d'eau.
- 3- Centrifugation : une centrifugeuse ayant une vitesse de 4845 tours/minutes est utilisée. Après décantation, les huiles ont été recueillies dans des flacons en verre fumé remplis, étiquetés et mises, au réfrigérateur (4°C) en attendant d'être analysées.



Figure 3 : Photographie d'un oléodoseur

## II.2. Détermination sur les fruits

### II.2.1. Analyses pomologiques

Dix fruits de chaque variété sont pris au hasard pour étudier les caractères suivants : le poids, la largeur, la longueur ainsi que le rapport longueur/largeur. Ces mêmes fruits sont dépulpés, et par un brossage et rinçage à l'eau, les noyaux sont nettoyés afin de déterminer : le poids, le rapport PM du fruit/PM du noyau (Hilali, 1995).

### II.2.2. Indice de maturité

L'indice de maturité des fruits d'olives est déterminé selon la méthode décrite par Vinha *et al.* (2005) sur 100 fruits d'olives choisis aléatoirement (Annexe I).

### II.2.3. Détermination de la teneur en huile des olives

Le protocole est réalisé selon la méthode décrite dans le règlement C.C.E (2568/91). L'extraction est réalisée à partir d'une pâte d'olive séchée à l'étuve pendant 24 h à 60°C au moyen de l'hexane pendant 6 heures. La masse de l'huile est déterminée par gravimétrie, après avoir évaporé l'hexane.

La teneur en huile exprimée en pourcentage en masse de la matière sèche est donnée par la formule suivante :

$$R (\%) = [(M - M_0) / M_p] * 100$$

M : masse en gramme du ballon contenant l'huile.

M<sub>0</sub> : masse en gramme du ballon vide.

M<sub>p</sub> : masse en gramme de la prise d'essai.

## II.3. Détermination des indices de qualité

### II.3.1. Mesure de l'acidité

La détermination des acides gras libres dans les huiles d'olives est réalisée par la méthode décrite dans le règlement CCE (2568/91). Le principe de la méthode consiste en mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange de solvants, puis titrage des acides gras libres présents à l'aide d'une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium.

Un échantillon de 5 g d'huile d'olive est solubilisé dans 25 ml du mélange diéthyléther-éthanol à 95%. Le mélange est titré, en agitant avec une solution d'hydroxyde de potassium à 0,1N jusqu'au virage de l'indicateur coloré (phénolphtaléine) vers le rose.

L'acidité est exprimée en pourcentage d'acide oléique :

$$A(\%) = (V - V_0) * N * M / 10 * m$$

A% : Pourcentage d'acidité.

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

V<sub>0</sub> : volume de KOH pour neutraliser le blanc.

N : normalité de l'hydroxyde de potassium (0.1N).

M : poids molaire de l'acide oléique qui égale à 282g/ml.

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

### II.3.2. L'indice de peroxyde

L'indice de peroxyde représente la quantité des substances de l'échantillon (exprimé en milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme) qui oxyde l'iodure de potassium avec libération d'iode.

L'indice de peroxyde est déterminé selon la méthode normalisée par le règlement CEE (2568/91). On prend 2 g d'huile d'olive dans un bécher, on ajoute 10ml de chloroforme tout en agitant afin de dissoudre l'huile puis 15ml d'acide acétique et 1ml d'une solution d'iodure de potassium saturée sont ajoutés. On agite pendant 1minute et on laisse la solution obtenue à l'obscurité pendant 5 minutes. 75ml d'eau distillée sont ajoutées ainsi que quelques gouttes d'empois d'amidon, le tout est titré avec le thiosulfate de sodium (0,01 N) en agitant vigoureusement. L'indice de peroxyde est donné par l'expression suivante :

$$IP = V * T * 1000 / m$$

IP : Indice de peroxyde.

V : nombre de millilitres de solution de thiosulfate de sodium normalité 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.

### II.3.3. Absorbance dans l'ultraviolet

L'extinction spécifique est déterminée selon la méthode décrite par le COI (1996). Un échantillon de 0,25g d'huile d'olive filtrée et ajusté à 25ml avec de l'hexane. Puis on

mesure les absorbances à deux longueurs d'ondes 232nm et 270nm. Les coefficients d'extinction  $K_{232}$  et  $K_{270}$  sont exprimés par l'équation suivante :

$$K=A(\lambda)/C*L$$

K : extinction spécifique à la longueur d'onde  $\lambda$ .

$A(\lambda)$  : absorbance à  $\lambda$  nm.

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

L : épaisseur de la cuve en centimètre.

#### II.4. Composition en acides gras

##### ➤ Préparation des esters méthyliques

Une aliquote de 0,5g d'huile est dissoute dans 5ml d'hexane pour chromatographie, à laquelle sont ajoutés 0,5ml d'une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium (2N). Le mélange est homogénéisé pendant 30 secondes, puis centrifugé à 3000 tours/min pendant 5 minutes. On prélève 2 gouttes du surnageant, et on les mélange avec 1ml d'hexane (CE, 2002).

##### ➤ Dosage qualitatif et quantitatif

Un volume de 1  $\mu$ l des esters méthyliques est injecté dans un chromatographe en phase gazeuse de type E 890 Network CG Système dont les conditions d'analyse sont décrites ci après :

- Injecteur : SPLIT 1/100 ;
- Colonne capillaire DB 23 : (longueur : 60 m, diamètre intérieur : 0,25 mm et épaisseur : 0,25 $\mu$ m) ;
- Gaz vecteur : hydrogène ;
- Détecteur : FID ;
- Températures : (injecteur : 270°C, détecteur : 250°C)
- Volume injectée : 1 $\mu$ l
- Programme (gradient de température) :
 

6,5°C/min	2,75°C/min	40°C/min
130°C	170°C	215°C
—————→	—————→	—————→
1min	12min	3min

Les acides gras sont identifiés en fonction de leur temps de rétention au niveau de la colonne par comparaison à des acides gras étalons et le taux de chaque acide gras (%) est déterminé par le calcul des aires des pics correspondants.

## II.5. Dosage des pigments

Le dosage des chlorophylles et des caroténoïdes est décrit par le protocole de Minguez-Mosquera et *al.* (1991). Un échantillon de 7,5g d'huile dissout dans 25ml du cyclohexane. Le maximum d'absorption à 670 nm et à 470 nm renseigne sur la fraction chlorophyllienne et caroténoïde respectivement. La valeur du coefficient d'extinction spécifique appliquée est  $E_0=613$  pour le phéophytine comme composant majeur des chlorophylles et  $E_0=2000$  pour la lutéine comme caroténoïde majeur.

La teneur en pigments est déterminée par les formules suivantes :

$$\begin{aligned} \text{Chlorophylle (mg/kg)} &= A_{670} * 10^6 / 613 * 100 * T \\ \text{Caroténoïdes (mg/kg)} &= A_{470} * 10^6 / 2000 * 100 * T \end{aligned}$$

A : absorbance.

T : trajet optique (épaisseur de la cuve 1 cm).

## II.6. Extraction et dosage des composés phénoliques

### ➤ Extraction

Pour l'extraction des composés phénoliques, on a utilisé le protocole de Favati et *al.* (1994) qui consiste de faire passer 10ml d'hexane à travers la colonne  $C_{18}$  puis 7ml du méthanol pour l'activer. 1g d'huile d'olive est dissout dans 10ml d'hexane, le mélange est élué à travers la colonne d'octadecyle ( $C_{18}$ ), les composés phénoliques retenus dans la colonne sont élués avec 7 ml de méthanol.

### ➤ Dosage des polyphénols totaux

La méthode utilisée pour le dosage des polyphénols totaux est celle de Favati et *al.* (1994).

Dans une fiole de 20ml, on met 2ml de l'extrait méthanolique, on ajoute 5ml de l'eau distillée et 0,5 ml de réactif de Folin-Ciocalteu. Après 3min, un volume de 4ml de carbonate de sodium à (10%) est ajouté, puis ajusté avec de l'eau distillée. Après 90 min à l'obscurité, on mesure l'absorbance à 765nm contre un témoin dont l'extrait méthanolique est remplacé par le même volume du méthanol.

Les concentrations en polyphénols exprimées en Equivalent Acide Gallique (mg EAG/kg), sont déterminées en se référant à une courbe étalon (Annexe II a).

## II.7. Les flavonoïdes

Le dosage des flavonoïdes est basé sur les propriétés chélatrices des flavonoïdes essentiellement les flavones et les flavols qui possèdent la fonction 4-céto-5-hydroxyle qui interagit avec les ions  $Al^{+3}$  (Apak et *al.*, 2007).

La teneur en flavonoïdes est estimée par la méthode de Djerdane et *al.* (2006). 2 ml d'extrait méthanolique et 2 ml d'une solution méthanolique de trichlorure d'aluminium (2%) sont mélangés. L'absorbance est mesurée à 430 nm et les valeurs sont exprimées en mg EQ/kg en se référant à une courbe d'étalonnage (Annexe II b).

## II.8. Indice d'amertume

La détermination de l'indice d'amertume de l'huile d'olive se fait suivant le protocole de Gutiérrez Rosales et *al.* (1992). Elle est évaluée par extraction des composés amers d'un échantillon de 1g d'huile dissout dans 5ml d'hexane puis introduit dans la colonne d'octadecyl  $C_{18}$ . Celle-ci est lavée avec 10ml d'hexane pour éliminer toute trace de gras. La phase polaire retenue est éluée avec 25ml de méthanol/eau (V/V). L'absorbance est mesurée à 225 nm contre un blanc qui est le méthanol/eau.

## II.9. Etude de l'activité antioxydante

### II.9.1. Activité antiradicalaire de l'huile contre le radical DPPH

L'évaluation de l'activité antiradicalaire des huiles est déterminée selon le protocole décrit par Ramadan et Moersel, (2006). Cette méthode est basée sur la décoloration de la solution contenant le radical DPPH lors de sa réduction par les antioxydants.

Un volume de 3,9 ml de la solution de DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle) préparé dans du toluène est additionné d'un volume de 1 ml de la solution de 0,5 g d'huile dissoute dans 5 ml du toluène, le mélange est agité au vortex. L'absorbance est mesurée après 90 min d'incubation à l'obscurité à 515nm. L'activité est exprimée en  $\mu\text{g}$  EAG/kg d'huile en se référant à une courbe d'étalonnage (Annexe II c). Le pourcentage d'inhibition du DPPH de l'huile est calculé selon la formule suivante :

$$\text{(\% d'inhibition du DPPH)} = \frac{(A_c - A_e)}{A_c} * 100$$

$A_c$  : absorbance du contrôle.  $A_e$  : absorbance de l'échantillon.

➤ Les concentrations correspondantes à 50 % d'inhibition (EC50) ont été déterminées à partir des graphiques de la variation des pourcentages d'inhibition en fonction de la concentration, puis comparées à celle de l'acide gallique.

## II.9.2. Activité antioxydante des extraits méthanoliques

### II.9.2.1. Activité antiradicalaire contre le radical DPPH

La détermination du DPPH des extraits est réalisée selon le protocole d'Amro et al. (2002). 2 ml d'extrait méthanolique sont ajoutés à 2 ml de la solution DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle) préparé dans du méthanol. L'absorbance est mesurée après 90 min d'incubation à l'obscurité à 515 nm. La valeur du DPPH des extraits est exprimée en mg EAG/kg d'huile en se référant à une courbe d'étalonnage (Annexe II d). Les pourcentages d'inhibition du radical DPPH sont déterminés selon la formule suivante :

$$\text{(\% d'inhibition du DPPH)} = \frac{Ac - Ae}{Ac} * 100$$

Ac : absorbance du contrôle.

Ae : absorbance de l'échantillon.

### II.9.2.2. Pouvoir réducteur

La détermination du pouvoir réducteur est réalisée selon la méthode décrite par le COI (2016). On prend 2,5ml d'extrait méthanolique et on ajoute 2,5ml de phosphate de sodium (0,2molarité), 2,5ml de ferricyanide de potassium à (1%) en agitant le mélange. Après incubation à 50°C pendant 20 min on ajoute 2,5 ml de trichloracétique à (10%) puis centrifugation à 1000 rpm pendant 8 min. De ce mélange. On prélève 5 ml et on ajoute 5 ml d'eau distillée et 1 ml de chlorure de fer à (0,1N). On mesure l'absorbance à 700 nm contre un blanc qui est le méthanol. La concentration des composés réducteurs (antioxydants) dans l'extrait est exprimée en milligramme Equivalent Acide Ascorbique (mg EAA/ kg) en se référant à une courbe d'étalonnage (Annexe II e).

## II.10. Etude statistique

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



## CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS

---

### III.1. Déterminations sur les fruits

#### III.1.1 L'indice de maturité

La maturation des olives dure plusieurs mois et le développement varie en fonction de la variété d'olive, la température et les pratiques culturales. Pendant la maturation, des changements chimiques importants se produisent à l'intérieur du fruit (Gharbi *et al.* 2015). Les résultats des indices de maturité des échantillons de fruits étudiés sont consignés dans le tableau IX.

Les fruits des variétés *Aharoun* et *Chemlal* présentent des indices de maturité très proches qui sont respectivement 4,57 et 4,22. D'après ces résultats, nous pouvons déduire que la différence de l'indice de maturité est due à la différence variétale étant donné que les échantillons ont une même origine géographique.

**Tableau IX** : Indice de maturité, caractères pomologiques et rendement en huile de *Chemlal* et *Aharoun*.

	Indice de maturité	PM des fruits (g)	Largeur des fruits (mm)	Longueur des fruits (mm)	Longueur / largeur des fruits	PM des noyaux (g)	PM du fruit/PM des noyaux	R% (de matière sèche)
<i>Chemlal</i>	4,22	1,88±0,21 (b)	12,26±0,54 (b)	18,05±1,17 (b)	1,52	0,37±0,03 (b)	5,05	41±4,24 (b)
<i>Aharoun</i>	4,57	3,17±0,40 (a)	14,79±0,90 (a)	22,57±1,47 (a)	1,47	0,58±0,02 (a)	5,46	49 ± 3,53 (a)

\*Dans une même colonne, les moyennes suivies de lettres identiques ne diffèrent pas significativement à ( $p < 0,05$ ).

#### III.1.2. Analyses pomologiques

Le poids moyen de cent fruits, et de cents noyaux des deux variétés d'olive montre des valeurs significatives (tableau IX). La variété *Chemlal* présente un poids moyen des fruits et des noyaux faibles qui sont de 1,88g et 0,37g respectivement, alors que la variété *Aharoun* présente des poids moyens des fruits et des noyaux plus élevés (3,17g, 0,58g respectivement).

Mehri et Hellali (1995) ont fixé le calibre en poids total comme suit: petite taille pour un poids < à 2g; calibre moyen pour un poids qui se situe entre 2 et 4 g; gros pour un poids de 4 à 6g et enfin très gros pour un poids > à 6g. En se basant sur ces intervalles, on relève que les fruits de la variété *Aharoun* font partie du calibre moyen, par contre les fruits de la variété *Chemlal* font partie de la catégorie petite taille. La variété *Aharoun* peut avoir une double destination (huile et olive de table), alors que la variété *Chemlal* est utilisée exclusivement pour la production d'huile.

