

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 de Sciences Alimentaires
Filière : Sciences Alimentaires
Spécialité : Qualité des Produits et Sécurité Alimentaire



Réf :

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

MASTER

Thème

**Extraction et analyse des composés bioactifs des sous-
produits d'oléiculture**

Présenté par :

BELKACEMI Hiba & ADDAD Thefrara

Soutenu le : **23 /06 / 2024**

Devant le jury composé de :

Mme. TAFININE Z.

MCA

Présidente

Mme. SOUFI O.

MCA

Encadreur

Mme. DEFLAOUI L.

MCB

Examinatrice

Année universitaire : 2023 / 2024

Remerciements

Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude tout d'abord à dieu de nous avoir donné courage, volonté, santé et force pour réaliser ce travail.

*Nous remercions vivement **Mme SOUFI Ouahiba** d'avoir accepté de nous encadrer ainsi que pour tous ses conseils, son suivi et sa disponibilité.*

*Nos remerciements sont également adressés à **Mme TAFININE Zina** qui a généreusement*

Accepté de présider le jury de notre soutenance.

*Nos remerciements **Mme DEFLAOUI Leïla** d'avoir accepté l'examen de ce travail et sa mise en valeur.*

Nous présentons nos sincères remerciements aux personnels de laboratoire biochimie alimentaire. Pour leur encouragement, et leur accueil durant toute la durée de pratique afin de mener bien ce projet.

Enfin, nos remerciements s'adressent à toutes les personnes qui ont participé, de près ou de loin, à la réalisation de ce projet.

Dédicace

C projet de fin d'étude est dédié à mes chers parents et à ceux qui m'ont toujours poussé et motivé dans mes études. Sans eux, je n'aurais certainement pas fait d'études longues. Ce projet fin d'étude représente donc l'aboutissement du soutien et des encouragements qu'ils m'ont prodigués tout au long de ma scolarité. Qu'ils en soient remerciés par cette trop modeste dédicace.

C'est un moment de plaisir de dédier cet œuvre, à mes belles sœurs : Zakia, Yasmine et Rima et à mon frère Khaled, en signe d'amour, de reconnaissance et de gratitude pour le dévouement et les sacrifices dont vous avez toujours fait preuve à mon égard.

Et finalement, à mes amies : Linda, Thefrara, Wissam, Meriem, Amel, Hayet et Hanane qui n'ont jamais cessée de me soutenir.

Hiba

Dédicace

Je dédie ce modeste travail

A ma chère mère ; A mon cher père

Aucun hommage ne pourrait être à la hauteur de l'amour Dont ils ne cessent de me combler, et aucun mot ne saurait pleinement exprimer la profondeur de mon respect et de mon amour pour eux. Malgré les lourdes responsabilités que vous assumez en tant que parents, vous avez toujours trouvé le temps d'être à mes côtés pour m'écouter, me soutenir, me guider et m'encourager. Que ce projet puisse atténuer vos peines et vous apporter une immense joie.

A ma précieuse sœur Dîhia et son mari Lotfi, qui ont été une source constante de soutien et d'inspiration. Merci pour votre amour inconditionnel.

A ma chère sœur Thanina et son mari et la petite Elina. Ta gentillesse et ta croyance en moi ont été des piliers essentiels tout au long de ce parcours.

*A mes chères sœurs : Lina, Aya, Doua et petite princesse Ania,
Sources de joie et de bonheur.*

A mes amies : Linda, Hiba, Asma, Dania, Céline, Wissam, Merieme, Amel, Hayet, Hanane et Líticia. Merci pour leur amour et leurs encouragements.

Et à tous les membres de ma famille et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin pour à la réalisation de ce projet, je vous dis merci.

Thefrara

Sommaire

Remerciements

Dédicaces

Sommaire

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction 1

Synthèse bibliographique

I. Généralité sur l'olivier et l'huile d'olive 3

I.1. L'olivier..... 3

I.2. L'olive 3

I.2.1. L'épicarpe (peau)..... 3

I.2.2. Le mésocarpe 3

I.2.3. L'endocarpe 3

I.3. L'huile d'olive..... 4

I.3.1. Composition chimique de l'huile d'olive 4

II. L'oléiculture 4

II.1. L'oléiculture mondiale..... 4

II.2. L'oléiculture en Algérie 5

III. Procédé d'extraction de l'huile d'olive 6

III.1. Système discontinu d'extraction par pressage..... 6

III.2. Système continu d'extraction par centrifugation..... 7

III.2.1. Système d'extraction à trois phases 7

III.2.2. Système d'extraction à deux phases 8

IV. Les sous-produits d'oléiculture..... 8

IV.1. Grignons d'olive (déchets solides) 8

IV.1.1. Caractéristiques physico-chimiques des grignons d'olive.....	9
IV.1.2. Composition chimique des grignons d'olive	9
IV.1.3. Antioxydants des grignons d'olive	10
IV.1 .3. a. Composés phénoliques	10
IV.1 .3. b. Caroténoïdes.....	11
IV.1 .3. c. Tocophérols	11
IV.1.4. Voies de valorisation des grignons d'olive.....	13
IV.2. Les Margines	13
IV.2.1. Caractéristiques physico-chimiques des margines	14
IV.2.2. Composition chimique des margines.....	14
IV.2.3. Antioxydants des margines.....	15
IV.2.3. a. Composés phénoliques	15
IV.2.3. b. Caroténoïdes et Tocophérols.....	16
IV.3.5. Voies de valorisation des margines	16
IV.3. Propriétés biologiques des antioxydants	17
IV.3.1. Composés phénoliques	17
IV.3.2. Les caroténoïdes	18
IV.3.3. Les tocophérols	19
Matériels et méthodes	
I. Echantillonnage.....	20
II. Préparation des extraits.....	20
II.1. Grignon d'olive	20
II.2. Les margines	20
III. Détermination des composés phénoliques	20
III.1. Composés phénoliques totaux	20
III.2. <i>Ortho</i> -diphenols.....	20

III.3. Flavonoïdes.....	21
IV. Activité antioxydante	21
IV.1. Pouvoir réducteur	21
IV.2. Inhibition de peroxyde d'hydrogène	21
IV.3. Détermination de l'activité anti-radicalaire.....	22
IV.4. Pouvoir chélateur du fer	22
V. Analyse statistique.....	23

Résultats et discussion

I. Composés phénoliques.....	25
I.1. Composés phénoliques totaux	25
I.2. <i>Ortho</i> -diphenols	26
I.3. Flavonoïdes	26
II. Activité antioxydante.....	27
II.1. Pouvoir réducteur.....	27
II. 2. Activité inhibitrice du peroxyde d'hydrogène	28
II. 3. Activité anti-radicalaire (contre le radical DPPH•)	30
II. 4. Activité chélatrice	30
Conclusion.....	32

Références bibliographiques

Annexes

Résumé

Liste des abréviations

COI : Conseil Oléicole International

Ph : Potentiel hydrogène

DPPH : 2,2-diphényl 1-picrylhydrazyle

Liste des figures

Figure 1: Représentation schématique d'une coupe transversale d'olive	4
Figure 2: Production algérienne d'huile d'olive de 2021-2024 (× 1000 tonnes).	6
Figure 3: Système discontinu d'extraction de l'huile d'olive par presse.	7
Figure 4: Méthodes d'extraction de l'huile d'olive par le système continu par centrifugation.	8
Figure 5: Structure chimique des composés phénoliques présent dans le grignon d'olive et les margines.	12
Figure 6: Chélation des métaux de transition par les flavonoïdes.....	18
Figure 7: Teneur en composés phénoliques totaux des grignons d'olives et des margines.	25
Figure 8: Teneur en <i>Ortho</i> -diphenols des grignons d'olives et des margines analysés.	26
Figure 9: Teneur en flavonoïdes des grignons d'olives et des margines analysés.	27
Figure 10: Pouvoir réducteur des extraits de grignons d'olives et des margines analysés.	28
Figure 11: taux d'inhibition du peroxyde d'hydrogène des extraits de grignons d'olives et des margines analysés.....	28
Figure 12: Activité anti-radicalaire des extraits de grignons d'olives et des margines analysés.	29
Figure 13: Pouvoir chélateur du fer des extraits de grignons d'olives et des margines analysés.	30

Liste des tableaux

Tableau I : Principaux producteurs d'huile d'olive.....	5
Tableau II : Caractéristique physico chimique des grignons d'olive.	9
Tableau III : Composition chimique des grignons d'olive.	10
Tableau IV : Quelques caractéristiques physicochimiques des margines	14
Tableau V: Composition chimique des margines.	15
Tableau VI : Propriétés biologiques des principaux composés phénoliques des margines et des grignons d'olive.....	17

Introduction

L'industrie oléicole, outre sa production principale qui est l'huile d'olive, génère deux sous-produits : un résidu solide nommé les grignons, et un résidu liquide appelé les eaux de végétation ou margines (**Difonzo et al., 2021**).

La production totale des déchets générés de l'extraction de l'huile d'olive est estimée à au moins 40 millions de tonnes par an, dont plus de 20 millions de tonnes par an correspondent à la biomasse sèche (grignon d'olive), tandis que la production annuelle des margines est estimée entre 10 et 30 millions de m³ par an (**Enaime et al., 2024**). Ces quantités importantes de déchets sont à l'origine de plusieurs problèmes environnementaux dans les pays producteurs en raison de leur forte concentration en substances organiques et phytotoxiques (**Nunes et al., 2018**).

Par ailleurs, les sous-produits de l'oléiculture (grignons et margines) présentent une composition diversifiée, notamment en substances bioactives. Ils renferment également des quantités résiduelles d'huile d'olive, de protéines, et plusieurs composés tels que les composés phénoliques issus de la migration à partir des olives lors de la production d'huile d'olive, (**Talhaoui et al., 2015**). Cependant, la teneur de ces substances varie en fonction de plusieurs facteurs, notamment les conditions d'extraction, l'origine de l'échantillon, et le traitement subit par l'huile d'olive à partir duquel ces sous-produits ont été générés (**Gomez-Cruz et al., 2020**).

Parmi les composés phénoliques présents dans ces sous-produits, l'hydroxytyrosol, l'oleuropéine et le tyrosol, qui exercent des propriétés antioxydantes importantes, particulièrement en piégeant différents types de radicaux libres. Ces antioxydants peuvent ralentir le vieillissement et protéger contre des maladies telles que le cancer, les maladies cardiovasculaires et le diabète en défendant les cellules contre les radicaux libres (**Vitali Čepo et al., 2017**).

Par conséquent l'extraction de telles molécules à partir de ces ressources naturelles constitue une alternative importante pour les valoriser comme ingrédients actifs dans des formulations alimentaires et/ou cosmétiques; d'où l'objet de la présente étude qui est d'extraire ces composés bioactifs à partir des échantillons de grignons d'olive et de margines prélevés au niveau de quelques huileries de la région de Bejaia et Bouira; cette étude est complétée par une évaluation comparative du potentiel antioxydant des extraits obtenus.

Le présent travail est structuré en trois parties :

La première partie consiste en une synthèse des données bibliographiques concernant les produits et sous-produits oléicoles.

La deuxième partie présente une étude expérimentale incluant le matériel et les méthodes utilisés pour doser les composés phénoliques et estimer l'activité antioxydante.

La troisième partie est dédiée aux résultats obtenus et à leur interprétation.

Synthèse bibliographique

I. Généralités sur l'olivier, l'olive et l'huile d'olive

I.1. L'olivier

L'olivier, une culture fruitière d'une grande importance, et largement répandu dans le bassin méditerranéen ainsi que dans diverses autres régions du monde (**Nahal Boudarba et al., 2012**). Il appartient à la famille des Oléacées, ordre des lamiales et est désigné botaniquement sous le nom d'*Olea europaea L* (**Rhizopoulou, 2007**). L'olivier donne des fruits : olives avec une production moyenne de 15 à 50 kg, permettant ainsi d'extraire 3 à 10 litres d'huile d'olive (**Dupont et al., 2007**).

I.2. L'olive

L'olive est une drupe dont la forme, ovoïde ou ellipsoïde, varie en fonction de la variété, du sol et du climat, Ce fruit se compose de trois parties distinctes : l'épicarpe, le mésocarpe et l'endocarpe (**figure 1**) (**Bianchi, 2003**).

I.2.1. L'épicarpe (peau)

Il Représente 10 à 30 % du poids de la drupe, agit comme un tissu protecteur. Sa couleur évolue du vert vif aux premiers stades de développement vers des teintes de vert pâle, jaune paille, rose, rose violet et noir, en raison de l'accumulation des pigments comme : chlorophylles, caroténoïdes et anthocyanes (**Bianchi, 2003**).

I.2.2. Le mésocarpe

La pulpe du fruit qui représente 71,5 à 80,5% du poids du fruit, contient principalement de l'eau (70 à 75 % de son poids) et des matières grasses (30 % dans les olives noires mûres) (**Bianchi, 2003**).

I.2.3. L'endocarpe

Il représente 18 à 22 % du poids du l'olive, le noyau qui représente 2 à 4% du poids renferme une quantité considérable d'huile (22 à 27 %), tandis que la coque ligneuse contient au maximum 1% (**Bianchi, 2003**).

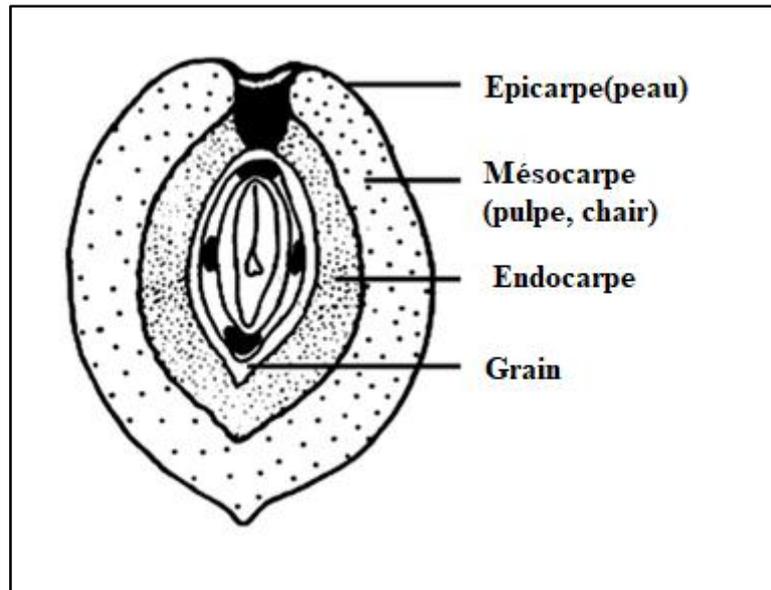


Figure 1: Représentation schématique d'une coupe transversale d'olive (**Bianchi, 2003**)

I.3. L'huile d'olive

Le conseil oléicole international (**COI, 2017**) définit l'huile d'olive comme étant l'huile provenant uniquement du fruit de l'olivier (*Olea europaea L*) à l'exclusion des huiles obtenues par solvant ou par des procédés de réestérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature.

I.3.1. Composition chimique de l'huile d'olive

L'huile d'olive est composée majoritairement d'une fraction saponifiable (98 à 99%) constituée de triglycérides (Majoritairement sous forme trioléine) et des acides gras dont l'acide oléique mono insaturé est le plus abondant suivi des acides palmitique, linoléique, stéarique et palmitoléique dans des proportions variables (**Calabrese, 2002 ; Boskou, 2009**). Tandis que la fraction insaponifiable (0,5-2%) est constituée de composés dits mineurs tels que les tocophérols vitamine E, chlorophylle et caroténoïdes (**Boskou, 2006**), les composés phénoliques et hydrocarbures (**Gorzynik-Debicka et al., 2018**).

II. L'oléiculture

II.1. L'oléiculture mondiale

Une superficie d'environ 9,15 millions d'hectares est occupée par la culture d'oliviers dans le monde, avec une production annuelle d'environ 2,45 millions de tonnes d'huile d'olive. Les pays européens dominent la production d'huile d'olive, représentant 78% de la production mondiale ; l'Espagne se distingue comme premier producteur, avec plus de 900 000 tonnes

d'huile d'olive produite chaque année sur 1,5 million d'hectares, suivi par l'Italie et la Grèce avec des productions considérables, bien que cette culture soit également étendue à d'autres régions non méditerranéennes telles que la Californie, l'Afrique du Sud et l'Australie (**Tableau I**) (Sajjad et al. 2024).

Tableau I : Principaux producteurs d'huile d'olive (COI, 2023)

Production	2021/2022 (EN 1000 T)	2022/2023 (EN 1000 T)	2023/2024 (EN 1000 T)
Espagne	1491,5	665,8	766 ,4
Grèce	232	345	195
Italie	329	240,9	288
Portugal	206,2	126	288,9
Total UE	2258,2	1377,7	1400,3
Tunisie	240	180	200
Turquie	235	380	210
Maroc	190	107	106
Algérie	94,5	75,5	93
Syrie	105	125	95
Total	864,5	867,5	704

II.2. L'oléiculture en Algérie

L'Algérie, pays méditerranéen producteur d'huile d'olive depuis des siècles, considère cette culture comme une activité vitale pour les familles disposant de terres agricoles. La culture d'oliviers est concentrée dans quatre zones principales, avec la région du centre comme principale zone de production d'huile d'olive. Le verger oléicole algérien s'est considérablement développé au cours des deux dernières décennies, passant de 168 080 hectares à 438 828 hectares, abritant 63 487 958 oliviers (**MADR, 2021**). La production d'huile pour l'année 2023-2024 devrait atteindre 93 000 tonnes (**Figure 2**) (**COI, 2023**).

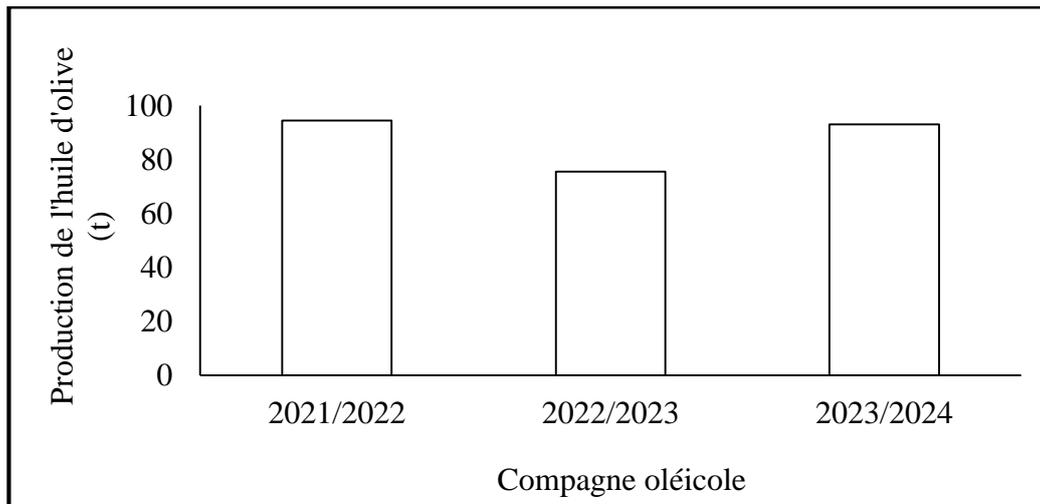


Figure 2: Production algérienne d'huile d'olive de 2021-2024 ($\times 1000$ tonnes) (COI, 2023).

III. Procédé d'extraction de l'huile d'olive

La transformation de l'huile d'olive se déroule en quatre étapes principales : le nettoyage des olives (défoliation et lavage), la préparation de la pâte d'olives (broyage et malaxage), la séparation de l'huile de la phase solide « grignon » à l'aide de la presse traditionnelle ou de la centrifugation horizontale moderne (procédés biphasés ou triphasés, et enfin, la séparation de l'huile de la phase liquide par gravité ou centrifugation verticale (Fleyfel et al., 2022).

III.1. Système discontinu d'extraction par pressage

Le processus traditionnel de séparation implique un pressage hydraulique où la pâte d'olive est placée entre des disques de pressage avec l'ajout d'eau. La pression est la principale force motrice, séparant la pâte en une fraction liquide (eau et huile) et une fraction solide appelée grignon d'olive. Ensuite, la fraction liquide est séparée par la centrifugation verticale. Bien que ce système soit encore en usage, les décanteurs continus sont de plus en plus préférés pour leur capacité de traitement élevée. Ce processus produit environ 33 à 40 kg de grignon d'olive et 40 à 60 kg de margines pour chaque 100 kg d'olives (figure 3) (Gómez- Cruz et al., 2024).