Notre variété *Chemlal* présente un poids moyen nettement supérieur aux principales variétés tunisiennes (*Zelmati*, *Chemlali*, *Oueslati*) étudiées par Abaza *et al.* (2002) dont le poids moyen ne dépasse pas 1g.

Les dimensions des fruits des deux variétés sont différentes. Elles sont en relation étroite avec le poids des fruits. Le rapport longueur / largeur des fruits montre que la forme des fruits des deux variétés est similaire (ovoïde).

En plus des facteurs tels que les caractéristiques du sol et la fertilisation (Tanilgan *et al.*, 2007), le facteur variétal ( le patrimoine génétique) a un effet significatif sur la taille des olives (Grati Kamoun. 2007).

### III.1.3. Rendement en huile

Le rendement en huile des variétés exprimé en pourcentage de matière sèche, est de 41% pour la variété *Chemlal*, et 49% pour la variété *Aharoun* (tableau IX).

Taous et Romero (1993) cités par Sanchez-Cacas *et al.* (1999), ont classé les variétés selon leur rendement en huile par rapport à la matière sèche comme suit :

- Variétés présentant un rendement élevé (>46%) ;
- Variétés présentant un rendement moyen (de 38 à 46%) ;
- Variétés présentant un rendement faible (<38%).

D'après cette classification, on peut classer la variété *Chemlal* : à rendement moyen, et la variété *Aharoun* : à rendement élevé.

Les teneurs en huile de nos variétés sont supérieures à celles enregistrées par Sobhy El Sohaimy *et al.* (2016) sur les deux variétés *Manzanillia* et *Kamalata* qui ont obtenu des valeurs de 25,76 et 28,17 respectivement, mais inférieures à celles trouvées par Zerrouk *et al.* (2009) pour certains cultivars de la collection méditerranéenne, qui atteignent les 63%.

## III.2. Indices de qualité des huiles

### III.2.1. Acidité

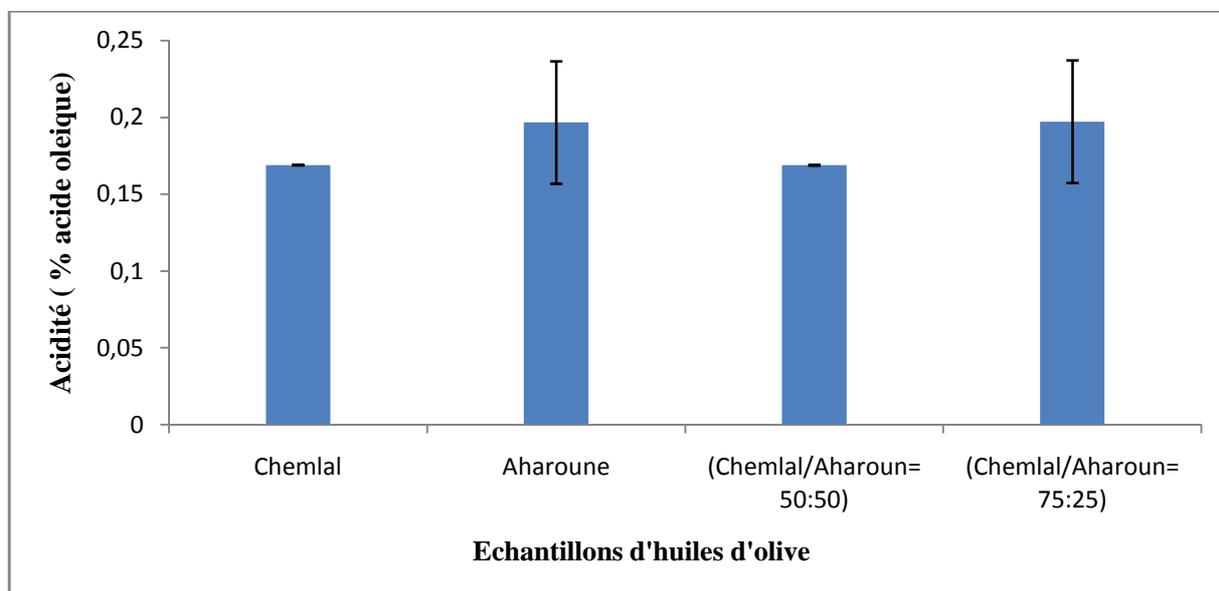
L'acidité libre est un paramètre qui renseigne sur l'altération des échantillons d'huiles par hydrolyse. Les résultats obtenus sont consignés dans la figure 4.

On remarque que les variétés *Chemlal*, *Aharoun*, ainsi que leur mélanges : (*Chemlal/Aharoun*=75 :25), (*Chemlal/Aharoun*=50 :50) présentent des acidités inférieures à 0,8%, norme fixée par le COI (2015) pour une huile d'olive extra vierge.

Les indices d'acidité des mélanges ressemblent aux variétés qui les forment. Aucune différence significative n'est notée entre les différents échantillons.

Nos deux variétés présentent des indices d'acidité proches des variétés *Arbequine* et *Picual* (0,14 et 0,13 respectivement), étudiées par Rodriguez *et al.* (2016).

La variété *Chemlal* présente une acidité similaire aux acidités des deux variétés *Chemlal* de Bouira et Oran : 0,17 et 0,15 respectivement) étudié par Zeguane *et al.* (2015), et une valeur inférieure par rapport à *Chemlal* de Skikda et Biskra, ces deux huiles présentent des indices d'acidité de 0,42 et 0,23 respectivement. Les faibles acidités observées dans nos échantillons sont probablement dues à la faible hydrolyse qui peut-être survenue durant l'extraction et le stockage des huiles, ainsi qu'aux bonnes conditions de récolte d'olives et d'extraction de l'huile (Krichene *et al.*, 2010).

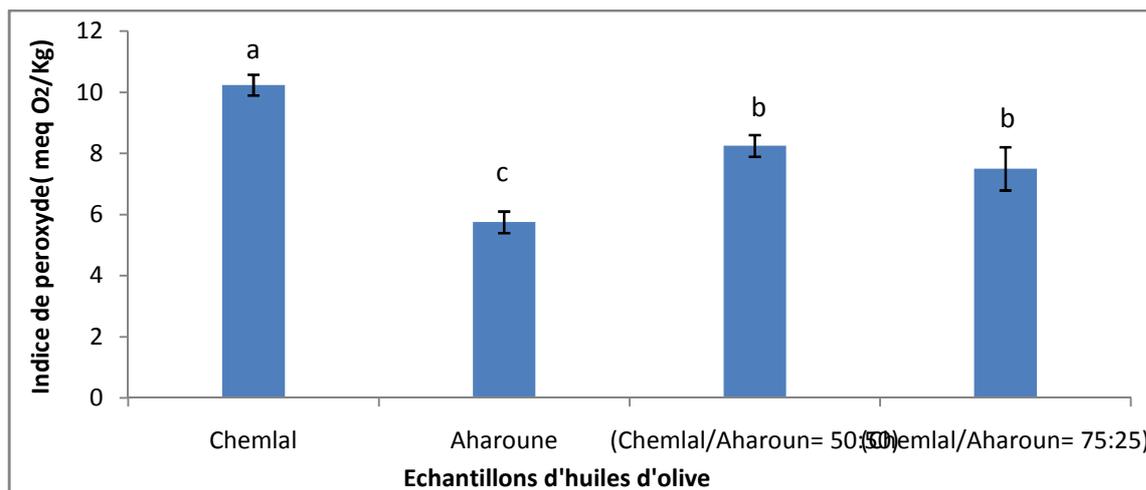


**Figure 4 :** Acidité des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées.

### III.2.2. Indice de peroxyde

Les variétés : *Chemlal*, *Aharoun*, ainsi que les mélanges (*Chemlal/Aharoun*= 50 :50), (*Chemlal/Aharoun*= 75 :25) présentent des valeurs d'indice de peroxyde qui sont respectivement : 10,24 ; 5,75 ; 8,25 ; 7,5 (figure 5). Des différences significatives ( $p < 0,05$ ) sont notées entre les huiles obtenues des variétés *Chemlal* et *Aharoun*, excepté entre les mélanges. Ces résultats montrent des indices de peroxydes inférieurs à 20 (meq d' $O_2$ /kg), donc conformes aux normes du COI (2015) pour les huiles d'olive extra vierges.

Le mélange (*Chemlal/Aharoun*= 75 :25) présente un indice de peroxyde similaire au mélange (*Arbequine/Picual*= 80 :20) (7 meq d' $O_2$ /kg) (Rodriguez *et al.* (2015).



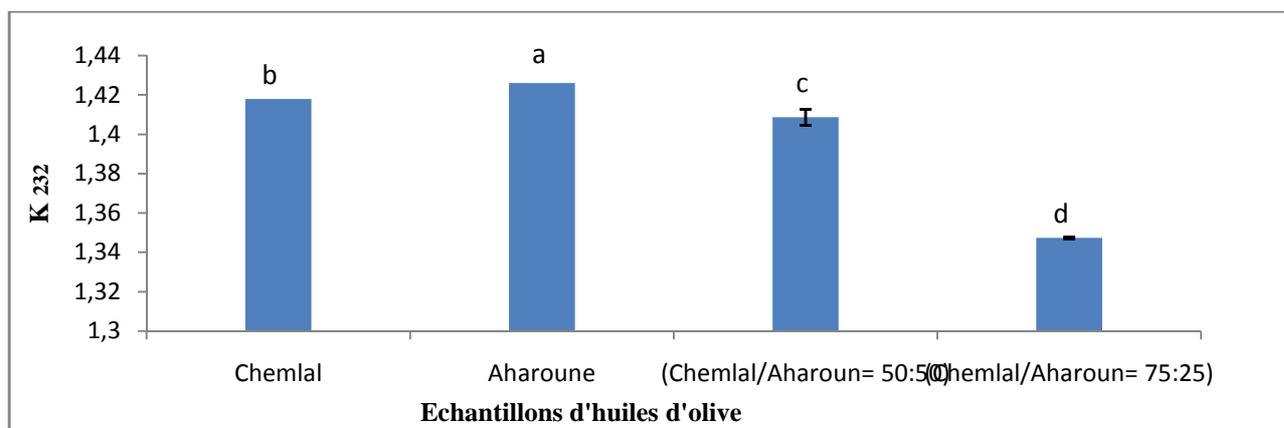
**Figure 5 :** Indice de peroxyde des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées.

\*Les moyennes suivies de lettres différentes diffèrent significativement à ( $p < 0,05$ ). Les résultats sont classés par ordre décroissant ;  $a > b > c > d$ .

### III.2.3. Absorbance dans l'ultraviolet

Le recours à la détermination des coefficients  $K_{232}$  et  $K_{270}$  renseigne sur la présence ou l'absence de produits d'oxydation dans l'huile. Les hydroperoxydes des premiers stades d'oxydation absorbent à 232 nm, alors que les produits d'oxydation secondaires tels que les cétones insaturées-dicétones absorbent au voisinage de 270 nm (Tanouti et *al.*, 2011). Des différences significative ( $p < 0,05$ ) sont enregistrées entre les échantillons d'huiles à 232 nm (figure 6). La valeur maximale est enregistrée par *Aharoun* (1,42), alors que la valeur minimale est notée pour le mélange (*Chemlal/Aharoun*= 75:25) (1,34).

Les résultats de nos mélanges sont proches de ceux rapportés par Haddam et *al.* (2014) qui ont travaillé sur l'assemblage des variétés d'origine marocaine (*Arbequine*, *Picholine marocaine*, *Picual*).



**Figure 6 :** Coefficient d'adsorption spécifique à 232 nm des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées. \*Les moyennes suivies de lettres différentes diffèrent significativement à ( $p < 0,05$ ). Les résultats sont classés par ordre décroissant ;  $a > b > c > d$ .

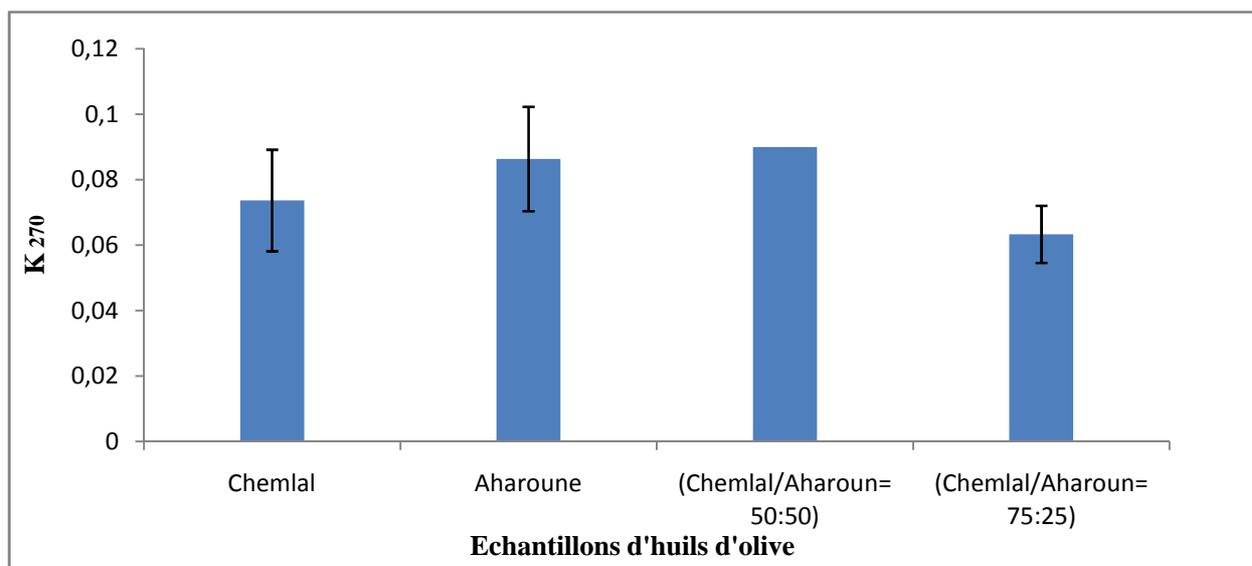
Quand au coefficient  $K_{270}$ , les valeurs de l'absorbance spécifique sont faibles et ne dépassent pas 0,10 pour l'ensemble des échantillons (figure 7). Aucune différence significative n'est enregistrée entre les échantillons.

Nos deux mélanges présentent des valeurs inférieures à celles trouvées par Rodriguez *et al.* (2016) pour les mélanges (*Brava/Mansa*= 70 :30) et (*Mansa /Brava* = 90 :10) qui présentent des coefficients d'extinction spécifiques de 0,15 et 0,14 respectivement.

La valeur maximale enregistrée par le mélange (*Chemlal/Aharoun*= 50 :50) (0,09), est similaire au résultat obtenu par Heddami *et al.* (2014) pour le mélange des deux variétés *Arbequine* et la *Picholine marocaine*.