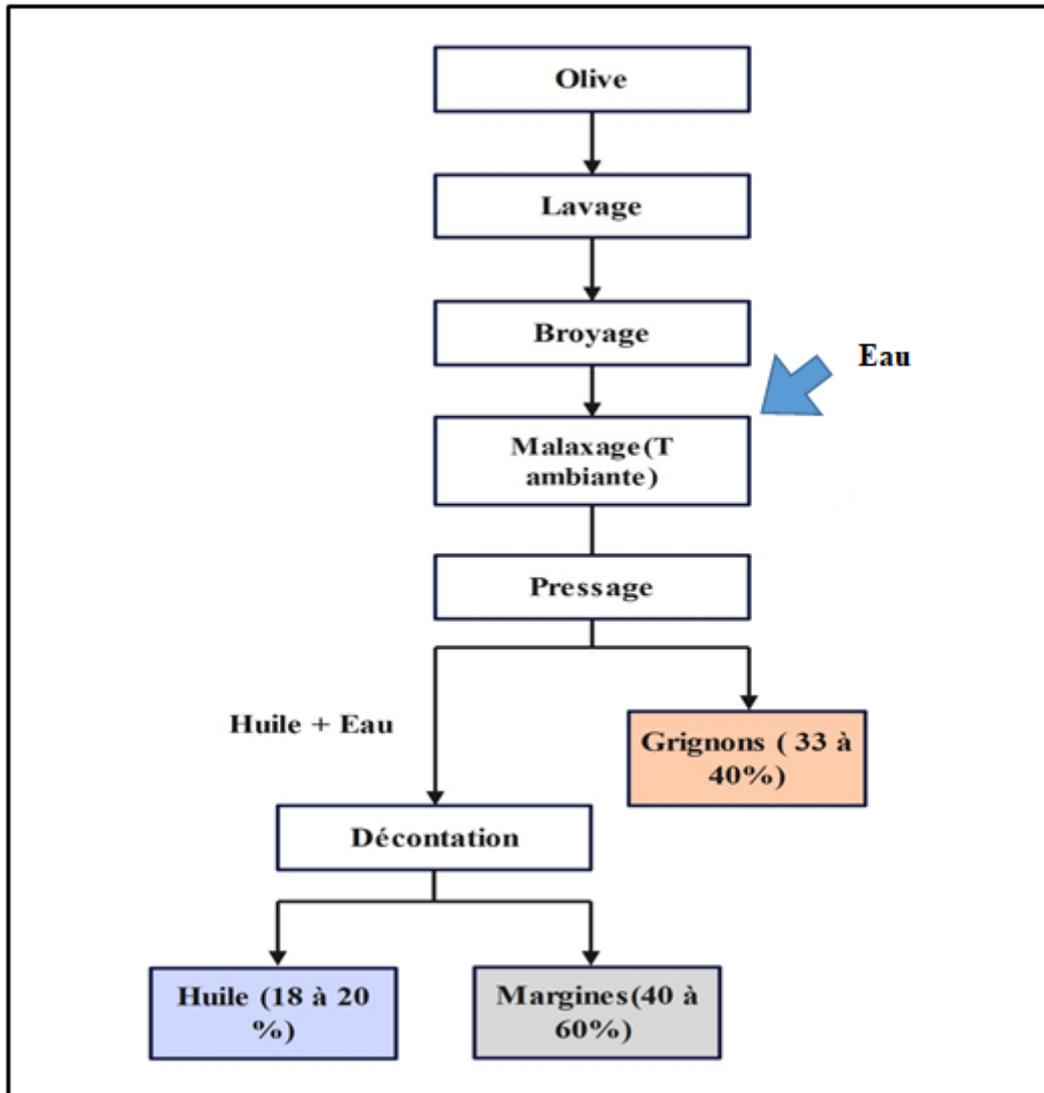


Figure 3: Système discontinu d'extraction de l'huile d'olive par presse (Gómez- Cruz et al., 2024).

III.2. Système continu d'extraction par centrifugation

Le processus d'extraction continue de l'huile d'olive utilise un décanteur industriel pour séparer les différentes phases par centrifugation, basé sur les différences de densité des composants de la pâte d'olive (huile, eau, résidus insolubles). Ce décanteur peut être utilisé dans des systèmes triphasés ou biphasés avec quelques ajustements (figure 4) (Gómez- Cruz et al., 2024).

III.2.1. Système d'extraction à trois phases

Dans le système d'extraction triphasé, un décanteur horizontal est utilisé pour séparer continuellement la phase huileuse. Dans le premier cas, entre 350 et 700 litres d'eau par tonne de pâte sont ajoutés. Ensuite, la centrifugation permet d'obtenir l'huile d'olive, l'eau végétale

(margine) (80 à 130 kg pour 100 kg d’olives) et le grignon d’olive (40 à 57 kg pour 100 kg d’olives) (Gómez- Cruz et al., 2024).

III.2.2. Système d’extraction à deux phases

Dans le système d’extraction biphasé, la pâte est centrifugée comme précédemment pour séparer l’huile du grignon d’olive, mais deux fractions sont obtenues : le grignon d’olive en deux phases, qui est un mélange de margine et grignon d’olive. Ce système permet la production d’huile d’olive sans nécessiter l’ajout d’eau, ce qui augmente la production de grignon d’olive (environ 80 kg pour 100 kg d’olives), mais ne génère pas de margine. De l’eau peut être ajoutée pour faciliter l’extraction de l’huile d’olive lorsque l’humidité de l’olive est faible. La quantité d’eau utilisée dans ce système est d’environ 120 à 350 L/tonne (Gómez- Cruz et al., 2024).

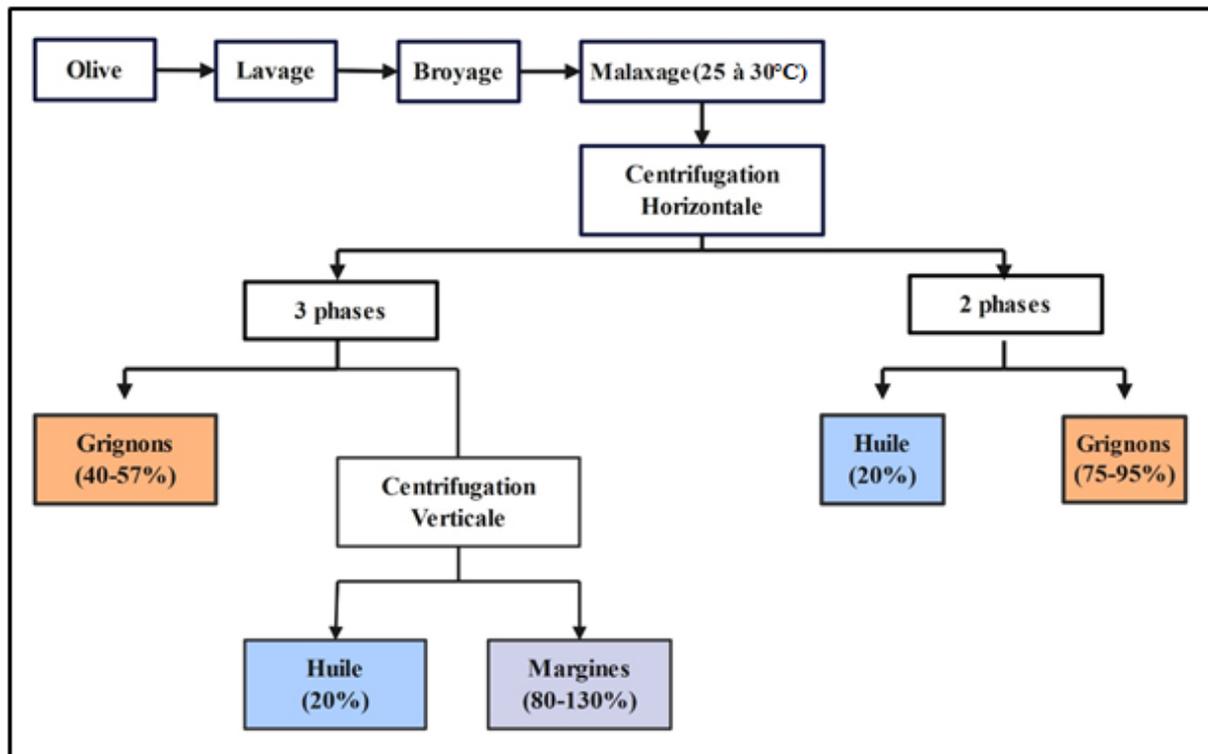


Figure 4: Méthodes d’extraction de l’huile d’olive par le système continu par centrifugation (Fleyfel et al., 2022).

IV. Les sous-produits d’oléiculture

IV.1. Grignons d’olive (déchets solides)

Le résidu de pulpe d’olive est le principal sous-produit solide ou semi-solide résultant de la pression mécanique des olives lors de l’extraction de l’huile (Chandra et Sathiavelu., 2009). Ce résidu, également connu sous le nom de grignon d’olive, occupe une place majeure dans

l'industrie de l'huile d'olive. Il représente environ 65% du poids initial des olives pressées dans un système de pressage à trois phases, et jusqu'à 80% dans un système de décanteur en deux phases (**Torrecilla et al., 2006**). La composition du grignon comprend environ 20% d'écorces et de pulpe d'olive, ainsi que 15% de noyaux d'olive concassées, accompagnées des résidus d'huile et d'eau issus du processus d'extraction de l'huile d'olive (**Dahdah et al., 2024**).

IV.1.1. Caractéristiques physico-chimiques des grignons d'olive

Les caractéristiques physico-chimiques des grignons varient en fonction de plusieurs facteurs, notamment le processus d'extraction, la variété d'olive et les conditions de production (**Tableau II**) (**Ducom et al., 2019**).

Tableau II : Caractéristique physico chimique des grignons d'olive (**Ducom et al., 2019**).

Paramètres	Valeurs
Ph	$5,78 \pm 1,05$
Conductivité ($\mu\text{S/cm}$)	3220 ± 2020
Matière sèche, MS (% w.b.)	$36,75 \pm 13,65$
Matières volatils, MV. (% TS)	$83,25 \pm 4,15$

IV.1.2. Composition chimique des grignons d'olive

La composition chimique des grignons d'olive varie considérablement en fonction du cultivar d'olive, du degré de maturation, des étapes de transformation et du procédé d'extraction. Le grignon d'olive est une source riche en lignine, principalement liée à la pierre, pouvant représenter jusqu'à environ 40 % (base sèche) (**Haddadin et al., 2002**). D'autres composants importants sont l'hémicellulose (24 %), cellulose (14 %), lipides (11%), sucres solubles (6,5%), protéines (6%) et des sels minéraux (**Roig et al. 2006**).

Medouni et al. (2018) ont comparé la composition chimique des grignons d'olive provenant d'une huilerie traditionnelle à celle d'une huilerie moderne (**Tableau III**).

Tableau III : Composition chimique des grignons d'olive (Medouni et al., 2018).

Paramètre	Système traditionnel	Système continue à deux phases	Système continue à trois phases
Ph	5,29	6,6	5,1-5,32
Lignine (g/kg)	194,7	-	426,3
Hémicelluloses (g/kg)	168,4 - 350,8	-	350,8
Cellulose (g/kg)	114,9 - 193,6		
Mercure (mg/kg)	-	<0,1	<0,1
Cadmium (mg/kg)	-	<0,05	<0,05
Arsenic (mg/kg)	-	<0,05	<0,05
Zinc (mg/kg)	-	9,9-10	8-21
Sodium (mg/kg)	92,1	103,8	214,3-800
Calcium (mg/kg)	17148,4	3218,7	1693-4500
Magnésium (mg/kg)	1189,7	511,1	800-1700
Potassium (mg/kg)	11366,6	16020,2	28433,9

IV.1.3. Antioxydants des grignons d'olive

Le grignon d'olive contient divers antioxydants. Telles que les composés phénoliques, les caroténoïdes et les tocophérols.

IV.1 .3. a. Composés phénoliques

Les polyphénols sont des molécules bioactives présentes dans les plantes, caractérisées par des structures très variées. Leur structure commune est la présence d'au moins un noyau aromatique (groupement phénol) portant plusieurs groupements hydroxyles (-OH) (**Richter, 1993**). Ils sont issus de l'hydrolyse enzymatique des glucides et des esters présents dans la pulpe

d'olive pendant le processus d'extraction (Aissam et al., 2002). Parmi les composés phénoliques identifiés dans les grignons d'olives (Nunes et al., 2018)

- **Hydroxytyrosol** : sa concentration est de 83,6 mg/100 g (Nunes et al., 2018)
- **Tyrosol** : sa concentration présente en quantités faibles (3,4 mg/100 g) (Nunes et al., 2018)
- **Oleuropéine** : Connue pour ses puissantes propriétés antioxydantes et anti-inflammatoires. (Nunes et al., 2018)

IV.1 .3. b. Caroténoïdes

Ce sont des pigments naturels courants dans la nature. Ils proviennent d'une structure de base composée de huit unités isopréniques. Le lycopène, une forme de caroténoïde qui possède une structure linéaire avec de multiples doubles liaisons conjuguées. D'autres caroténoïdes se forment à partir du lycopène par cyclisation, déshydrogénation et oxydation (Faure et al., 1999).

Parmi les caroténoïdes les plus abondants dans les grignons d'olive : le β -carotène (Difonzo et al., 2021).

IV.1 .3. c. Tocophérols

La vitamine E est un puissant antioxydant liposoluble constitué de huit vitamères, tous ayant une structure commune d'anneau phénolique-chromanol liée à une chaîne latérale isoprénoïde saturée (α , β , δ , γ -tocophérols) ou insaturée (α , β , δ , γ -tocotriénols) (Roselló-Soto et al., 2015). Concernant le profil de la vitamine E, le α -tocophérol est la principale forme de vitamine E présente dans le grignon d'olive (2,63 mg/100 g).

Le α -tocophérol est la forme la plus biologiquement active de la vitamine E, jouant un rôle majeur dans la prévention de la peroxydation lipidique et le piégeage des radicaux peroxydes lipidiques (Fiedor et Burda, 2014 ; Montenegro et al., 2015).

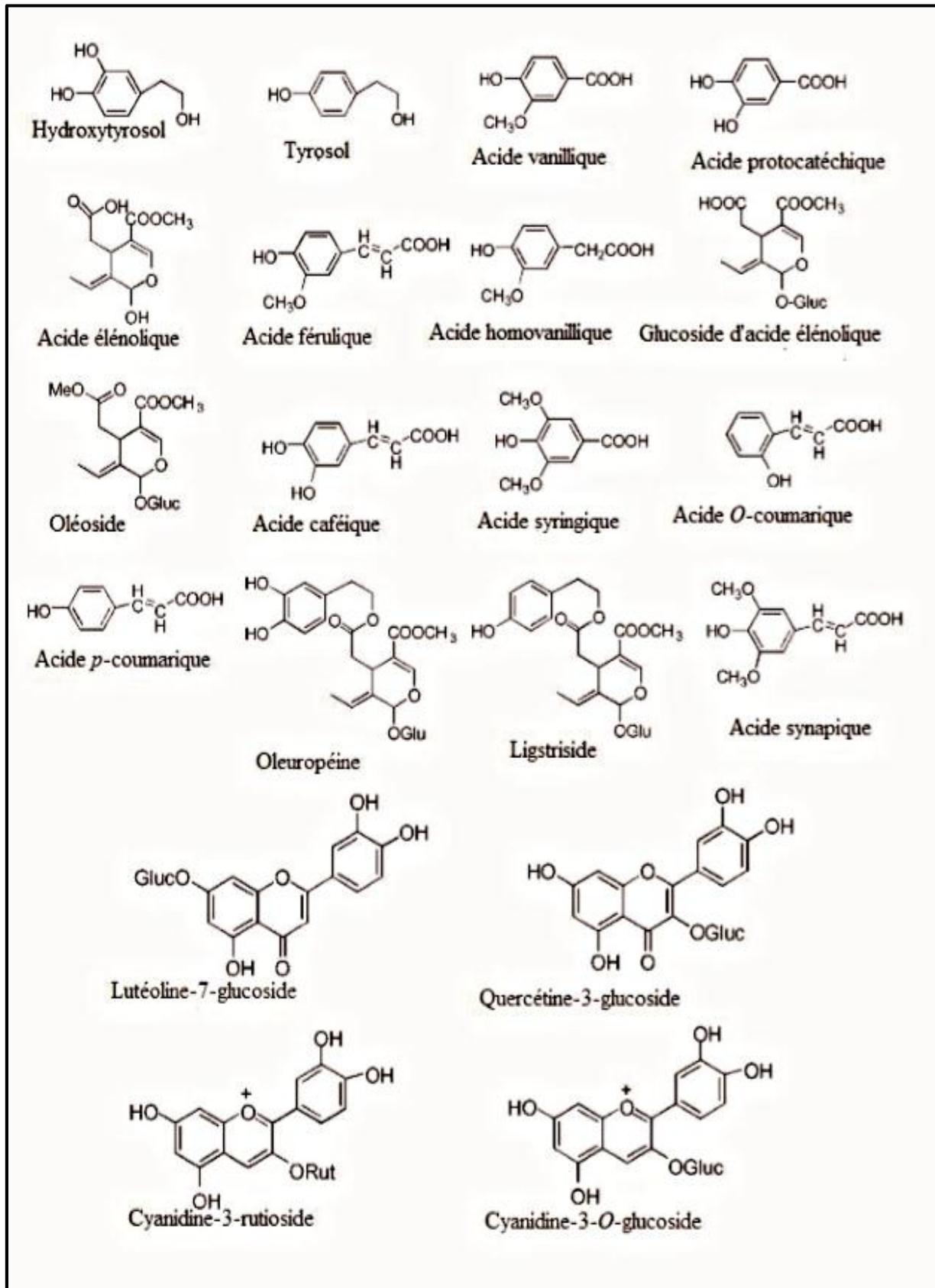


Figure 5: Structure chimique des composés phénoliques présent dans le grignon d'olive et les margines (Ryan et Robards, 1998).

IV.1.4. Voies de valorisation des grignons d'olive

La valorisation des sous-produits constitue l'un des principaux défis de l'industrie alimentaire, Parmi tous les déchets et sous-produits de l'industrie oléicole, le grignon d'olive est le plus significatif car il est considéré comme une biomasse phytotoxique et non biodégradable ce qui rend leur traitement difficile en raison de sa richesse en composés organiques **(Ribeiro et al., 2020)**.

L'utilisation principale des grignons d'olive est l'extraction de l'huile résiduelle en utilisant l'hexane comme solvant, ce procédé produit l'huile de grignon d'olive ainsi que du grignon séché, qui est principalement utilisé comme combustible solide en raison de son pouvoir calorifique élevé **(Ribeiro et al., 2020)**.

Ces grignons peuvent également être utilisés dans l'alimentation animale pour un profil nutritionnel équilibré, ou comme engrais pour le sol en raison de leur teneur élevée en potassium et en azote qui sont de 19 à 24 g/kg et 10 à 18 g/kg, respectivement. De plus, cette ressource naturelle est considérée comme une source précieuse de sucres fermentescibles vu leur teneur considérable en glucides, pouvant participer ainsi à la fermentation cellulaire pour la formation des produits spécifiques ou à la digestion anaérobie pour générer du biogaz **(Mardokić et al., 2023)**.

Le grignon d'olive a été étudié comme source de biomasse pour les bioraffineries, visant à produire de l'éthanol de deuxième génération **(Ribeiro et al., 2020)**.

La valorisation des composés bioactifs des grignon d'olive peuvent transformer ce produit en une ressource précieuse pour les industrie pharmaceutique, cosmétique, et alimentaires **(Difonzo et al., 2021)**

IV.2. Les Margines

Les margines constituent le liquide résultant du traitement des olives lors de la production d'huile d'olive. Elles se composent d'eau végétative issue des différentes étapes du processus de production d'huile d'olive ainsi que de tissus mous des fruits d'olive **(Ayoub, 2017)**. Généralement, les margines se caractérisent par une eau acide de couleur foncée, contenant des quantités importantes de composés organiques **(Al Bawab et al., 2018)**. Elles sont généralement de couleur brune, avec une mauvaise odeur, un goût amer et un aspect trouble **(Elayeb et al., 2021)**.

IV.2.1. Caractéristiques physico-chimiques des margines

Les caractéristiques physico-chimiques des margines varient en fonction de plusieurs facteurs, notamment le processus d'extraction, la variété d'olive, les conditions de production et le stade de maturation des olives (**Khdaïr et al., 2020**). Les eaux résiduelles des pressoirs à olives sont parmi les déchets les plus préoccupants produits par l'industrie agroalimentaire. Elles se distinguent par leur charge organique élevée, exprimée par la demande chimique en oxygène (DCO) et la demande biochimique en oxygène (DBO) (**Azzam et al., 2004**).

De plus, les margines présentent une concentration élevée en composés phénoliques et peuvent réagir avec de l'eau chlorée pour former des phénols chlorés, générant une odeur désagréable. (**Jamrah et al., 2023**). Leur faible pH acide entrave leur traitement par des méthodes biologiques, et leur teneur élevée en matières solides et en matières grasses peut entraîner la corrosion et l'obstruction des réseaux d'égouts (**Jamrah et al., 2023**). Sa conductivité électrique élevée est due à la présence de divers minéraux tels que le potassium, le chlorure, le calcium et le magnésium (**Tableau IV**) (**Elayeb et al., 2021**).

Tableau IV : Quelques caractéristiques physicochimiques des margines (**Elayeb et al., 2021**).

Paramètre	Valeurs
Matières organiques (%)	57,2 – 62,1
Ph	4-5,9
Taux de lipides (%)	0,003 – 4,25
Conductivité électrique (dS/m)	5-12
Demande chimique en oxygène (g/l)	30 – 220
Demande biochimique en oxygène (g/l)	35-132

IV.2.2. Composition chimique des margines

Les eaux de végétation d'olive présentent généralement une composition qui comprend environ 88% d'eau, 10,5% de matière organique, 1,5% de matière minérale, 1,25% de matière azotée, 0,1% de matières grasses et 1% de polyphénols (**Tableau V**) (**Elayeb et al., 2021**).

Tableau V: Composition chimique des margines (Alburquerque et al., 2004).