Ces résultats répondent aux normes du COI 2015 ( $K_{232}<0,22/ K_{270}<2,5$ ). Ceci est expliqué par les bonnes conditions de travail : récolte manuelle, état sain des olives, huile extraite juste après la récolte de 24 à 48h maximum, et d'après Tanouti *et al.* (2011) l'absorbance en UV est aussi un indicateur sur l'oxydation par surexposition de l'huile à l'air lors de la trituration.

Sur la base des résultats des indices de qualité, nos échantillons appartiennent à la catégorie extra-vierge. Selon Robredo *et al.* (2016), les valeurs de la plupart des indices de qualité (l'acidité libre, les peroxydes et les coefficients d'extinction UV) changent linéairement en corrélation étroite avec le pourcentage en masse des fruits de chaque variété.



**Figure 7** : Coefficient d'adsorption spécifique à 270 nm des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées.

### III.3. La composition en acides gras

Les résultats de la composition en acides gras des huiles analysées sont consignés dans le tableau 10. D'après les chromatogrammes (Annexe III, IV), les acides gras détectés sont : l'acide palmitique (C16 :0), palmitoléique (C16 :1), stéarique (C18 :0), oléique (C18 :1), linoléique (C18 :2), linoléique (C18 :3), arachidique (C20 :0).

**Tableau N° 10:** Composition en acide gras des échantillons d'huile.

	Chemlal	Aharoun	(Chemlal/Aharoun = 50 :50)	(Chemlal/Aharoun = 75:25)
C16 :0	15,72	14,51	14,63	15,22
C16 :1	1,36	0,96	1,09	1,21
C18 :0	2,01	2,64	2,34	2,25
C18 :1	64,66	63,98	63,64	65,13
C18 :2	14,12	16,75	15,26	14,74
C18 :3	0,61	0,65	0,64	0,64
C20 :0	0,40	0,40	0,43	0,40
C18 :1/ C18 :2	4,57	3,81	4,17	4,42
AGI	80,75	82,34	80,63	81,72
AGS	18,13	17,55	17,4	17,87
AGI/AGS	4,30	4,69	4,63	4,57

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

Une comparaison des teneurs en acides gras totaux de nos huiles à la norme commerciale du COI (2015) montre qu'elles y répondent toutes.

L'huile issue de la variété de *Chemlal* se caractérise par sa teneur légèrement plus élevée en acide palmitique (15,72 %) et légèrement plus faible en acide linoléique (14,12%) que l'huile de la variété *Aharoun* (14,51% pour le C16 :0 et 16,75% pour le C18 :2). Les deux variétés renferment des teneurs en acide oléique très proches : 64,66% pour *Chemlal* et 63,98% pour *Aharoun*.

Les mélanges possèdent généralement des valeurs intermédiaires entre les deux variétés. On note dans les mélanges une légère diminution de l'acide palmitique et une légère augmentation de l'acide linoléique qui par rapport à la variété *Chemlal*.

L'huile obtenue de la variété *Chemlal* présente le rapport C18 :1/C18 :2 le plus élevé (4,57%) suivie de l'huile obtenue du mélange (*Chemlal/Aharoun*= 75:25), ceci peut constituer un atout pour la stabilité oxydative ces échantillons par rapport aux deux huiles issues de la variété d'*Aharoun* et du mélange (*Chemlal/Aharoun*= 50:50).

L'huile de la variété d'*Aharoun* présente le rapport AGI/AGS le plus élevé (4,69%), suivie des huiles obtenues des mélanges, respectivement (*Chemlal/Aharoun*= 50:50) (4,63%), (*Chemlal/Aharoun*= 75:25) (4,57%), et en dernier vient l'huile de la variété de *Chemlal* avec une valeur de 4,30 %. Une teneur élevée en acides gras saturés des huiles conduit à une viscosité et une persistance accrues sur les muqueuses de la cavité buccale, produisant un effet connu sous le nom de «sensation de graisse» (Solinas, 1990; Youssef et al., 2011).

Nos résultats sont similaires aux résultats obtenus par Haddam et al. (2014) pour les variétés marocaines : *Arbequine* et *Picholine marocaine* ainsi que leurs mélanges. Les résultats de Robredo et al. (2016) ont montré que la composition en acides gras change linéairement en corrélation étroite avec le rapport de la masse des fruits des variétés.

### III.4. Pigments

La mesure des teneurs en chlorophylles et en caroténoïdes pour les huiles est importante car ces pigments sont impliqués dans les mécanismes de l'auto-oxydation et de la photo-oxydation des acides gras affectant la stabilité oxydative des huiles, leurs teneurs ne doivent pas dépasser 20 ppm (Ait yacine et al., 2001).

#### III.4.1. Les chlorophylles

Les teneurs en chlorophylle des huiles étudiées sont représentées dans la figure 8. Les valeurs obtenues pour nos quatre échantillons oscillent entre un maximum de 3,02 ppm pour l'huile obtenue du mélange (*Chemlal/Aharoun*= 75:25) et un minimum de 1,60 ppm pour l'huile d'*Aharoun*.

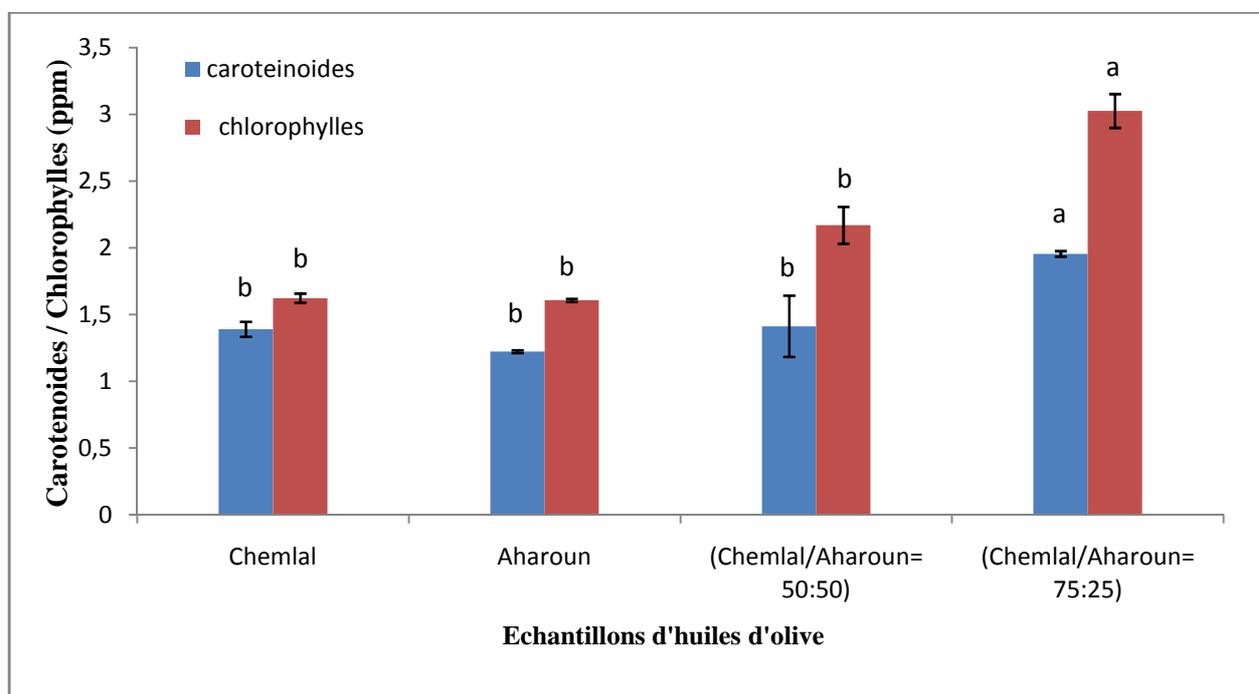
Le faible taux enregistré pour l'huile d'*Aharoun* peut être expliqué par son indice de maturité légèrement plus élevé que celui de la variété *Chemlal*. En effet la teneur en chlorophylles des fruits diminue au fur et à mesure de leur maturation suite à la réduction de l'activité photosynthétique qui diminue progressivement (Criado et al., 2007 ; Baccouri et al., 2008).

La teneur en chlorophylles de notre variété *Chemlal* est plus élevée (1,62 ppm) que les deux variétés *Chemlal* étudiées par Lainer *et al.* (2016) qui présentent des teneurs de 0,8 et 0,4 ppm. En revanche, nos huiles monovariétales et leurs mélanges présentent des valeurs inférieures aux résultats obtenus par Liliana Serrano *et al.* (2015) pour les variétés portugaise *Cobrançosa*, *Galega* et leurs assemblage avec les variétés *Verdeal* et *Cordovil*.

### III.4.2. Les caroténoïdes

Les résultats de la figure 8 montrent que les variétés : *Chemlal*, *Aharoun*, ainsi que leur mélanges (*Chemlal/Aharoun*= 50 :50), (*Chemlal/Aharoun*= 75:25) présentent des teneurs en carotènes comparables qui sont respectivement : 1,39, 1,22, 1,41, 1,95 (ppm). Dans les mélanges, on observe une augmentation de la quantité des caroténoïdes par rapport aux variétés qui les forment.

Notre variété *Chemlal* contient une teneur plus faible en caroténoïdes par rapport au *Chemlali* du Sfax étudié par Lazzez. (2006), et à *Chemlal* de Biskra (Zeguane *et al.*, 2015) qui présentent une teneur de 1,70 ppm.



**Figure 8 :** Teneurs en caroténoïdes et en chlorophylles des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées.

\*Les moyennes suivies de lettres différentes diffèrent significativement à ( $p < 0,05$ ). Les résultats sont classés par ordre décroissant ;  $a > b > c > d$ .

### III.5. Les composés phénoliques

Les composés phénoliques sont considérés comme des antioxydants naturels qui empêchent l'oxydation de l'huile au cours du stockage.

D'après les résultats obtenus (figure 9), on remarque que l'huile de la variété *Aharoun* présente une teneur élevée en composés phénolique : 364.02 ppm comparativement à la variété *Chemlal* qui ne contient que 240,61 ppm.

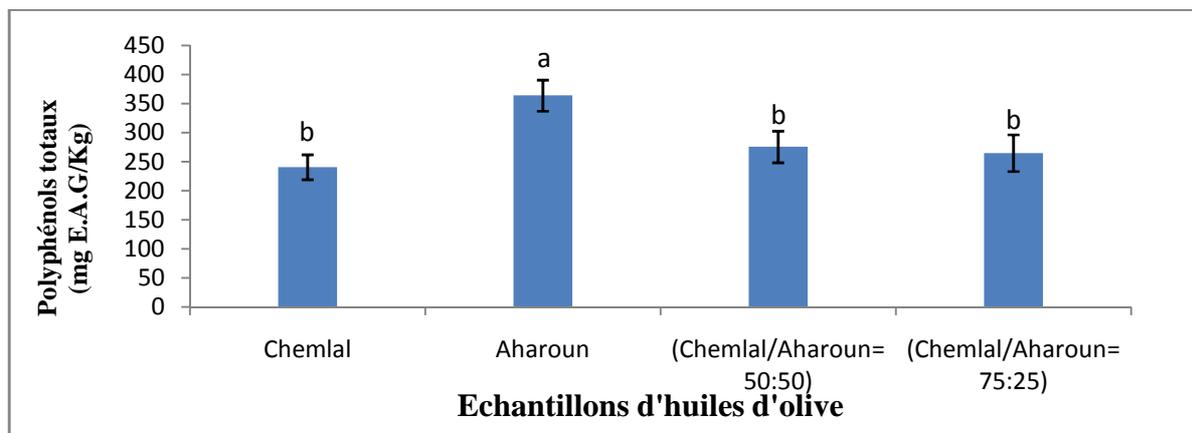
Les mélanges (*Chemlal/Aharoun*= 50 :50), (*Chemlal/Aharoun*= 75:25) enregistre des valeurs qui sont respectivement de 275,60, 264,91 ppm. Des différences significatives ( $p < 0,05$ ) sont enregistrées entre la variété *Aharoun* et les autres échantillons.

Les teneurs en polyphénols de nos variétés sont plus inférieures que celles des variétés turques (Ash yarulmaz et al., 2013), qui renferme jusqu'à 855 ppm, alors qu'elles sont proches de celles trouvées pour les *Oléastres* algériens (Boucheffa et al., 2014). Nos variétés *Chemlal* et *Aharoun* ont des teneurs en composés phénoliques proches aux variétés tunisiennes *Horkesra* et *Sredki* étudiées par Menai et al. (2012).

La quantité de phénols est progressivement rehaussée dans les mélanges d'olives des deux variétés. Ces résultats sont en accord avec ceux d'Ouni et al. (2011) qui ont signalé que lorsqu'un pourcentage élevé d'huile d'olive de *Chemlali* est mélangé avec *Chetoui* et *Oueslati*, il se produit une augmentation de la teneur des mélanges en composés phénoliques. Selon Koprivnjak et al. (2012), la teneur en composés phénoliques dans l'huile obtenue à partir de mélanges de fruits de variétés *Leccino* et *Istarska bjelica* a changé linéairement en corrélation étroite avec le rapport de masse des fruits des deux cultivars. Cela suggère qu'aucun effet synergique ou antagoniste sur l'activité enzymatique n'a été induit en combinant les fruits de ces deux cultivars avec des motifs enzymatiques vraisemblablement différents. Contrairement, les résultats de Robredo et al. (2016) ont montré que l'effet du co-écrasement sur les composés mineurs, les composés phénoliques et les volatils C6, ne peut pas être facilement modulé en raison d'un changement complexe, non progressif et non prévisible de la composition.

Le mélange des deux variétés a entraîné une amélioration de la teneur en composés phénoliques qui n'évolue pas de façon linéaire, ce qui serait lié probablement à l'effet des enzymes de chaque variété; la  $\beta$ -glucosidase transforme les glycosides phénoliques hydrophiles en aglycones moins hydrophiles et l'estérase libère des phénols simples à partir

de formes complexes, les enzymes oxydatives (Polyphénols oxydase, peroxydase et lipoxygénase) provoquent une dégradation par oxydation des phénols.



**Figure 9** : Teneurs en composés phénoliques des différents échantillons d'huiles d'olive.

\*Les moyennes suivies de lettres différentes diffèrent significativement à ( $p < 0,05$ ). Les résultats sont classés par ordre décroissant ;  $a > b > c > d$ .

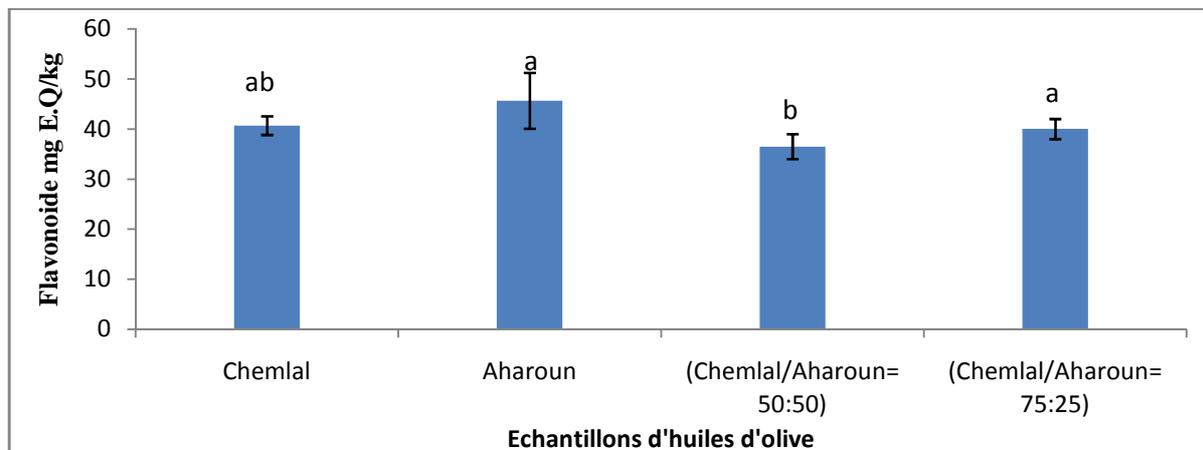
### III.6. Les flavonoïdes

Les flavonoïdes sont des piègeurs efficaces des radicaux libres les plus prooxydants particulièrement impliqués dans la peroxydation lipidique. De plus, ils ont une activité chélatrice des métaux tels que le cuivre et le fer, qui à l'état libre, peuvent être à l'origine de la production de radicaux libre.

L'analyse statistique a révélé des différences significatives ( $p < 0,05$ ) entre les deux mélanges (*Chemlal/Aharoun*= 50 :50), (*Chemlal/Aharoun*= 75:25) et entre l'huiles de la variété d'*Aharoun* et le mélange (*Chemlal/Aharoun*= 50 :50), néanmoins aucune différence significative n'est enregistré entre les huiles de *Chemlal*, *Aharoun* et le mélange (*Chemlal/Aharoun*= 75:25) et entre l'huile de *Chemlal* et le mélange (*Chemlal/Aharoun*= 50 :50) (figure 10).

Les taux en flavonoïdes des variétés *Chemlal*, *Aharoun* ainsi que leur mélanges (*Chemlal/Aharoun*= 50 :50), (*Chemlal/Aharoun*= 75:25) sont respectivement : 40,70, 45,67, 36,48, 40,01 mg E Q/kg. D'après ces résultats, on remarque que la variété *Aharoun* présente la teneur la plus élevée en flavonoïdes, ce qui est en relation avec sa teneur élevée en composés phénoliques (364.02 ppm), un coefficient de corrélation positif ( $r=0,73$ ) est enregistré entre la teneur en flavonoïdes et les polyphénols totaux.

Notre variété *Chemlal* renferme des teneurs plus élevées en flavonoïdes que celles de la même variété étudiée par Laincer *et al.* (2016).



**Figure 10 :** Teneurs en flavonoïdes des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées.

\*Les moyennes suivies de lettres différentes diffèrent significativement à ( $p < 0,05$ ). Les résultats sont classés par ordre décroissant ;  $a > b > c > d$ .

### III.7. Indice d'amertume

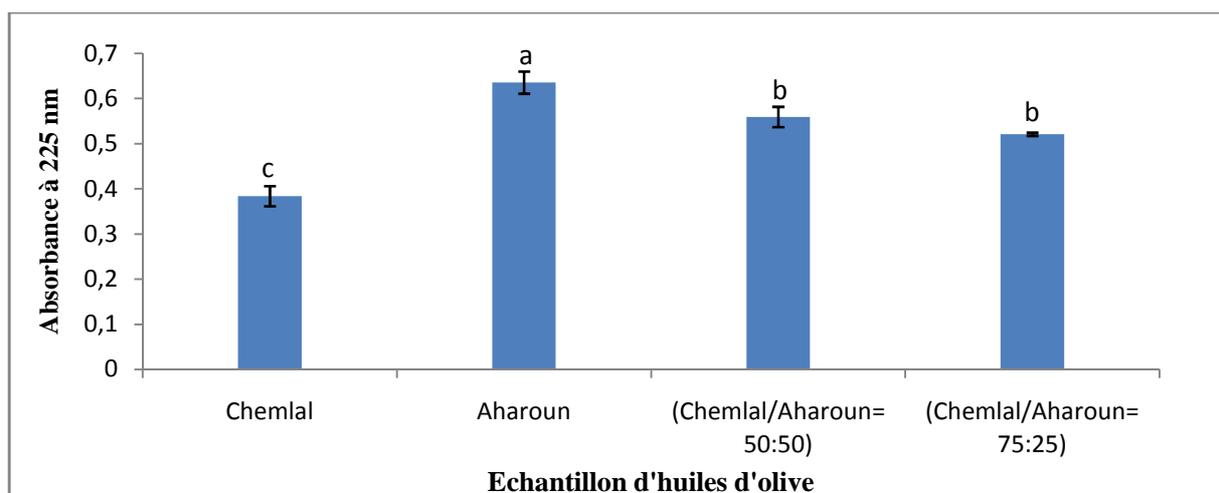
L'amertume est considérée comme un attribut positif à des intensités tolérables dans l'huile d'olive vierge (Tanouti *et al.*, 2011).

Des différences significatives ( $p < 0,05$ ), sont enregistrées entre les deux variétés d'huiles, toutefois aucune différence significative n'est notée entre les mélanges (figure 11).

Nos résultats montrent que la variété *Aharoun* présente une intensité d'amertume plus forte (0,635) que la variété *Chemlal* (0,383). Les huiles issues des mélanges : (*Chemlal/Aharoun*= 50 :50), (*Chemlal/Aharoun*= 75:25) ont des valeurs très proches, inférieures à celle d'*Aharoun*, et supérieures à celle de *Chemlal*.

Les résultats de nos variétés sont supérieurs aux variétés espagnoles étudiées par Morello *et al.* (2004). En comparant nos résultats à ceux obtenus par Dabbou *et al.* (2010), notre variété *Chemlal* présente une valeur proche à la variété *Arbéquine* (0,37), mais inférieure aux variétés *Chemlali* de Sfax, Boughrara et de Zarzis qui présentent des indices d'amertume respectifs de 0,51, 0,57, 0,77.

L'intensité de l'amertume suit le même ordre que celui des teneurs en polyphénols totaux. Une corrélation positive est enregistrée entre l'amertume et les composés phénoliques ( $r=0,87$ ). Ce résultat est similaire à celui obtenu par Tanouti *et al.* (2010). Ollivier *et al.* (2004) ont rapporté une relation étroite entre les polyphénols élevés et les goûts amers, astringents et piquants de l'huile d'olive.



**Figure 11 :** Indice d'amertume des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées.

\*Les moyennes suivies de lettres différentes diffèrent significativement à ( $p < 0,05$ ). Les résultats sont classés par ordre décroissant ;  $a > b > c > d$ .

### III.8. Activité antioxydante

#### III.8.1. Activité antiradicalaire de l'huile contre le radical DPPH

Pour évaluer la capacité anti radicalaire de l'huile contre le radical DPPH, les échantillons sont directement dilués dans le toluène. Cette procédure permet la contribution des antioxydants présents à l'activité antioxydante. Les résultats obtenus en  $\mu\text{g EAG / ml}$  sont illustrés dans la figure 12.

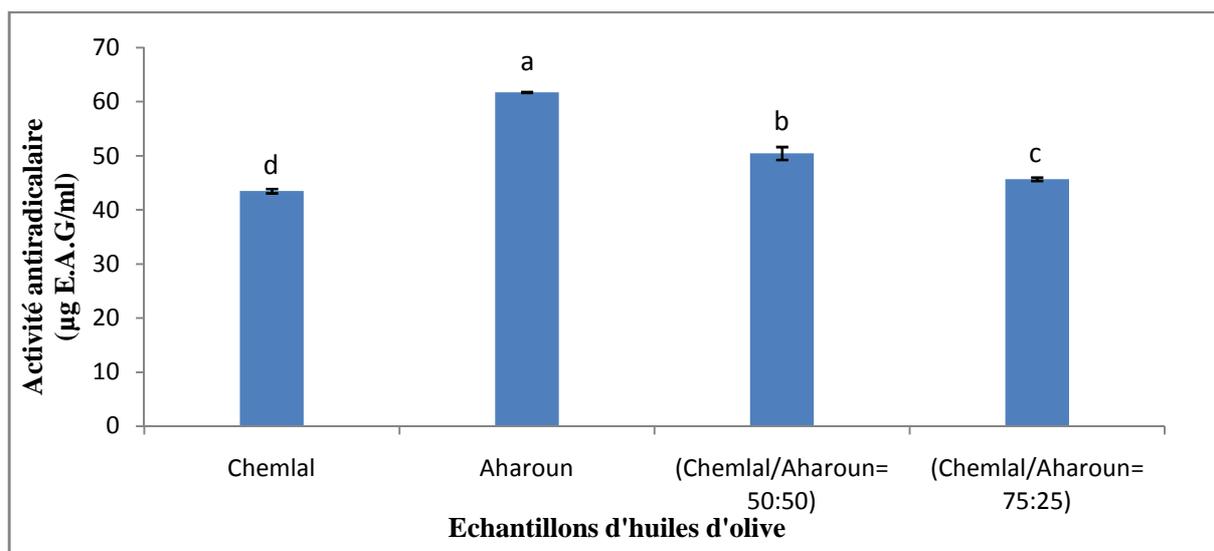
Toutes les huiles étudiées ont des aptitudes distinctes à piéger le radical DPPH et présentent des activités qui oscillent de 43.49 à 61.75  $\mu\text{g EAG / ml}$ . L'étude statistique a révélé des différences significatives ( $p < 0.05$ ) entre les échantillons d'huiles analysées.

Les  $EC_{50}$  enregistrés sont inversement proportionnelles, les valeurs faibles reflètent un effet anti radicalaire important (figure 13). Les résultats obtenus confirment la performance de l'huile issue de la variété *Aharoun* qui exerce la meilleure activité anti radicalaire (61,75  $\mu\text{g EAG / ml}$ ) soit une  $EC_{50}$  de 42,33 mg/ml, le mélange (*Chemlal/Aharoun*= 50 :50) montre également une bonne aptitude à neutraliser le radical DPPH (50,45  $\mu\text{g EAG / ml}$ ) avec une  $EC_{50}$  de 51,34mg/ml, cela peut être expliqué par leur richesse en polyphénols totaux (364,02, 275,60 mg /kg respectivement).

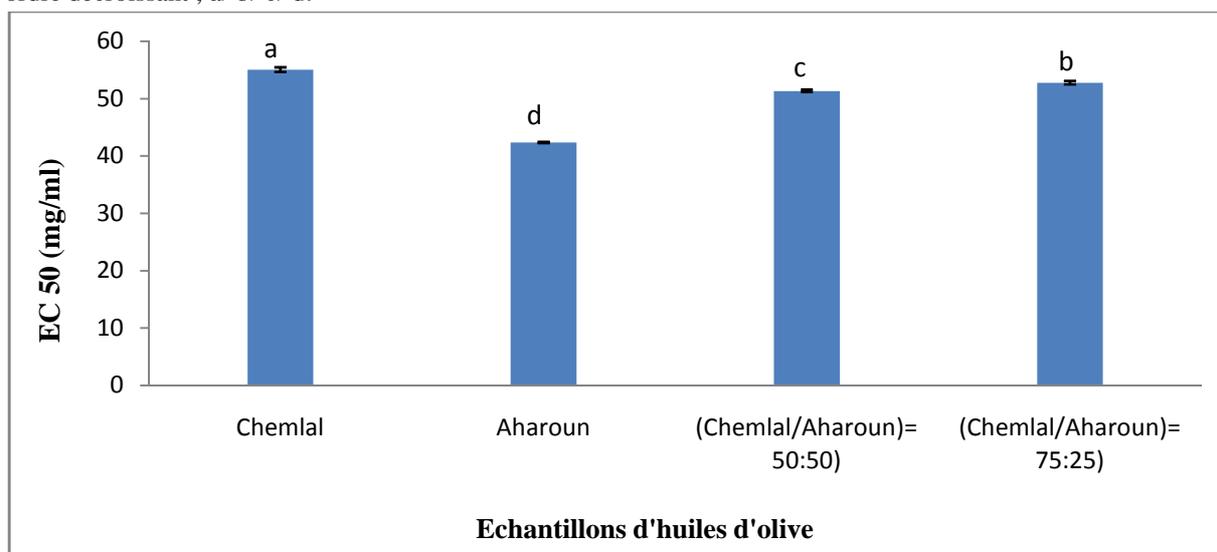
La plus faible activité anti- DPPH est notée pour l'huile de *Chemlal* (43,49  $\mu\text{g EAG / ml}$ ) qui présente l' $EC_{50}$  la plus élevée (55,04 mg/ml), reflète sa teneur faible en composés phénoliques (240,61mg/kg).

En comparant nos résultats à ceux trouvés par Nieves *et al.* (2014) pour les variétés espagnoles *Verdial de Badajoz* et *Morisca*, on constate que nos variétés présentent une activité antiradicalaire plus élevée.

Une corrélation positive ( $r= 0.94$ ) est enregistrée entre les composés phénoliques et l'activité antiradicalaire des huiles. Les flavonoïdes enregistrent un coefficient de corrélation de 0,64. Ces résultats sont très proches de ceux trouvés par Gorinstein *et al.*, (2003) et Athamena *et al.*, (2010).



**Figure 12 :** Activité antiradicalaire des différents échantillons d'huiles d'olive étudiées. \*Les moyennes suivies de lettres différentes diffèrent significativement à ( $p<0,05$ ). Les résultats sont classés par ordre décroissant ;  $a>b>c>d$ .



**Figure 13 :** Concentrations efficaces 50 des échantillons d'huiles d'olive étudiées.

\*Les moyennes suivies de lettres différentes diffèrent significativement à ( $p<0,05$ ). Les résultats sont classés par ordre décroissant ;  $a>b>c>d$ .