Paramètre	Valeurs
Eau (%)	83-88
Matières sèches (%)	6-7
Phénols (%)	1-11
Matières organiques (g/kg)	46-62
Composés organiques totaux (g/kg)	34-40
Azote total (g/kg)	0,60-2,10
Calcium (g/kg)	0,2-0,6
Potassium (g/kg)	2-9
Sodium (g/kg)	0,1-0,4
Magnésium (g/kg)	0,04-0,22

IV.2.3. Antioxydants des margines

IV.2.3. a. Composés phénoliques

La couleur des margines dépend du degré de dégradation des composés phénoliques des olives dont elles proviennent (Hamdi et Ellouz, 1993). Selon Casa et al. (2003), les composés phénoliques des margines sont classés en deux catégories

➤ Composés phénoliques monomères

Parmi ces monomères, on trouve principalement les acides phénoliques (acide caféique, acide *p*-coumarique, acide vanillique) et des alcools phénoliques (3,4-dihydroxyphényléthanol, tyrosol, syringaldéhyde) (Borja et al., 1995).

Hydroxytyrosol : sa teneur varie entre 1,2 g/l et 1,6g/l. (Takaç et al., 2009)

Tyrosol : sa concentration varie entre 0,2 g/l et 0,4g/l. (Takaç et al., 2009)

Oleuropéine : sa concentration varie entre 0,1 g/l et 0,2g/l. (Takaç et al., 2009)

➤ **Composés phénoliques polymères**

Flavonoïdes

Ces molécules sont à l'origine de pigments jaunes, orange et rouges de divers organes végétaux (**Häkkinen, 2000**). Elles se caractérisent par la présence de deux cycles aromatiques reliés par une chaîne de trois carbones, formant un hétérocycle oxygéné (**Yao et al., 2004**). Les flavonoïdes sont subdivisés en plusieurs sous-classes : flavanones, flavonols, isoflavones, flavones, anthocyanes et tanins (**Ribéreau Gayon et al., 1982**).

IV.2.3. b. Caroténoïdes et Tocophérols

Sa concentration atteindre 1,2 mg/g et contient en moyenne 0,256 mg/g (**Graulet et al., 2012**).

IV.3.5. Voies de valorisation des margines

Les margines, riches en composés organiques et bioactifs, sont désormais perçus comme une ressource précieuse à valoriser plutôt qu'à éliminer, conformément aux principes de l'économie circulaire.

- **Méthodes biochimiques**

En raison de leur forte teneur en matières organiques, notamment en huile, les margines peuvent être transformées en divers biocarburants comme le méthane, l'éthanol et l'hydrogène. Cela peut être réalisé grâce à plusieurs techniques biochimiques, telles que la digestion anaérobie et la fermentation (**Nefzaoui, 1991**).

- **Extraction de produits précieux**

Les margines contiennent des molécules à potentiel considérable tels que les antioxydants incorporés comme ingrédient dans les formulations pharmaceutique et cosmétique (**Briante et al. 2004**). Les principaux antioxydants dans la pulpe d'olive sont le tyrosol, l'hydroxytyrosol et l'oleuropéine. **Briante et al. (2004)** ont proposé un bioréacteur pour produire des antioxydants purifiés convertibles en composés actifs. De plus, **Turano et al. (2002)** ont développé un système de centrifugation-ultrafiltration pour réduire la pollution et séparer des molécules d'intérêt comme les lipides, les sucres et les polyphénols.

- **Utilisation Agricole**

Grâce à leur composition, les margines peuvent être largement utilisés dans le domaine agricole. Elles peuvent être transformées en biofertilisants via le compostage, ce qui enrichit le sol et

améliore sa qualité pour les cultures agricoles. De plus, la dilution des margines pour une utilisation en irrigation est une option, bien que nécessitant une gestion minutieuse pour éviter la toxicité des sols (Sierra et al., 2007).

- **Utilisation dans l'alimentation animale**

Les margines peuvent être incorporées dans l'alimentation animale après traitement approprié. (Ercoli et Ertola, 1983).

IV.3. Propriétés biologiques des antioxydants

IV.3.1. Composés phénoliques

Les composés phénoliques présentent un vaste éventail d'activités biologiques, incluant des propriétés antioxydantes, anti-inflammatoires, antibactériennes et antivirales qui sont illustrées dans (tableau VI) (Zbakh et El-Abbassi, 2012).

Tableau VI : Propriétés biologiques des principaux composés phénoliques des margines et des grignons d'olive (Zbakh et El-Abbassi, 2012).

Composés phénoliques	Propriété biologique
Hydroxytyrosol	Antioxydante, cardioprotecteur, anti-inflammatoire et antiathérogène Antimicrobien, antiviral et fongicide
Oleuropéine	Antioxydant, neuroprotecteur, antiathérogène et cardioprotecteur Anti-inflammatoire, antimicrobien et antiviral
Tyrosol	Antioxydant, anti-inflammatoire, ardioprotecteur et neuroprotecteur
Aglycone d'oleuropéine	Antioxydant, neuroprotecteur, cytoprotecteur, et anti-inflammatoire

- **Les acides phénoliques**

Sont des antioxydants efficaces, leur activité augmentant avec le nombre de groupements hydroxyyles. Les acides hydroxycinnamiques surpassent les hydroxybenzoïques grâce au groupement CH=CH-COOH, avec l'acide caféique étant le plus puissant. La méthylation, comme dans l'acide syringique, réduit l'activité antioxydante (Zheng et Wang, 2003 ; Balasundram et al., 2006 ; Nichenametla et al., 2006).

- **Les flavonoïdes**

Les flavonoïdes modulent l'activité enzymatique et les processus cellulaires, possédant des propriétés antioxydantes, anti-inflammatoires et anti-tumorales, ce qui en fait des agents thérapeutiques prometteurs. En inhibant les enzymes responsables de la production des espèces réactives de l'oxygène, ils soulignent leur importance potentielle dans le traitement de diverses affections (Pietta, 2000 ; Derbel et Ghedira, 2005).

En outre, les flavonoïdes, en tant que puissants antioxydants, neutralisent les radicaux libres en cédant un électron ou un atome d'hydrogène. Leur efficacité dépend de leurs potentiels de réduction et de leur réactivité avec l'oxygène. Grâce à leur faible potentiel redox, ils peuvent réduire les radicaux hautement oxydés comme les radicaux superoxyde et hydroxyle. De plus, les anthocyanines protègent contre l'oxydation de l'acide ascorbique et piègent les radicaux libres ainsi que l'oxygène singulet (Rice-Evans, 1999 ; Virgili et al., 1999).

Les flavonoïdes agissent comme antioxydants préventifs en chélatant les métaux tels que le fer et le cuivre, qui catalysent la formation de radicaux libres dans les systèmes biologiques. En formant des complexes avec les ions Cu^{2+} , ils empêchent ces métaux de produire des radicaux hydroxyles, renforçant ainsi leur capacité à protéger les systèmes cellulaires contre l'oxydation (Virgili et al., 1999 ; Pietta, 2000).

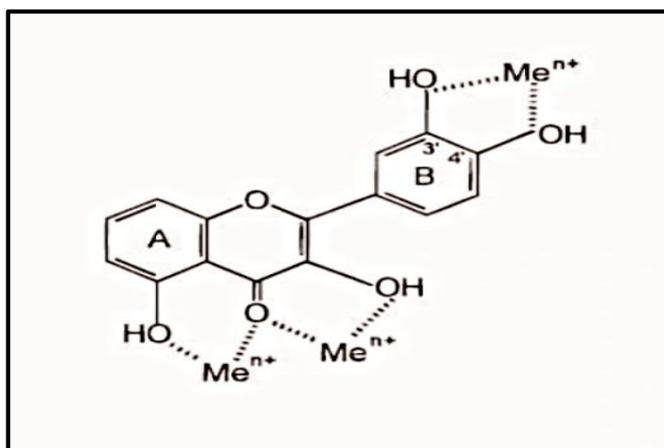


Figure 6: Chélation des métaux de transition par les flavonoïdes (Pietta, 2000).

IV.3.2. Les caroténoïdes

Les caroténoïdes sont très efficaces contre l'oxygène singulet et (O_2) grâce à leurs doubles liaisons et substituants, ce qui permet leur réutilisation dans plusieurs cycles de piégeage (Faure et al., 1999). Le β -carotène et le lycopène désactivent l'oxygène singulet et, grâce à leurs doubles liaisons conjuguées, maximisant leur capacité à piéger cet oxygène (Cuvelier et Martel, 2002 ; Dutta et al., 2005). En neutralisant les espèces réactives de l'oxygène (ERO) telles que les radicaux peroxydes, les caroténoïdes protègent les cellules de l'oxydation et agissent en synergie

avec les vitamines C et E (**Amiot et Dallongeville, 2007**). Le β -carotène, bien qu'efficace contre les radicaux peroxydes, l'est moins contre les radicaux hydroxyles et l'anion superoxyde, son activité diminuant avec la longueur de la chaîne et le nombre de doubles liaisons (**Krinsky et al., 2004**).

IV.3.3. Les tocophérols

Les tocophérols exercent une activité antioxydante significative en empêchant l'action de l'oxygène singulet, qui initie la peroxydation des lipides (**Hastya et al., 2007**).

Matériels et méthodes

I. Echantillonnage

La présente étude porte sur quatre échantillons des grignons: G1, G2, G3 et G4 et des margines : M1, M2, M3 et M4.

II. Préparation des extraits

II.1. Grignon d'olive

Une masse de 0,2 g de grignons d'olive est homogénéisée avec 10 ml de solvant d'extraction (éthanol 50 %). Après agitation pendant 15 minutes, les mélanges sont centrifugés à 5000 rpm pendant 20 minutes, puis filtrés. Les filtrats obtenus sont lavés avec 5 ml d'hexane, et centrifugés à 5000 rpm pendant 10 minutes en répétant ce lavage deux fois. Enfin, les extraits éthanoliques délipidés sont récupérés (McDonald et al., 2001).

II.2. Les margines

L'extraction liquide-liquide est couramment utilisée pour extraire les composés phénoliques des margines (El Abassi et al., 2012). Des études ont démontré que l'acétate d'éthyle est le solvant le plus utilisé et le plus efficace, offrant un taux d'extraction supérieur (Della Greca et al., 2004 ; Fki et al., 2004). Un volume de 5 ml de margines brutes est ajusté au pH 2 avec l'HCl (2 M). Le mélange est ensuite lavé avec 10 ml d'hexane et centrifugé à 5000 rpm/5 min, cette opération de lavage étant répétée trois fois pour la délipidation. Les échantillons délipidés sont ensuite extraits trois fois avec 10 ml d'acétate d'éthyle. Après centrifugation à 5000 rpm pendant 10 minutes. Le filtrat obtenu est alors évaporé sous vide à 40°C. Enfin, le résidu est dissous dans 10 ml de méthanol pur (El Abassi et al., 2012).