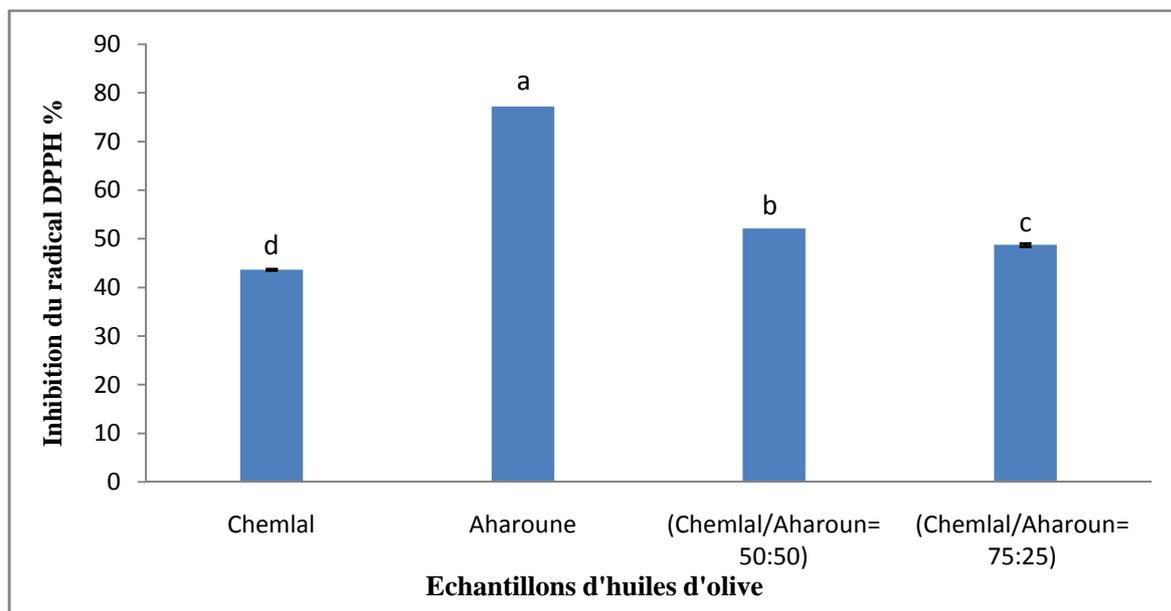
### III.8.2. Activité antioxydante des extraits méthanoliques

#### III.8.2.1. Activité antiradicalaire contre le radical DPPH des extraits

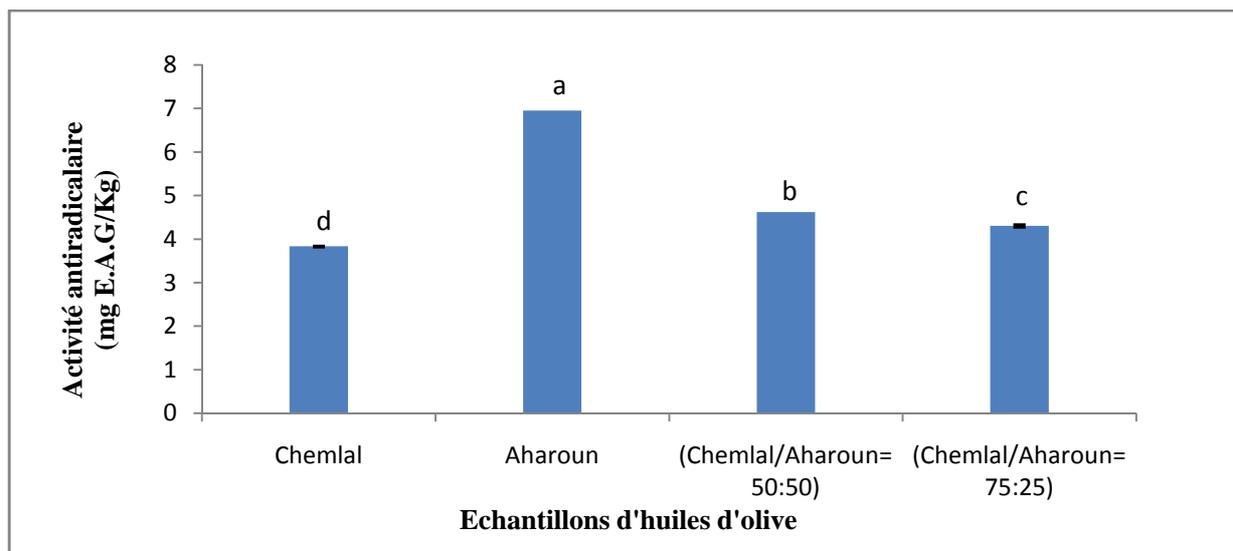
Les résultats de l'activité antiradicalaire des extraits méthanoliques exprimés en pourcentage d'inhibition du radical DPPH (figure 14) et en mg EAG/ kg sont illustrés dans la (figure 15). Il en ressort que les extraits méthanoliques analysés ont des aptitudes distinctes à piéger le radical DPPH et diffèrent d'une manière significative ( $p < 0.05$ ) entre les extraits des huiles analysées.

Les extraits les plus riches en composés phénoliques manifestent les activités les plus importantes contre le radical DPPH. Les extraits des huiles de la variété *Aharoun* et du mélange (*Chemlal/Aharoun*= 50 :50) exercent les meilleures activités en inhibant 77,20 et 50,14 % du radical DPPH, suivi des extraits du mélange (*Chemlal/Aharoun*= 75:25) avec une activité qui inhibe 48,98%. La plus faible capacité anti radicalaire est enregistrée par l'extrait de l'huile issue de la variété *Chemlal* qui inhibe que 43,56% du radical DPPH. Les valeurs obtenues sont en relation directe avec la quantité de composés phénoliques totaux.

Des corrélations linéaires des polyphénols totaux ( $r=0.90$ ) et des flavonoïdes ( $r=0,70$ ) avec le pouvoir anti-radicalaire des différents extraits méthanoliques ont été notées. Oya *et al.* (2016) avait obtenu un coefficient de ( $r=0,89$ ) pour les phénols totaux.



**Figure 14:** Pourcentage d'inhibition du radical DPPH des extraits d'huiles d'olive étudiées. \*Les moyennes suivies de lettres différentes diffèrent significativement à ( $p < 0,05$ ). Les résultats sont classés par ordre décroissant ;  $a > b > c > d$ .



**Figure 15 :** Activité antiradicalaire des extraits des différents échantillons d'huiles d'olive. \*Les moyennes suivies de lettres différentes diffèrent significativement à ( $p < 0,05$ ). Les résultats sont classés par ordre décroissant ;  $a > b > c > d$ .

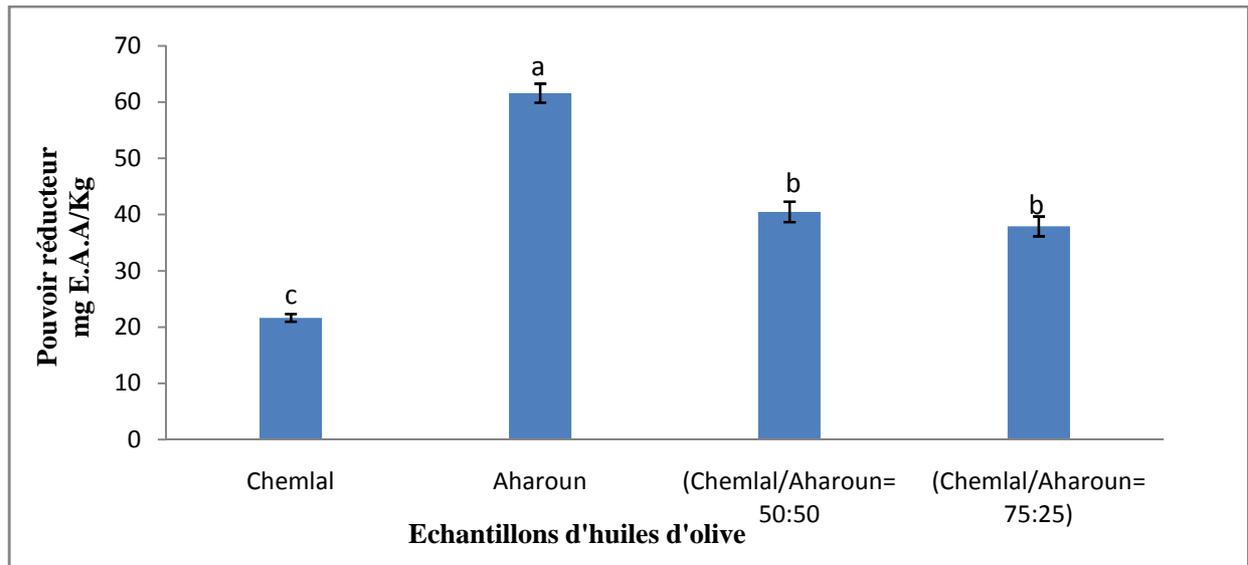
### III.8.2.2. Le pouvoir réducteur

La figure 16 illustre les résultats du pouvoir réducteur exprimés en mg E.A.A /kg en montrant des différences significatives ( $p < 0,05$ ) entre les extraits d'huiles étudiées, néanmoins aucune différence significative n'est enregistrée entre les mélanges.

L'extrait de l'huile de la variété *Aharoun* exerce la meilleure capacité à réduire le  $Fe^{3+}$  (fer ferrique) en  $Fe^{2+}$  (fer ferreux) avec une activité de 61.60 mg EAA/kg, suivi d'extraits des mélanges (*Chemlal/Aharoun*= 50 :50) et (*Chemlal/Aharoun*= 75:25) avec des teneurs respectives de 40,48, 37,9 mg EAA/kg. La plus faible activité réductrice est obtenue par l'huile issue de la variété *Chemlal* qui note une valeur de 21,64mg EAA/kg.

Le pouvoir réducteur est un indicateur significatif du potentiel antioxydant d'une substance, et présente un profil comparable à celui des teneurs en substances antioxydantes dont la teneur et la concentration contrôlent son intensité. D'après Tian et *al.* (2009), la capacité réductrice est strictement dépendante du degré d'hydroxylation des composés phénoliques.

Des corrélations positives ( $r=0,95$ ) sont obtenues entre le pouvoir réducteur et les composés phénoliques. Tian et *al.* (2009) et Szydhowska-czerniak et *al.* (2008) ont obtenu des coefficients de corrélation linéaire entre le pouvoir réducteur et l'activité anti-radicalaire des extraits ( $r=0,94$ ) et les composés phénoliques ( $r=0,95$ ) respectivement.



**Figure 16 :** Pouvoir réducteur des extraits des différents échantillons d'huiles d'olive

\*Les moyennes suivies de lettres différentes diffèrent significativement à ( $p < 0,05$ ). Les résultats sont classés par ordre décroissant ;  $a > b > c > d$ .

## CONCLUSION

---

### Conclusion et Perspectives

Le présent travail a été réalisé en vue de caractériser deux variétés d'huiles d'olive *Chemlal* et *Aharoun*, ainsi que leurs différents mélanges. Cette étude nous a permis de voir l'effet du mélange sur les critères de qualité de l'huile d'olive, le dosage des substances antioxydantes et des pigments et l'évaluation du pouvoir antioxydant.

Sur la base des critères liés aux fruits d'olive des deux variétés *Chemlal* et *Aharoun*, on note que l'indice de maturité, le poids moyen des fruits ainsi que le rendement en huile, varient considérablement en fonction du cultivar.

La détermination des indices de qualité des échantillons d'huiles étudiés montre que les valeurs obtenues d'acidité, d'indice de peroxyde et des coefficients d'extinction spécifiques dans l'ultraviolet ( $K_{232}$ ,  $K_{270}$ ) sont conformes aux normes établies par le COI, (2015) pour une huile d'olive extra vierge.

Nos échantillons d'huiles présentent une composition en acides gras conforme aux normes. La composition en acides gras tout comme les indices de qualité des mélanges évolue d'une façon linéaire avec les pourcentages massiques des olives de chaque variété.

Les olives de la variété *Aharoun* caractérisée par sa teneur la plus élevée en composés phénoliques (364,02 mg E.A.G/kg) a entraîné une amélioration de la teneur en composés phénoliques des mélanges.

La détermination des absorbances à 225nm des extraits méthanoliques a mis en évidence la valeur élevée d'amertume de la variété *Aharoun* qui suit de près les teneurs en composés phénoliques.

Les résultats obtenus pour l'activité antioxydante des huiles et des extraits suivent le même ordre que celui des teneurs en composés phénoliques. La meilleure activité antiradicalaire de l'huile contre le radical DPPH est enregistrée pour l'huile issue de la variété *Aharoun*, suivi des mélanges, alors que la variété *Chemlal* présente la faible activité antiradicalaire. Les valeurs d' $EC_{50}$  sont inversement proportionnelles à celles de l'activité antiradicalaire de l'huile.

La connaissance de la qualité, par étude physicochimique, des huiles d'olive constitue un atout pour la réussite des assemblages variétaux et leur impact sur la qualité.

Les résultats montrent que les combinaisons de fruits des deux cultivars offrent des possibilités intéressantes de modulation ciblée de la composition de l'huile d'olive vierge et par conséquent leurs caractéristiques nutritionnelles et biologiques. Mélanger des olives de variétés pourrait être une autre stratégie pour produire des huiles d'olive vierge de haute qualité avec des caractéristiques préétablies (huile d'olive extra vierge de haute qualité à la carte).

Si cette méthodologie peut être maîtrisée par des moulins à huile, elle offrirait la possibilité de créer de nouvelles marques de mélanges d'huile de différentes variétés pour satisfaire la diversité croissante des goûts des consommateurs.

Pour une meilleure évaluation de la qualité des huiles et afin de compléter ce travail, il serait souhaitable de poursuivre notre étude par les analyses sensorielles, étudier la stabilité des huiles issues, comme il serait intéressant d'augmenter le nombre d'échantillon en effectuant des mélanges avec d'autres variétés et à différentes proportions.

## **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

---

## A

**Abaza L., Msallem M., Daoud D. Zarrouk M. 2002.** Characterization of the oils from seven Tunisian olive tree varieties. *Oleagineux corps gras lipids*, 9 (2): 9-174.

**Abdalla AE.M., Entissar A., El Difrawy, Abdelneem Y.F. 2008.** A Study on the Effect of Harvest Time on Quality of Egyptian Olive Oil. *Journal of Food and Technology*: 61-74.

**Ash Y., Erinc H., Tekin A. 2013.** Changes in Olive and Olive oil Characteristics. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 90: 674-658.

**Ait Yacine Z., Serhrouchni M., Hilalis S. 2001.** Étude de quelques paramètres déterminant la date de récolte des olives. Cas du périmètre du Tadla-Maroc. *Olivae* 88 : 45.

**Amro B., Aburjai T., Al khalil S. 2002.** Antioxidative and radical scavenging effects of olive cake extract. *Fitoterapia*, 73: 456-461.

**Ajana H., El Antari A., Hafidi A. 1998.** Fatty acids and sterols evolution during the ripening of olives from the Moroccan Picholine cultivar. *Grasas y Aceites*, 49 (5-6): 405-410.

**Apak R., GucluK., Dermirata B., OzyurekM., Estin Celik S., Bektasoglu B. Berker K., Ozyurt D. 2007.** Review: Compounds with the CUPRAC Assay. *Molecules*, 12: 1496-1547.

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

**Angerosa F., Basti C. 2003.** The Volatile Composition of Samples from the blend of monovarietal olive oil and from the processing of mixtures of olive fruits. *European Journal Lipid Science and Technology*, 105: 327-331.

## B

**Baccouri B., Bentemime S., Campeol E., Ciori P., Daoud D., Zarrouk M. 2006.** Application of solid-phase microextraction to the Analysis of Volatile Compounds in virgin olive oils from five new cultivars. *Food Chemistry*, 102: 851-856.

**Baccouri B., Zarrouk W., Baccouri O., Guerfel M., Nouairi I., Krichene D., Daoud D., 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: 346-350.

**Baccouri B., Guerfel M., Zarrouk W., Taamali W., Daoud D., Zarrouk M. 2010.** Wild olive (*Olea europae*) selection for quality oil production. Journal of Food Biochemistry, 35: 161-176.

**BenTamime S., Manai H., Methenni K., Baccouri B., Abaza L., Daoud D., Casas J., Bueno E., Zarrouk M. 2008.** Sterolic composition of Chétoui virgin olive oil: Influence of geographical origin. Food Chemistry, 110: 368-374.

**Ben Tekaya I., Mnasser H. 2006.** Effets des chlorophylles, du  $\beta$ -carotène, de  $\alpha$ -tocophérol, du tyrosol et de leurs interactions sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive tunisienne. Oléagineux Corps gras Lipides, 12 (5): 447-554.

**Besnard G., Bervillé A. 2000.** Cytoplasmic male sterility in the olive (*oleae European L*). Theoretical Applied Genetics, 100: 1019-1024.

**Béliveau R. 2015.** L'huile d'olive, un gras vraiment pas comme les autres. Le journal de montréal : 1-33

**Breton C., Médail F., Pinatel C., Bervillé A. 2006.** De l'olivier à l'oléastre : origine et domestication de l'*Olea europae L*. Cahier agriculture, 15 (4) : 329-343.

**Boucheffa S., Tamendjari A., Rovellini P., Venturini S. 2014.** Composition and antioxidant activity of some Algerian wild extra virgin olive oils. Rivista Italiana delle Sostanze Grasse, 91(3): 177-185.

**Boukachabine N., Ajana H., ElAntari A. 2011.** A study of Fatty Acids and Triglycerides Oil Composition and Quality Parameters of Five Autochthon Olive Varieties in Morocco. Lebanese Science Journal, 12, (2): 45-65.

**Boulfane S. Maata N., Anouar A. Hilali S. 2015.** Caractérisation physicochimique des huiles d'olive produites dans les huileries traditionnelles de la région de la Chaouia-Maroc. Journal of Applied Biosciences 87: 8022-8028.

**Bouskou D., Tsimidou M., Blekas G. 1996.** Polar Phenolic Compounds. Olive Oil Chemistry and Technology A.OCS Press: USA: 73-80.

## C

**CCE 2568 /91.** Communauté Economique Européenne. Règlement (CCE) N°2568 /91 de la commission du 11 juillet 1991. Relatif aux caractéristiques des huiles d'olive et de grignons d'olive ainsi qu'aux méthodes d'analyse y afférentes : 27-30.

**Civatos S. 2006.** La situation et les tendances des techniques ministères de l'agriculture, la pêche et l'alimentation, Jaén Espagne. Ciheam Option Méditerranéennes: 35-40.

**COI. 2015.** L'huile d'olive, consommation importations et exportations.

**COI. 2016.** Determination of peroxide value. 1-5.

**COI. 1996.** Analyse spectrophotométrique dans l'ultraviolet. Conseil Oléicole International/T20/Doc19 6 Juin 1996. Madrid. Espagne.

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

## D

**Dabbou S., Rjiba I., Nakbi A., Gazzah N., Issaoui M., Hammami M. 2009.** Compositional quality of virgin olive oils from cultivars introduced in Tunisian arid zones in comparison to Chemlali cultivars. *Scientia Horticulturae*, 124: 122-127.

**Davis B. M. 2007.** Volatile Organic Compounds and antioxidants in Olive Oil: Their Analysis by Selected Ion Flow Tube Mass Spectrometry. These de doctorat, Université de Canterbury 9-56.

**Djeridane M., Youdfi M., Nadjemi B., Boutassouma D., Stocker P., Vidal N. 2006.** Antioxydant activity of some Algerian medicinal plants extracts containing phenolic compounds 2005. *Food Chemistry*, 97: 654-660.

## E

**E.C. Regulation n°796 of 6 May 2002 on change EC-Regulation.2568/91.** Official J. L. 128/815/05/02.2002, Bruxelles (Belgium). E.C. Regulation n°796 of 6 May 2002.

## F

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

**Franco N.M., Galeano-Diaz T., Lopez O., Fernandez Bolanos J.G., Sanchez J., Miguel C-D., Gil M.V., Martin-Vertedor D.M. 2014.** Phenolic Compounds and antioxidant Capacity of virgin olive oil. *Food Chemistry*, 163:289-298

## G

**Gandul-Rojas B., Minguéz-Mosquera M. I. 2000.** Use of Chlorophyll and carotenoid Pigment Composition to Determine Authenticity of virgin Olive Oil. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 77: 853-858.

**Garcia A., Brenes M., Garcia P., Romero C., Garrido A. 2003.** Phenolic content of commercial olive oils. *European Food Research Technology*, 216: 520-525.

**Gharbi I., Issoui M., Hammami M. 2014.** La filière huile d'olive en Tunisie. *Oléagineux Corps gras Lipides* 22, (4) A 401: 513-526.

**Gimeno E., Castellote A.I., Ramentos R.M., Torre M.C., Sabatar M.C. 2002.** The effects of harvest and extraction methods on the antioxidants content (phenolics,  $\alpha$ -tocopherol, and  $\beta$ -carotene) in virgin olive oil. *Food Chemistry*, 78: 207-211.

**Giovanna V., Carlo S., Simone N.1999.** Triacylglycerols of the olive fruit (*Olea Europeae*): Characterization of mesocarp and seed triacylglycerol in different cultivars by liquid chromatography and  $c^{13}$ NMR spectroscopy. *Fett/Liquid*101. 5(4): 146-150.

**Gomez –Alonzo S., CamposV., Salvador M., Fregapane G. 2007.** Evaluation of major and minor components and oxidation indices of virgin olive oil during 21 months storage at room temperature. *Food Research International* 41: 433-440.

**Gorinstein S., Martin BellosoO., Katrich E., Lojek A., Czek M., 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 and Biochemistry*, 14 : 154-159.

**Grati Kamoun N. (2007).** Etude de la diversité génétique de l'olivier cultivé en Tunisie : Approche pomologique, chimique et moléculaire. Thèse de doctorat en Sciences biologiques : Faculté de Sciences de Sfax. 323 p.

**Gutiérrez Rosales F., Perdiguero S., Gutierrez R., Olias M.J. 1992.** Evaluation of the Bitter Tast in virgin olive oil. *Journal* 69 (4): 394–395

**Gutiérrez F., Jimenez B., Albi M. 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 Food Chemistry*, 47: 121-127.

## J

**Jahouach W., 2009.** Étude des propriétés physico-chimiques des huiles d'olive et de grignons d'olive décolorées par des argiles Tunisiennes activées aux ondes ultrasonores: thèse doctorat en chimie ; université de sfax Tunisie, 177 p.

**Joaquin V., Dobarganes C. 2002.** Oxidative stability of virgin olive oil. *European Journal Lipid Science and Technology*, 104: 661-676.

**Jones P.J.H., Demonty I., Chan Y.M., Herzog Y., Pelled D. 2007.** Fish-oil esters of plant sterols differ from vegetable-oil sterol esters in triglycerides lowering, carotenoid bioavailability and impact on plasminogen activator inhibitor-1(PAI-1) concentration in hypercholesterolemic subjects. *Lipids in Health and Disease*, 6: 28.

## H

**Haddam M., Chimi H., Amine A. 2014.** Formulation d'une huile de bonne qualité. *Oléagineux Corps gras Lipides*, 21(5): 1-10.

**Hammadi H. 2001.** Qualité des huiles d'olive au Maroc. Enquête nationale et analyses au laboratoire. *MADREF/DERD*, N79: 1-4.

**Hang C.L., Sumpio B.E., 2008.** Olive Oil, the Mediterranean Diet, and Cardiovascular Health. *American College of Surgeons*, 207:407–16

**Hilali J., Ghrissi N., Boulouha B. 1995.** Caractérisation biométrique et protéo-enzymatique de quelques variétés d'olivier appartenant à la collection méditerranéenne. *Olivae*, 55: 31-343

## K

**Khdair A.I., Ayoub S., Abu-Rumman G. 2015 .** Effect of Pressing Techniques on Olive Oil Quality. *American Journal of Food Technology*, 10(4) : 176-183.

**Khelif M., Rekik H. 1996.** La qualité de l'huile d'olive en Tunisie un atout, des contraintes et des ambitions. *Revue Ezzaitouna* 2(1et 2): 79-92.

**Kiritsakis A., Markakis P. 1987.** Olive oil: A Review. *Advances in Food research*, 31: 453-482.

**Kiritsakis A. 1998.** Flavor Components of Olive Oil. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 75(6): 673-681.

**Krichen D., Allalout A., Campos V., Salvador M., Zarrouk M., Fregapane G. 2010.** Stability of virgin olive oil and behaviour of its natural antioxidants under medium temperature accelerated storage conditions. *Food Chemistry*, 121: 171-177.

**Koprivnjak O., Majeti V., Bubola K.B., Kosi U. 2012.** Variability of Phenolic and Volatile Compounds in Virgin olive Oil from Leccino and Istarska Bjelica Cultivars in Relation to Their Fruit Mixtures. *Food Technology Biotechnology* 50(2): 216-221.

**Kubo I., Matsmoto A., Hanke F., Ayafor F. 1985.** Analytical droplet counter-current chromatography isolation of 20-hydroxyecdysone from *Vitex thyriflora* (*Verbenaceae*). *Journal of chromatography*, 321: 247-248.

## L

**Laincer F., Iaccarino N., Amatos J., Pagano B., Pagano A., Tenore G., Tamendjari A., Rovellini P., Venturini S., Bellan G., Ritieni A., Mannina L., Novellino E., Rnadazzo A., 2016.** Characterisation of monovarietal extra virgin olive oils from the province of béjaia (Algeria). *Food Research International* 89, 1123-1133

**Lazzez A., Cossentini M., Khlif M., Karray B. 2006.** Etude de l'évolution des stérols, des alcools aliphatiques et des pigments de l'huile d'olive au cours du processus de maturation. *Journal de la société chimique de Tunisie* 8: 21-32.

**Lee D., Lee Y.C., Shetty K., Kim C.Y. 2008.** Radical scavenging-linked Antioxidant Activity of Ethanolic Extracts of Diverse Topes of Extra Virgin Olive Oils. *Journal of Food* 73(7): 519-525.

**Liliana S., Crusa A., Sousa S., Morais Z. 2016.** Alterations in monovarietal blended and aromatised Portuguese virgin olive oils under four storage conditions for 12 months. *European Food Research Technology*, 242: 1041-1055.

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

## M

**Malheiro R., Casal S., Baptista P., Perraira A.J.** A review of *Bactrocera oleae* (Rossi) impact in olive products: from the tree to the table. *Trends in Food Science & Technology*, 44; 2: 226-242.

**Manai H., Krichene D., Ouni Y., Gallardo L., Sanchez J., Osorio E., Daoud D., Guido F., Zarrouk M. 2012.** Chemical profiles of five minor olive oil varieties grown in central Tunisia. *Journal of Food compositional and Analysis*, 27: 109-119.

**Manai H., Haddada M.F., Imen O., Trigui A., Daoud D., Zarrouk M. 2012.** Variabilité de la composition de l'huile d'olive de quelques hybrides obtenus par croisements dirigés. *Olivae*, 106:17-23.

**Mansouri F., Ben Moumen A., Houmy N., Richard G., Fanconnier M.L., Sindic M., Serghini-Caid H., El Amrani 2016.** Evaluation of the oxidative stability of blends of Arbequina olive oils with other monovarietal olive oils. *Olivae*, 120: 23-30.

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

**Maria E.C.P., Blanca V.B. 2015.** L'huile d'olive vierge contre le vieillissement. *Olivae*, 121: 36-42.

**Marini F., Balestrieri F., Bucci R., Magri A.D., Magri A.L., Marini D. 2004.** Supervised pattern recognition to authenticate Italian extra virgin olive oil varieties. *Journal chemolab* 73: 85-93.

**Matos L.M., Cunha S.C., Amaral J.S et al. 2005.** Chemometric characterisation of three varietal olive oils: Cvs Cobrancosa, Madural and Verdeal Transmontana, extracted from olive with different maturation indices. *Food Chemistry*, 102: 410-418.

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

**Medjkouh L., Tamendjari A., Keciri S., Santos J., Nunes M.A., Oliveira M.B.P.P. 2016 .** The effect of the olive fruit fly (*Bactrocera oleae*) on quality parameters, and antioxydant and antibacterial activities of olive oil *Food Funct.ion* 7: 2780-2788.

**Miliauskas G., Venskutonis R., Vanbeek T. 2004.** Screening of radical scavenging activity of some medicinal and aromatic plant extracts. *Food Chemistry*, 85: 231-237.

**Minguez-Mosquera I.M., Navaro R.L., Rojas G.B., Sanchez Gomez H.A., Fernandez G.J. 1991.** Color-pigment Correlation in virgin olive oil. *Journal of the American Oil Chemists Society*, 68: 332–336

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

**Moreno Esteban B., Lazcano Solis D.A. 2015.** L'huile d'olive, pierre angulaire du régime alimentaire méditerranéen. *Olivae*, 121: 20-28.

**Murkovic M., Lechner S. , Pietzka A., Bratacos M., Katzojiannos E. 2004.** Analysis of minor components in olive oil. *Journal of Biochemistry Methods*, 61: 155-160.

## O

**Ouaich A., Chimi H. 2007.** Guide du producteur de l'huile d'olive. Projet de développement du petit entrepreneuriat agro-industriel dans les zones périurbaines et rurales des régions prioritaires avec un accent sur les femmes au Maroc. Ed<Onud>Vienne : 1-34.

**Ouni Y., Guido F., Mokhar G., Ben youssef N., Daoud D., Zarrouk M. 2010.** The compositional quality and volatile compounds of samples from the blend of monovarietal olive oils cultivated in Tunisia. *International Journal of Food Science and Technology*, 46: 678-686.

**Ouni Y., Guido F., Issaoui M., Benyoussef N., Luigi C., Hammami M., Daoud D., Zarrouk M. 2010.** Volatile compounds and compositional quality of virgin olive oil from Oueslati variety: Influence of geographical origin. *Food Chemistry*, 124: 1770-1776

**Owen W., Mier W., Giacosa A., Huli W., Spiegelhajder B., Bartsh H. 2000.** Phenolic compounds and squalene in olive oils the concentration and antioxydant potential of total phenols, simple phenols, secoiridoid, lignans and squalene. *Food and Chemical Toxicology*, 38: 647-659.

## P

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

**Pinelli P., Galardi C., Mulinacci N., Vincieni F.F., Cimatro A., Romani A. 2003.** Minor polar compounds and fatty acid analysis in monocultivar virgin olive oils from Tuscany. *Food Chemistry*, 80: 331-336.

**Psomiadou E., Korakostas K., Blekas G., Tsimidou M., Bouskou D. 2003.** Proposed parameters for monitoring quality of virgin olive oil (*koroneik co*). *European Journal of Lipid Science and Technology*, 105: 403-408.