III. Détermination des composés phénoliques

III.1. Composés phénoliques totaux

Les composés phénoliques totaux ont été quantifiés en suivant le protocole décrit par Kahkonen et al. (1999). Un volume de 200 µL d'extrait est mélangé avec 1 ml de réactif Folin-Ciocalteu. Après agitation pendant 3 minutes, 800 µL de carbonate de sodium (7,5 %) sont ajoutés au mélange. Après une incubation de 30 minutes dans l'obscurité, l'absorbance est mesurée à 760 nm. La concentration en composés phénoliques totaux est exprimée en gramme équivalent d'acide gallique (AG) par kilogramme de grignon, et en gramme équivalent d'acide gallique par litre de margine en se référant à une courbe d'étalonnage (Annexe, figure I).

III.2. *Ortho*-diphenols

La teneur en *ortho*-diphenols est évaluée en utilisant la méthode de **Tovar et al. (2002)**. Un volume de 500 μL d'extrait est mélangé avec 2 ml de molybdate de sodium (5 %). Après agitation et incubation pendant 15 minutes, l'absorbance est mesurée à 370 nm. La concentration des *ortho*-diphenols est exprimée en gramme équivalent d'acide caféique (AC) par kilogramme de grignon et en gramme équivalent d'acide caféique par litre de margine en se référant à une courbe d'étalonnage (**Annexe, figure II**).

III.3. Flavonoïdes

Un volume de 200 μL d'extrait est mélangé avec 800 μL d'eau distillée, 60 μL de nitrite de sodium et 40 μL de chlorure d'aluminium. Après incubation de 5 minutes, le mélange est complété avec 40 μL d'hydroxyde de sodium (1 M) et 50 μL d'eau distillée (**Kim et al., 2003**). L'absorbance est ensuite mesurée à 510 nm, et la teneur en flavonoïdes est exprimée en gramme équivalent de quercétine par kilogramme de grignon et en gramme équivalent de quercétine par litre de margine en se référant à une courbe d'étalonnage (**Annexe, figure III**).

IV. Activité antioxydante

IV.1. Pouvoir réducteur

Le test évalue la capacité d'un antioxydant à réduire le fer ferrique (Fe^{3+}) en fer ferreux (Fe^{2+}) en présence d'un antioxydant capable de céder des électrons. Ce processus se manifeste par un changement de couleur du ferricyanure de potassium vers une teinte bleu-vert, dont l'intensité dépend du pouvoir réducteur de l'antioxydant (**Chou et al., 2003**).

Le pouvoir réducteur est estimé selon la méthode de **Gülçin et al. (2002)** : un volume de 375 μL d'extrait est mélangé avec 375 μL de tampon phosphate (0,2 M, pH 6,6) et 375 μL de ferricyanure de potassium (1 %). Après une incubation à 50 °C pendant 20 minutes, un volume de 375 μL d'acide trichloracétique (10 %) est ajouté au mélange, puis incubé pendant 5min et enfin additionné d'un volume de 300 μL de chlorure ferrique (0,1 %). L'absorbance est mesurée à 700 nm. Le pouvoir réducteur des extraits est exprimé en gramme équivalent d'acide ascorbique (AA) par kilogramme de grignons d'olive et en gramme équivalent d'acide ascorbique par litre de margine en se référant à une courbe d'étalonnage (**Annexe, figure IV**).

IV.2. Inhibition de peroxyde d'hydrogène

L'inhibition de peroxyde d'hydrogène est évaluée pour déterminer la capacité des extraits de grignons d'olive à piéger le peroxyde d'hydrogène (**Atmani et al., 2009**). Un volume de 150 μL d'extrait est ajouté à 1 ml d'une solution de peroxyde d'hydrogène et 1,35 ml de tampon

phosphate (0,1 M ; pH 7,4). Un blanc est préparé dans les mêmes conditions, mais l'extrait a été remplacé par le solvant d'extraction. L'absorbance des échantillons est mesurée à 230 nm après une incubation de 20 minutes à température ambiante. Le pouvoir antioxydant est exprimé en pourcentage d'inhibition du peroxyde d'hydrogène selon la formule suivante :

$$\text{Taux d'inhibition du peroxyde d'hydrogène (\%)} = [\text{At-Ae/At}] \times 100$$

Où

At : Absorbance du témoin.

Ae : Absorbance de l'extrait.

IV.3. Détermination de l'activité anti-radicalaire

La détermination de l'activité anti-radicalaire est réalisée en utilisant la méthode au DPPH• (1,1-diphényl-2-picrylhydrazyl radical) pour évaluer la capacité des extraits à céder des protons et/ou des électrons afin de neutraliser les radicaux DPPH•. À l'état radicalaire, le DPPH• absorbe à 515 nm (**Williams et al., 1995**).



L'activité anti-radicalaire des échantillons de grignons d'olives est évaluée selon la méthode de **Lesage-Meessen et al. (2001)**. Un volume de 100 µL d'extrait est ajouté à 900 µL de solution de DPPH. Le mélange est agité puis incubé à l'obscurité pendant 30 minutes. L'absorbance est mesurée à 517 nm. La réduction des radicaux DPPH• se traduit par une baisse de l'absorbance. Le pouvoir antioxydant est exprimé en pourcentage d'activité anti-radicalaire selon la formule suivante :

$$\text{Activité antiradicalaire (\%)} = [\text{At-Ae/At}] \times 100$$

Où

At : Absorbance du témoin ;

Ae : Absorbance de l'échantillon.

IV.4. Pouvoir chélateur du fer

Le pouvoir chélateur des différents extraits a été évalué selon la méthode décrite par **Li et al. (2007)**. La ferrozine, un composé stable, forme un complexe violet intense avec les ions Fe²⁺

libres (complexe ferrozine-Fe²⁺). Une diminution de l'absorbance de ce complexe indique la présence d'antioxydants chélateurs. Un volume de 250 µL d'extrait est additionné de 50 µL de FeCl₂ et de 800 µL d'eau distillée. Après 5 minutes d'incubation, 50 µL de ferrozine (5 mM) sont ajoutés, puis le mélange est agité et incubé pendant 10 min. L'absorbance du complexe ferrozine-Fe²⁺ est mesurée à 562 nm. L'effet séquestrant des extraits vis-à-vis du fer est exprimé en pourcentage selon l'équation suivante :

$$\text{Pouvoir chélateur (\%)} = \frac{[At-Ae]}{At} \times 100$$

Où

At : Absorbance du témoin.

Ae : Absorbance de l'échantillon.

V. Analyse statistique

Pour l'échantillon des grignons, les résultats expérimentaux représentent la moyenne de trois essais distincts. Chaque mesure est présentée avec sa moyenne ± écart-type (ET). Les moyennes des grignons ont été comparées par analyse de variance (ANOVA) à l'aide du logiciel Statistica 7.1. Le seuil de signification des résultats a été fixé à une probabilité $p < 0,05$.

Pour l'échantillon des margines, tous les résultats expérimentaux ont été obtenus en calculant la moyenne de trois essais distincts. Chaque résultat est exprimé avec sa moyenne ± écart-type (ET). Les moyennes des margines ont été soumises à une analyse de variance (ANOVA) à l'aide du logiciel Statistica 7.1. Le seuil de signification retenu pour interpréter les résultats est une probabilité $p < 0,05$.

Résultats et discussion

I. Composés phénoliques

I.1. Composés phénoliques totaux

Les polyphénols, métabolites secondaires des plantes, définis par la présence d'un cycle benzénique avec un ou plusieurs groupements hydroxyles, ces composés peuvent se lier à diverses molécules telles que les glucides, les lipides ou les protéines (Beta et al., 2005). L'analyse statistique a révélé des différences significatives ($p < 0,05$) de la teneur en composés phénoliques des échantillons analysés (margines et grignons) (Figure 7). Le grignon G2 renferme la concentration la plus faible avec (10 g/kg), contrairement au grignon G3 qui présente la teneur la plus élevée (18 g/kg).

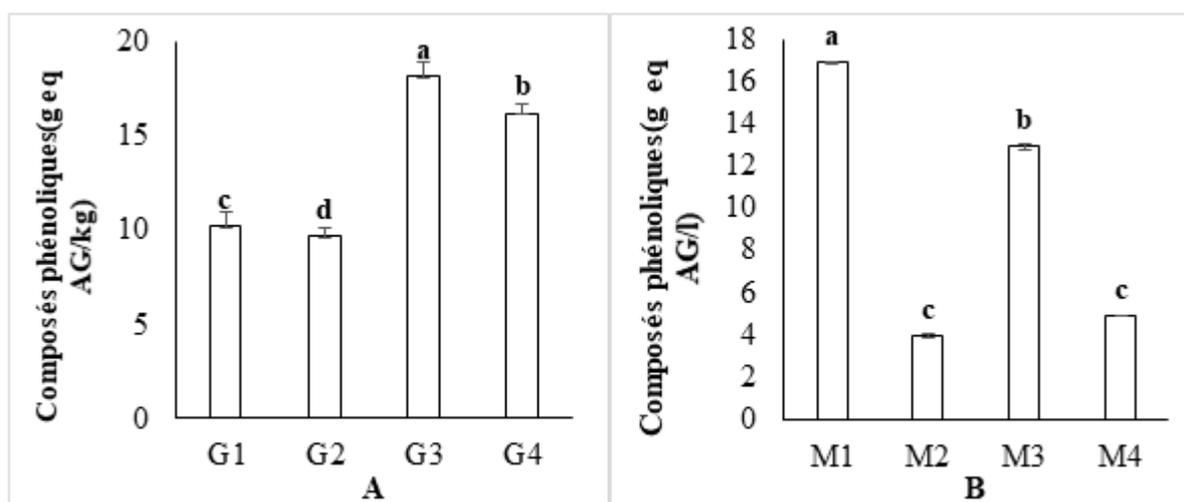


Figure 7: Teneur en composés phénoliques totaux des grignons d'olives (A) et des margines (B).

Les lettres minuscules indiquent des différences significatives ($p < 0,05$) des échantillons analysés (a-d), les barres verticales représentent les écarts types.

Les teneurs en polyphénols des échantillons de grignons d'olives analysés sont semblables à celles enregistrée par Soufi et al. (2023), mais largement supérieures à celles obtenues par De Bruno et al. (2018). Ceci pourrait être lié aux variations des conditions d'extraction, à l'origine de l'échantillon, et/ou au traitement de l'huile d'olive d'où le grignon d'olive a été généré (Gómez-Cruz et al., 2020).

En ce qui concerne les margines, la concentration la plus faible est enregistrée dans les margines M4 et M2 avec une moyenne de (4 g/l), par contre la teneur la plus élevée est notée dans les extraits de marge M1 avec une concentration de (17g/l). Les margines analysés renferment des teneurs semblables à celles enregistrées par Chedeville et al. (2009).

I.2. *Ortho*-diphenols

Les *ortho*-diphenols comme l'hydroxytyrosol, l'acide caféique et l'oleuropéine, constituent une classe d'antioxydants puissants. Il a été souvent rapporté que ces molécules sont caractérisées par une forte activité antiradicalaire grâce à leur conformation structurale (Rojas et al., 2019). L'analyse statistique a révélé des différences significatives ($p < 0,05$) de la teneur en *ortho*-diphenols des échantillons analysés (margines et grignons) (figure 8).