**Psomiadou E., Tsimidou M., Bouskou.D. 2000.** Tocopherol content of Greek virgin olive oil. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48: 1770-1775.

## R

**Rahmani M., Csallany A. 1991.** Chlorophyll and  $\beta$ -caroten pigments in Moroccan virgin olive oil Measured by high-performance liquid chromatography. *Journal of the American Oil Chemists Society* , 68: 672–674

**Rahmani M. 1999.** Influence des ravageurs et des maladies de l'olivier sur la qualité des huiles d'olive vierges.1999. Journée Nationale sur la protection de l'olivier. Marrakech le 27 Mai 1999.

**Ramdan F.M., Moersel T.J. 2006.** Screening of the antiradical action of vegetable. *Journal of Food Composition and Analysis*, 19: 838-842.

**Reboredo-Rodriguez P., Gonzale-Barreiro C., Gandara J. 2015.** Characterisation of extra virgin olive oils fro Galician autochthonous varieties and their co-crushings with Arbequina and Picual cv. *Food Chemistry*, 176: 493-503.

**Reboredo-Rodriguez P., Gonzele-Barreiro C., Cancho-Grande B., Valli E., Bendini A., Toschi.G.T., Simal-Gandara J. 2016.** Characterization of virgin olive oils produced with autochthonous Galician varieties. *Food Chemistry*, 212: 162-171.

**Reboredo-Rodriguez P., Gonzele-Barreiro C., Cancho-Grande B., Fregapane G., Salvador M.D., Simal-Gandara J. 2015 .** Blending Local olive oils with Arbequina or Picual oils produces high quality, distinctive EVOOs. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 177(8): 1238-1247.

**Rodriguez-Morato J., Xicota L., Fito M., Diersen M., de la Torre.R.2015.** Potential Role of Olive Oil Phenolic Compounds in the Prevention of Neurodegenerative Diseases. *Molecules*, 20: 4655-4680.

**Roca M., Minguez-Mosquera M.I. 2001.** Changes in Chloroplast Pigments of Olive Varieties during Fruit Ripening. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 49: 832-839.

**Rosa M.L.R., Gimeno E., Fito M., Castellote A.I., Covas M., Carmen de la Torre-Boronat M., Carmen Lopez-Sabater M. 2004.** Interaction of Olive Oil Phenol Antioxidant Components with Low-density Lipoprotein *Biology Research*, 37: 247-252.

**Ryan D., Robard.K. 1998.** Phenolic compounds in olives. *Critical Review. Olivae* 72: 23-38.

## S

**Sadkaoui E. A. 2010.** Etude du comportement de quatre variétés cultivées dans différentes régions de la Tunisie : Caractérisation pomologique des fruits et physicochimiques des huiles Mémoire de master Biotechnologie Tunisie.

**Sanchez C., Miguel G., Exposito M. 1999.** La qualité de l'huile d'olive provenant de variétés cultivées en Estremadura en fonction de la composition et de la maturation de l'olive. *Olivae* 75: 33.

**Servili M., Montedoro G.F. 2002 .** Contribution of phenolic compounds to virgin olive oil quality. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 104: 602-613.

**Servilli M., Sordini B., Esposto S., Urbani S., Veneziani G., Di Maio I., Selvaggini R., Taticchi A. 2014 .** Biological activities of phenolic compounds of extra virgin olive oil. *Antioxidants*, 3: 1-23.

**Sobhy El sohimy A.A., Moahmed El-Sheikh H., Taha Refaay M., Mohamed Zaytoun A.M. 2016 .** Effect of Harvesting in Different Ripening Stages on olive (*olea europae*) oil quality. *American Journal of Food Technology*, 11: 1-2

**Stefanoudaki E., Kotsifaki F., Koutsaftakis A. 1999.** Classification of Virgin Olive Oils of the Two Major Cretan Cultivars Based on Their Fatty Acid Composition. *Journal of the American Oil Chemists' Society* 76, 5: 623-626.

**Suarez. J.M.M. 1975.** In *Olive oil technology*. Moreno. Ed, FAO, Roma.

**Szydlowska-czerniak A., Dianoczki C., Recseg K., Karlovits G., Szlyk E.2008.** Determination of antioxidant capacities of vegetable oils by Ferric-ion spectrophotometric methods. *Talanta*, 76: 899-905.

## T

**Tamendjari A., Sahnoune M., Mettouchi S., Angerosa S. 2009.** Effet de l'attaque du ravageur *Bactocera oleae* sur la qualité de l'huile d'olive de trois variétés algériennes: Chemlal, Azzeradj et Bouchouk. *Rivista Italiana Delle Sostanze Grasse*, 86: 103-111.

**Tamendjari A., Angerosa F., Mettouchi S., Bellal M.M. 2009.** Efecto del ataque de la mosca (*Bactrocera oleae*) sobre la calidad y contenido en compuestos polifenolicos de aceites procedentes de aceitunas de la variedad Chemlal. *Grasas y aceites*, 60: 507-513.

**Tanouti K., Eaid H., Benali E., Harkous M., Elamrani A. 2011.** Amélioration qualitative d'huiles d'olives produite dans le Maroc. *Les technologies de laboratoire*, 6 (22) :1-12.

**Tian F., Li B., Ji B., Yang J., Zhang G., Chen Y., Luo Y. 2009.** Antioxidants and antimicrobial activities of consecutive extracts from *Galla chinensis*: The polarity affects the bioactivities. *Food Chemistry*, 113: 173-179.

**Trentacoste E.R., Puertas C.M., Sadras V.O. 2010.** Effect of Fruit load on oil yield components and dynamics of fruit growth and oil accumulation in olive (*Olea europaea L*) European Journal of Agronomy, 32: 249-254.

**Tpipoli E.; Giammanco M., Tabacchi G., Di Maj D., Giammanco S. 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.

**Tous J., Romero A. 1994.** Cultivar and location effects on olive oil quality in Catalonia, Spain. Act horticulturae, 356: 323-326.

**Tuch K., Hayball J. 2002.** Major phenolic compounds in olive: metabolism and health effects. Current Topics, 13: 636-644.

## V

**Vinha A.F., Ferreres F., Silva B.M., Valentao P., Alves A.G., Pereira J.A., Oliveira M.B., Seabra R.M., Andrade P.B. 2005.** Phenolic profile of Portuguese olive fruits (*Olea europaea L*). Influences of cultivar and geographical origin. Food Chemistry, 89: 561-568.

**Visioli F., Galli C., Galli G. Caruso D. 2002.** Biological activities and metabolic fate of olive oil phenols. European Journal of Lipid Science Technology, 104: 677-684.

## W

**WWW. Marocterroirs.com.** Guide de bonnes pratiques de fabrication des huiles d'olive. Décembre 2006.

## Y

**Yorulmaz Z.A., Erinc H., Tekin A. 2013.** Changes in olive and olive oil characteristics during maturation. Journal of American Oil Chemist's Society, 90: 647-658.

## Z

**Zarrouk W., Haddada F.M., Baccouri B., Oueslati L., Taamali W., Fernandez X., Lizzuni-Cuvelier I., Dauod D., Zarrouk M. 2008.** Characterisation of virgin olive oil from southern Tunisia. European Journal of Lipid Science and Technology, 110: 83-88.

**Zegane O., Keciri S., Louaileche H. 2015.** Physicochemical Characteristics and pigment Content of Algerian Olive Oils: Effect of Olive Cultivar and Geographical Origin. International Journal of Chemical and Biomolecular, 1 (3): 153-157.

## **ANNEXES**

---

## ANNEXE I

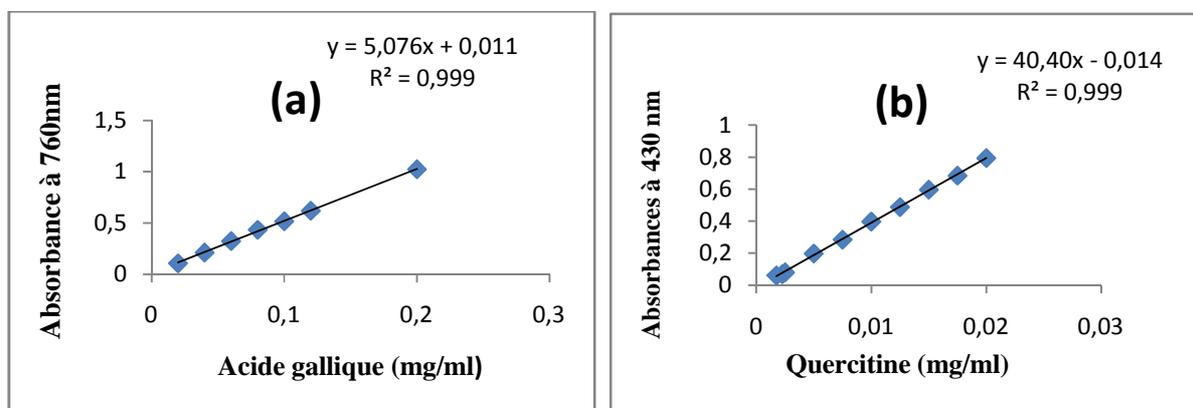
### Méthode de la détermination de l'indice de maturité (Vinha et al., 2005).

- 0 : Olive avec l'épiderme vert ou vert-foncé intense.
- 1 : Olive avec l'épiderme vert jaunissant.
- 2 : Olive avec l'épiderme jaunâtre avec les taches rougeâtres.
- 3 : Olive avec l'épiderme rougeâtre à violet.
- 4 : Olive avec l'épiderme noir et la pulpe totalement blanche.
- 5 : Olive avec l'épiderme noir et pulpe violette sur moins de la moitié de la pulpe.
- 6 : Olive avec l'épiderme noir et pulpe violette (plus que 50%).
- 7 : Olive avec l'épiderme noir et pulpe totalement violette.

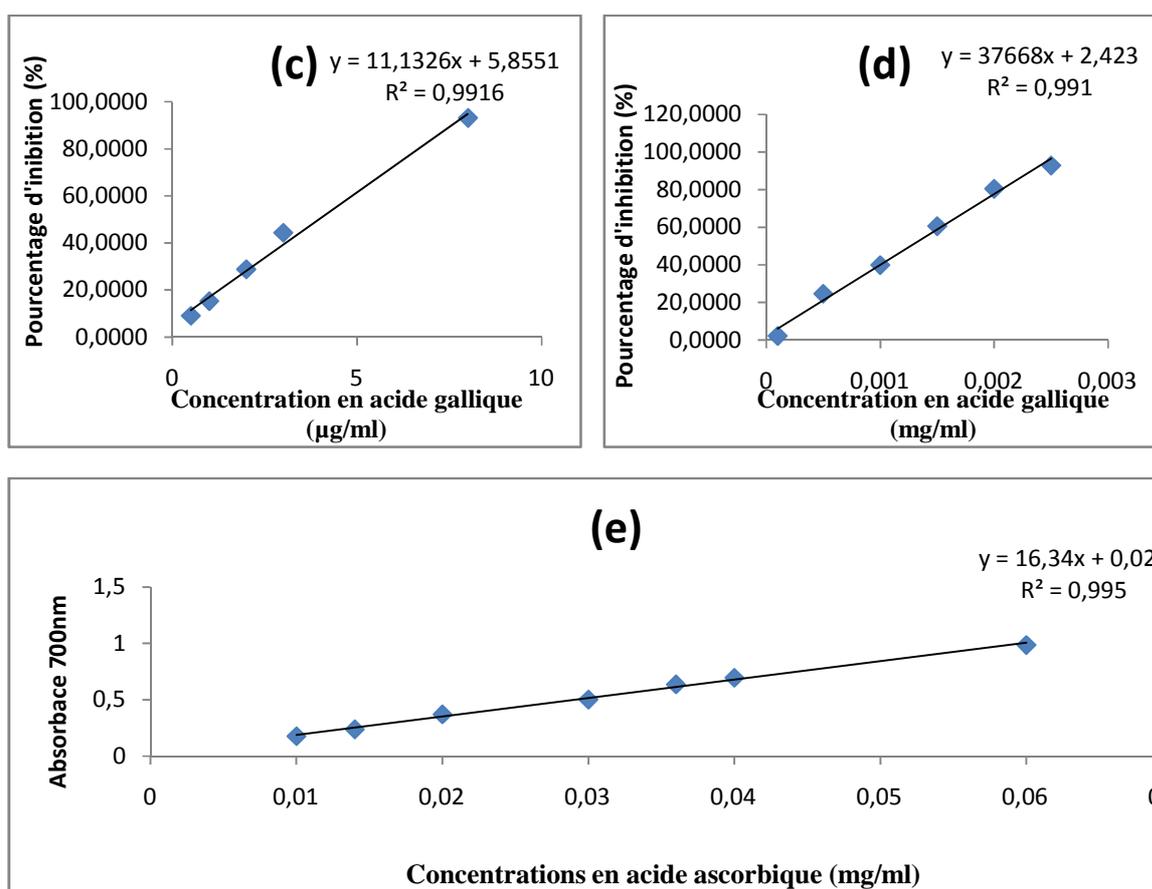
Avec (a) à (h) le nombre de fruits dans chaque catégorie, l'indice de maturité (IM) est calculé par la formule suivante :

$$\text{IM}=[(\mathbf{a*0})+(\mathbf{b*1})+(\mathbf{c*2})+(\mathbf{d*3})+(\mathbf{e*4})+(\mathbf{f*5})+(\mathbf{g*6})+(\mathbf{h*7})]/100$$