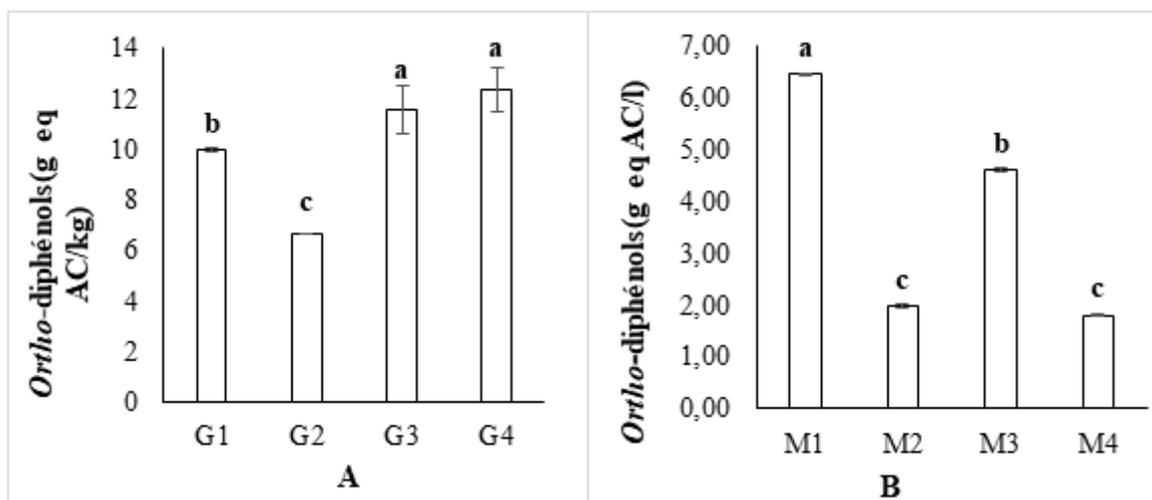


Figure 8: Teneur en *Ortho*-diphenols des grignons d'olives (A) et des margines analysés (B). Les lettres minuscules indiquent des différences significatives ($p < 0,05$) des échantillons analysés (a-c), les barres verticales représentent les écarts types.

L'échantillon G2 renferme la concentration la plus faible (7g/kg), tandis que les échantillons G3 et G4 présentent la concentration la plus élevée avec une moyenne de (12g/kg). Les teneurs en *Ortho*-diphenols enregistrées dans les échantillons des grignons d'olives analysés sont supérieures à ceux notés par Attard et al. (2022). En effet, divers facteurs sont susceptibles d'influencer le taux d'*ortho*-diphenols : la variété, le degré de maturité des olives, ainsi que les conditions de stockage et d'extraction (Haddam et al., 2014).

En ce qui concerne les margines, la teneur la plus faible est enregistrée dans les échantillons M2 et M4 avec une concentration moyenne de (2 g/l), alors que l'échantillon M1 renferme la teneur la plus élevée (6 g/l). Les margines analysées renferment des teneurs inférieures à celles obtenues par Casa (2003). Cette différence peut être due à divers facteurs tels que : la période de récolte des olives et/ou le cultivar (Criado, 2004., Vinha et al., 2005).

I.3. Flavonoïdes

L'analyse des flavonoïdes révèle des différences significatives ($p < 0,05$) entre les extraits étudiés (figure 9). L'échantillon G1 présente la concentration la plus faible (7 g/kg), alors que l'échantillon G3 est considéré le plus riche avec une concentration de (10 g/kg). Les teneurs en

flavonoïdes enregistrées pour les échantillons sont semblables à celle des grignons d'olives étudiés par **Soufi et al. (2023)**.

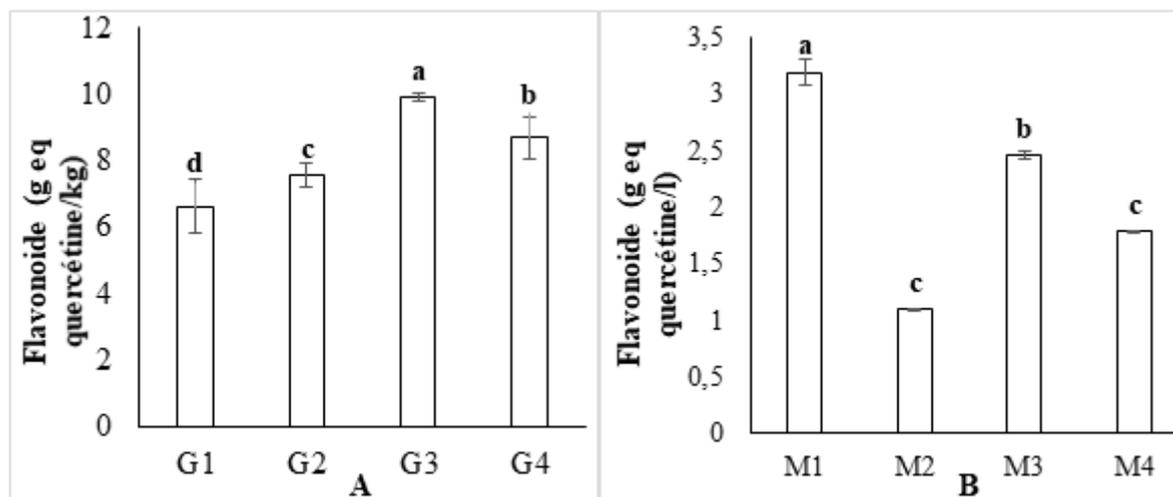


Figure 9: Teneur en flavonoïdes des grignons d'olives (A) et des margines analysés (B). Les lettres minuscules indiquent des différences significatives ($p < 0,05$) des échantillons analysés (a-d), les barres verticales représentent les écarts types.

Concernant les margines, la teneur la plus faible est obtenue dans les échantillons M4 et M2 avec une moyenne de (1 g/l), tandis que l'échantillon M1 renferme la teneur la plus élevée (3 g/l). Les teneurs en flavonoïdes des extraits analysés sont inférieures à celles enregistrés par **El Abassi et al. (2012)**. Ceci peut être lié à la variété d'olive et/ou le système d'extraction d'huile d'olive adopté.

II. Activité antioxydante

II.1. Pouvoir réducteur

L'analyse statistique a révélé des différences significatives ($p < 0,05$) de l'activité réductrice des échantillons étudiés (**figure 10**). La figure illustre que tous les extraits de grignons et de margines analysés présentent des capacités réductrices variées, L'extrait de grignon d'olive G4 exerce la capacité la plus faible (16g/Kg), tandis que la capacité la plus élevée a été enregistrée dans l'extrait du grignon d'olive G2 (46 g/Kg). Le pouvoir réducteur des échantillons de grignons d'olives analysés est semblable à celui enregistré par **Gomez-Cruz et al. (2020)**.

Concernant les margines, la faible activité réductrice est notée dans les extraits des margines M2 avec une teneur de (13 g/l), tandis que l'extrait de M1 exercent la meilleure activité réductrice (38 g/l).

Les variations observées parmi les échantillons examinés pourraient être attribuées la teneur en composés phénolique vu le rôle de telle substances dans la capacité réductrice (**Soufi et al., 2014**). Les

coefficients de corrélation obtenus ont confirmé une relation positive entre la teneur en composés phénoliques et le pouvoir réducteur, avec des coefficients de corrélation de 0,513 pour les grignons et de 0,999 pour les margines.

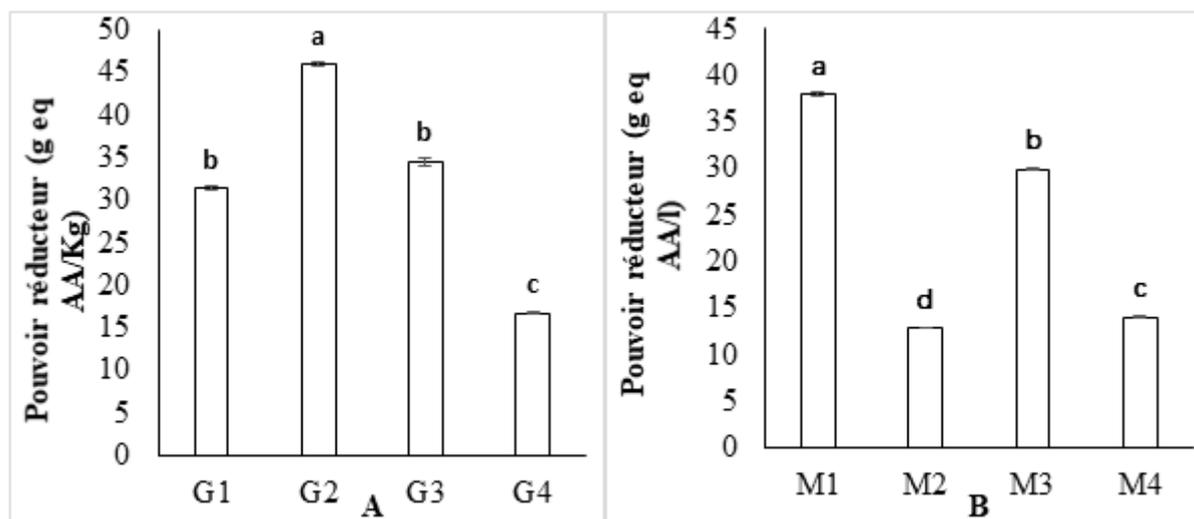


Figure 10: Pouvoir réducteur des extraits de grignons d'olives (A) et des margines analysés (B).

Les lettres minuscules indiquent des différences significatives ($p < 0,05$) des échantillons analysés (a-d), les barres verticales représentent les écarts types.

II. 2. Activité inhibitrice du peroxyde d'hydrogène

Les résultats du taux d'inhibition du peroxyde d'hydrogène des extraits étudiés sont illustrés dans la (figure 11).