## ANNEXE II

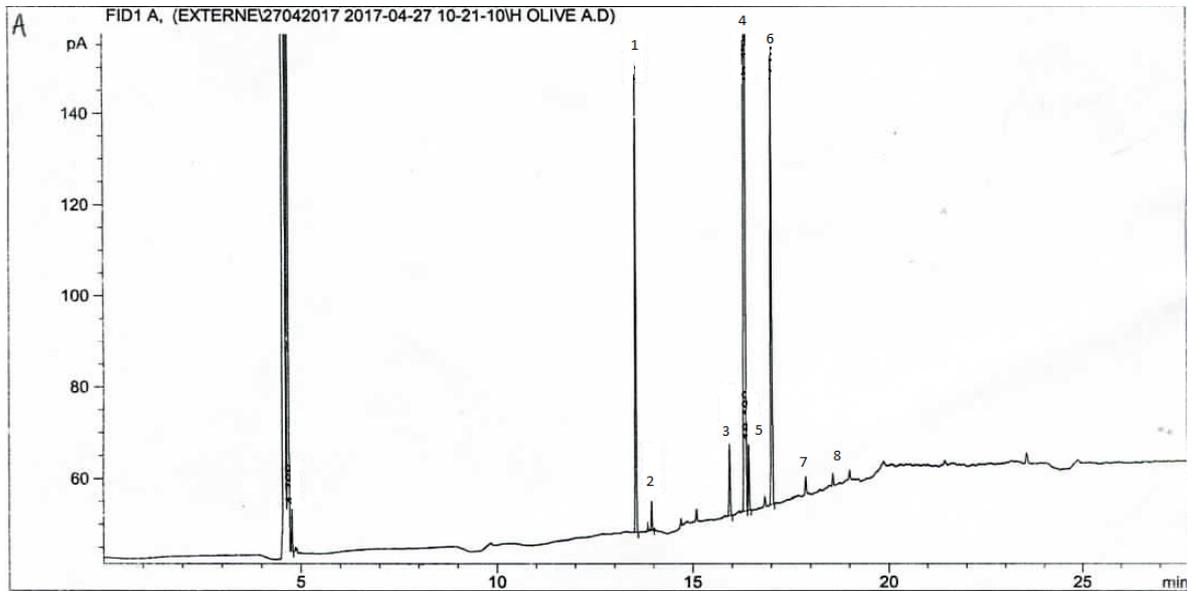


**Figure 1** : courbes d'étalonnage pour le dosage des composés phénoliques (a), les flavonoïdes (b).

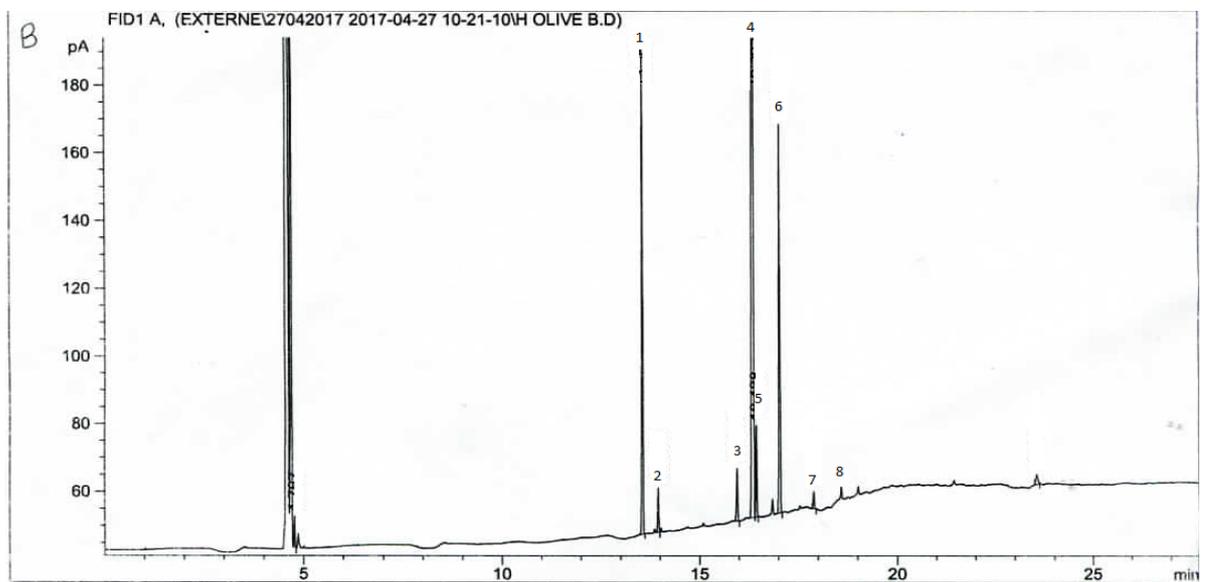


**Figure 2** : courbes d'équivalences pour l'activité antiradicalaire de l'huile contre le DPPH (c), le pouvoir antiradicalaire de l'extrait méthanolique contre le DPPH (d), le pouvoir réducteur (e).

### ANNEXE III

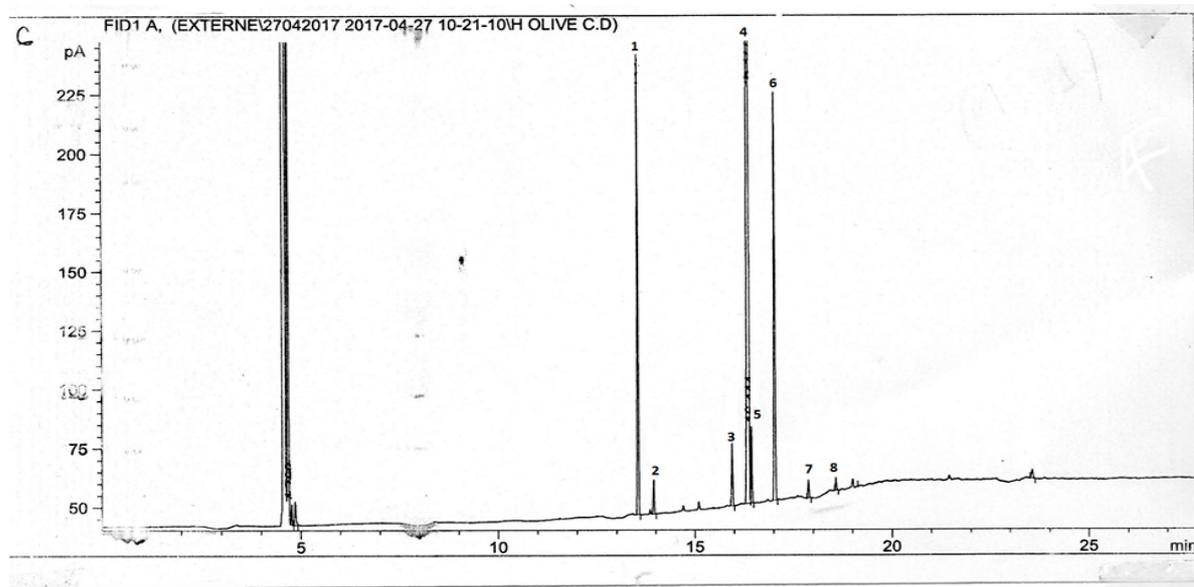


**Figure 3:** chromatogramme type des esters méthyliques des acides gras de l'huile de la variété *Aharoun*. **1** : C16 :0 ; **2** : C16 :1 ; **3** : C18 :0 ; **4** et **5**: C18:1 ; **6**: C18 :2 ; **7**: C18 :3 ; **8**: C20 :0.



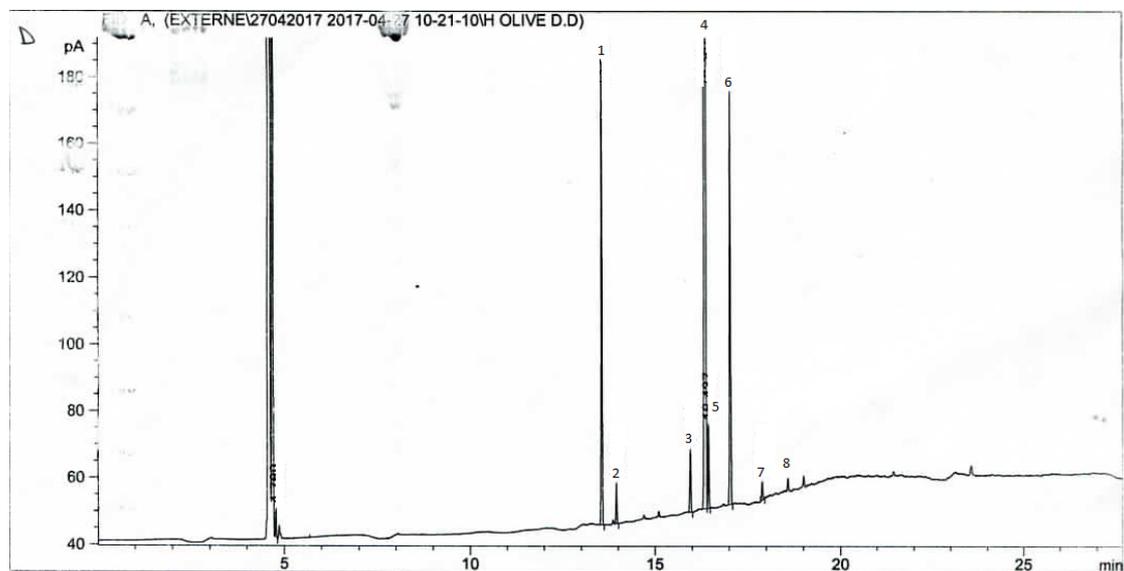
**Figure 4:** chromatogramme type des esters méthyliques des acides gras de l'huile de la variété *Chemlal*. **1** : C16 :0 ; **2** : C16 :1 ; **3** : C18 :0 ; **4** et **5**: C18:1 ; **6**: C18 :2 ; **7**: C18 :3 ; **8**: C20 :0.

## ANNEXE IV



**Figure 5:** chromatogramme type des esters méthyliques des acides gras de l'huile issue du mélange (*Chemlal/Aharoun*=50 :50).

1 : C16 :0 ; 2 : C16 :1 ; 3 : C18 :0 ; 4 et 5: C18:1 ; 6: C18 :2 ; 7: C18 :3 ; 8: C20 :0.



**Figure 6:** chromatogramme type des esters méthyliques des acides gras de l'huile issue du mélange (*Chemlal/Aharoun*=75:25) 1 : C16 :0 ; 2 : C16 :1 ; 3 : C18 :0 ; 4 et 5: C18:1 ; 6: C18 :2 ; 7: C18 :3 ; 8: C20 :0. C18 :3 ; 8: C20 :0.

## ANNEXE V

<b>Indices de qualité</b>			
Acidité (%)			
<i>Chemlal</i>	<i>Aharoun</i>	<i>(Chemlal-Aharoun=50 :50)</i>	<i>(Chemlal-Aharoun=75 :25)</i>
$0,16 \pm 7,07E-05$	$0,19 \pm 0,03$	$0,16 \pm 7,07E-05$	$0,19 \pm 0,03$
Indice de peroxyde (meq d'O <sub>2</sub> /kg)			
$10,24 \pm 0,33$ (a)	$5,75 \pm 0,35$ (c)	$8,25 \pm 0,35$ (b)	$7,5 \pm 0,70$ (b)
Ultra violet à 232 nm			
$1,41 \pm 0,00$ (b)	$1,42 \pm 0,00$ (a)	$1,40 \pm 0,00$ (c)	$1,34 \pm 0,00$ (d)
Ultra violet à 270 nm			
$0,07 \pm 0,01$	$0,08 \pm 0,01$	$0,09 \pm 1,69E-17$	$0,06 \pm 0,00$

<b>Dosages</b>			
Pigments			
Caroténoïdes (ppm)			
<i>Chemlal</i>	<i>Aharoun</i>	<i>(Chemlal-Aharoun=50 :50)</i>	<i>(Chemlal-Aharoun=75-25)</i>
$1.39 \pm 0.05$ (b)	$1.22 \pm 0.01$ (b)	$1.41 \pm 0.22$ (b)	$1.95 \pm 0.02$ (a)
Chlorophylles (ppm)			
$1.62 \pm 0.03$ (b)	$1.60 \pm 0.01$ (b)	$2.16 \pm 0.13$ (b)	$3.02 \pm 0.12$ (a)
Composés phénoliques (ppm)			
$240.61 \pm 21.43$ (b)	$364.02 \pm 26.79$ (a)	$275.60 \pm 27.23$ (b)	$264.91 \pm 31.52$ (b)
Flavonoïdes (mg EQ/kg)			
$40.70 \pm 1.86$ (ab)	$45.67 \pm 5.57$ (a)	$36.48 \pm 17$ (b)	$40.01 \pm 2.00$ (a)
Amertume			
$0.38 \pm 0.02$ ©	$0.63 \pm 0.02$ (a)	$0.55 \pm 0.02$ (b)	$0.55 \pm 0.00$ (b)

## ANNEXE VI

<b>L'activité antioxydante</b>			
DPPH de l'huile ( $\mu\text{g EAG/ml}$ )			
<i>Chemlal</i>	<i>Aharoun</i>	<i>(Chemlal-Aharoun=50 :50)</i>	<i>(Chemlal-Aharoun=75-25)</i>
$43,49 \pm 0,40$ (d)	$61,75 \pm 0,10$ (a)	$50,45 \pm 1,20$ (b)	$45,69 \pm 0,30$ (c)
DPPH des extraits ( $\text{mg EAG/kg}$ )			
$3,83 \pm 0,01$ (d)	$6,94 \pm 0,00$ (a)	$4,61 \pm 0,00$ (b)	$4,30 \pm 0,02$ (c)
Pouvoir réducteur ( $\text{mg EAA/kg}$ )			
$21,64 \pm 0,69$ (c)	$61,60 \pm 1,68$ (a)	$40,48 \pm 1,81$ (b)	$37,91 \pm 1,75$ (b)

**Tableau XI** : Tableaux récapitulatifs de tous les résultats obtenus.

## Résumé

Le présent travail a été entrepris dans le but d'évaluer l'effet de mélange des olives de deux cultivars (*Chemlal* et *Aharoun*) de la région de Ath-Mansour pendant la trituration sur les caractéristiques physico-chimiques, la composition en substances antioxydante et le pouvoir antioxydant. D'après les résultats obtenus, pour les indices de qualité, et en se référant aux normes établies par le Conseil Oléicole International (2015), nous pouvons classer nos échantillons dans la catégorie d'huile d'olive extra vierge. La composition en acides gras est nettement améliorée par l'assemblage effectué (*Chemlal/Aharoun*= 50 :50) (65,13% pour l'acide oléique), et conforme aux normes. Le coupage de la variété *Chemlal* par la variété *Aharoun* a entraîné une amélioration de la teneur en composés phénoliques, synonyme probablement d'une amélioration de la stabilité oxydative et activité biologique. La capacité antioxydante des échantillons suit le même ordre que celui des teneurs en composés phénoliques, l'extrait de l'huile de la variété *Aharoun* se montre très performant avec la meilleure activité réductrice (pouvoir réducteur) et antiradicalaire (DPPH). Aussi l'huile de cette même variété présente la plus faible concentration en huile pour neutraliser 50% du radical DPPH (42,33 mg/ml).

**Mots clés :** *Chemlal*, *Aharoun*, mélange, qualité, acide gras, composés phénolique, activité antioxydante.

## ABSTRACT

The present work was undertaken to evaluate the mixing effect of two cultivars (*Chemlal* and *Aharoun*) in the Ath-Mansour region during trituration on physico-chemical characteristics, antioxidant composition and the antioxidant power. According to the results obtained, for the quality indices, and referring to the standards established by the International Olive Oil Council (2015), we can classify our samples in the category of extra virgin olive oil. The fatty acid composition is markedly improved by the assembly (*Chemlal/Aharoune* = 50:50) (65.13% for oleic acid), and conforms to the standards. The blending of the *Chemlal* variety by the *Aharoun* variety resulted in an improvement in the content of phenolic compounds, probably synonymous with an improvement in oxidative stability and biological activity. The antioxidant capacity of the samples follows the same order as that of the phenolic compounds, the extract of the oil of the *Aharoun* variety shows itself to be very effective with the best reductive (reducing) and antiradical (DPPH) activity. The oil of this same variety has the lowest concentration of oil to neutralize 50% of the DPPH radical (42.33 mg / ml).

**Keywords:** *Chemlal*, *Aharoun*, mixture, quality, fatty acid, phenolic compounds, antioxidant activity.