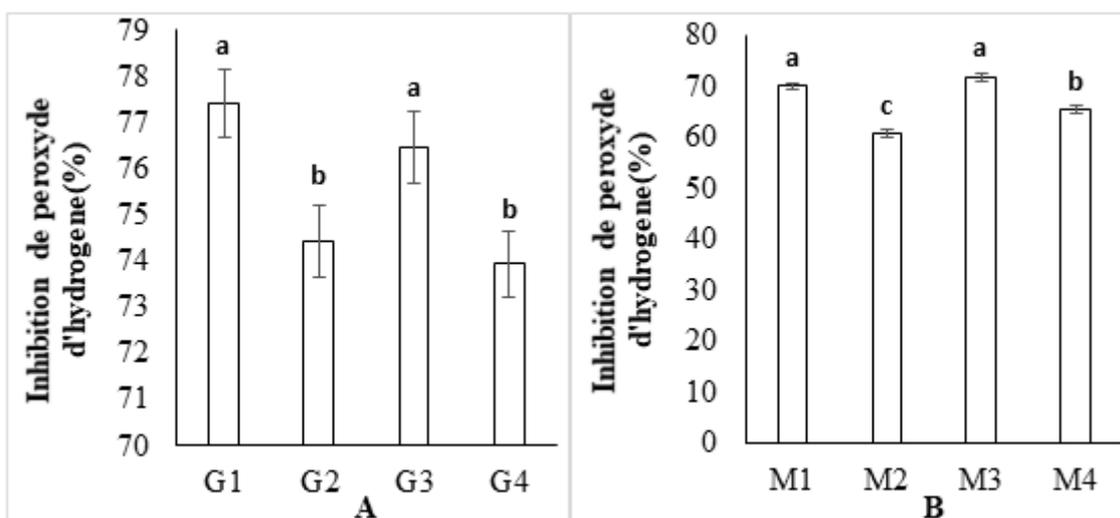


Figure 11: Taux d'inhibition du peroxyde d'hydrogène des extraits de grignons d'olives et des margines analysés.

Les lettres minuscules indiquent des différences significatives ($p < 0,05$) des échantillons analysés (a-c), les barres verticales représentent les écarts types.

L'étude statistique a révélé des différences significatives ($p < 0,05$) entre les extraits analysés. D'après les résultats obtenus, on constate que parmi les grignons d'olive analysés, les extraits de grignons G2 et G4 présentent les taux d'inhibition les plus faibles avec une moyenne de (74 %), suivi des extraits G1 et G3 qui exercent l'activité la plus élevée avec un taux d'inhibition moyen de (78 %). Quant aux margines, le taux le plus faible est noté dans les extraits M2 (61%), tandis que le pourcentage d'inhibition le plus élevé est enregistré dans les extraits M1 et M3 avec une moyenne de (71%).

L'étude menée par Wang et al. (2008) affirme que l'effet inhibiteur de l'espèce H_2O_2 est attribué aux composés phénoliques qui sont responsables du transfert d'électrons pour neutraliser le peroxyde d'hydrogène.

L'étude de la corrélation entre l'activité inhibitrice du peroxyde d'hydrogène et celle des composés phénoliques totaux a révélé une très faible corrélation and le cas des grignons avec un coefficient de 0,098, et une forte corrélation a été observée dans le cas des margines avec un coefficient de 0,957, indiquant ainsi l'influence du type et de la structure des composés phénoliques présents dans les extraits sur cette activité.

II. 3. Activité anti-radicalaire (contre le radical DPPH•)

L'activité anti radicalaire des grignons d'olive et des margines analysés est illustrée dans la (Figure 12).

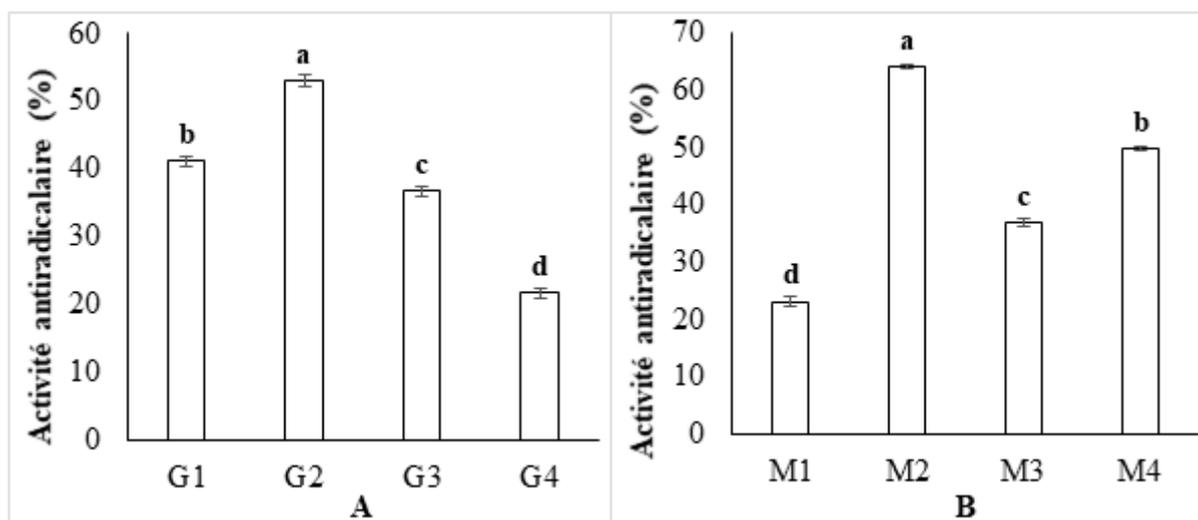


Figure 12: Activité anti-radicalaire des extraits de grignons d'olives (A) et des margines analysés (B).

Les lettres minuscules indiquent des différences significatives ($p < 0,05$) des échantillons analysés (a-d), les barres verticales représentent les écarts types.

L'analyse statistique a montré des différences significatives ($p < 0,05$) de l'activité anti radicalaire entre les extraits étudiés. D'après les résultats obtenus, l'extraits de grignon d'olive G4 exercent l'activité la plus faible avec une teneur de (22 %), tandis que l'extrait de grignon G2 exerce la meilleure activité anti-radicalaire (53%).

L'activité anti-radicalaire des grignons d'olive analysés est inférieure à celle observée par **De Bruno et al. 2018**) dans leur étude menée sur les grignons d'olives issus d'une variété italienne. Par ailleurs, ces résultats concordent avec ceux d'une étude menée par **Oboh, (2006)**.

Pour les margines, le faible taux d'inhibition des radicaux DPPH• est enregistré dans l'extraits M1 avec (23%), tandis que le pourcentage d'inhibition le plus élevé est enregistré dans l'extrait M2 avec un taux de (64%). Les margines analysées présentent des taux similaires à ceux obtenus par **Theodora-loanna et al. (2011)** qui ont mené une étude sur les margines.

L'activité anti-radicalaire a également montré une corrélation positive avec la teneur en composés phénoliques, avec des coefficients respectifs de 0,698 pour les grignons et 0,957 pour les margines. Ces résultats confirment le rôle significatif de tels composés dans le piégeage des radicaux libres.

II. 4. Activité chélatrice

L'évaluation statistique des données a montré des variations notables de l'activité chélatrice des échantillons analysés ($p < 0,05$) (**figure 13**).

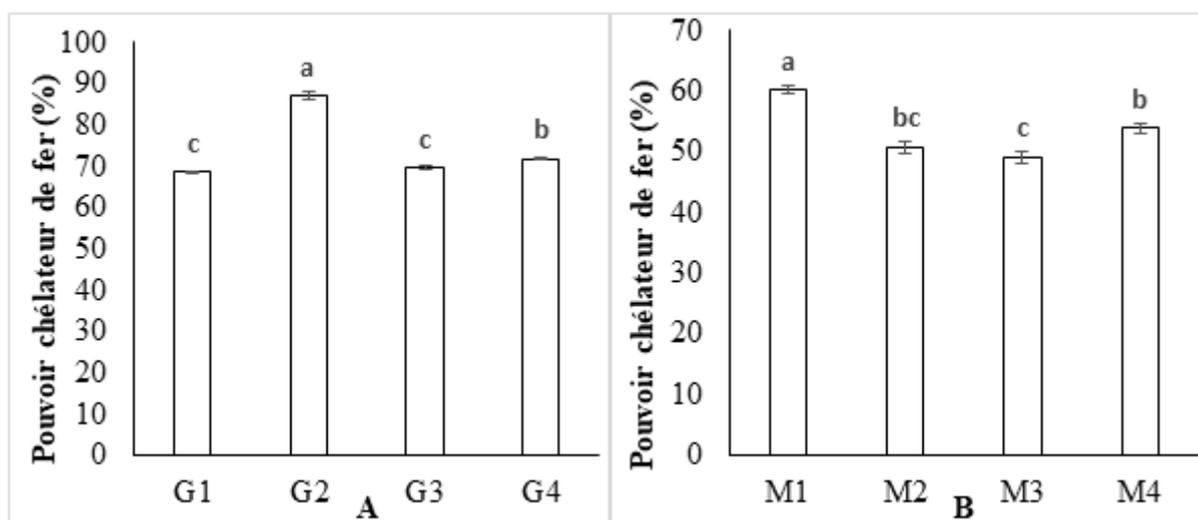


Figure 13: Pouvoir chélateur du fer des extraits de grignons d'olives (A) et des margines analysés (B).

Les lettres minuscules indiquent des différences significatives ($p < 0,05$) des échantillons analysés (a-c), les barres verticales représentent les écarts types.

Tous les échantillons exercent une activité chélatrice, où les extraits G1 et G3 présentent l'activité chélatrice la plus faible avec une moyenne de (69%), Tandis que l'activité chélatrice la plus élevée est observée dans l'extrait de grignon d'olive G2 avec un taux d'activité maximale de (87 %).

Les différences constatées entre les échantillons analysés pourraient être dues aux propriétés structurales des composés antioxydants présents dans les extraits de grignon d'olives (**Soufi et al., 2014**) puisque la capacité de chélation des métaux dépend du nombre et de la position des groupements hydroxyles des composés phénoliques (**Wang et al., 2008**).

Et ce qui concerne les margines, le pourcentage le plus faible est enregistré dans l'extrait M3 (49 %), tandis que l'extrait M1 exerce la meilleure activité avec un taux de (60 %).

L'analyse de la corrélation entre les composés phénoliques et l'activité chélatrice du fer a révélé une corrélation modérée avec des coefficients de 0,518 pour les grignons et de 0,520 pour les margines, confirmant la capacité de tels composés à former des complexes avec des ions métalliques.

Conclusion

L'étude menée sur les sous-produits de l'industrie oléicole, en particulier les grignons d'olive et les margines, met en lumière leur potentiel considérable en tant que source naturelle de composés phénoliques exerçant une multitude d'activité biologique notamment antioxydante. Grâce à la présence de telles substances, ces sous-produits, souvent considérés comme des déchets peuvent être valorisés dans divers domaines, tels que la cosmétique et les compléments alimentaires, en raison de leurs propriétés antioxydantes et de leurs bienfaits pour la santé.

Les résultats obtenus montrent des variations significatives dans la teneur en composés phénoliques, en *ortho*-diphenols, en flavonoïdes, de même que pour l'activité antioxydante des différents échantillons de grignons et de margines analysés. Ces différences sont attribuées à plusieurs facteurs, dont les conditions d'extraction, l'origine des échantillons.

Les grignons d'olive G2 et G1 ont montré les plus faibles concentrations en composés phénoliques totaux, tandis que ceux de G3 et G4 renferment les teneurs les plus élevées. Les margines ont également révélé des variations notables, les concentrations les plus faibles ont été enregistrées dans les extraits M4 et M2, contrairement à ceux de M1 et M3 qui présentent les teneurs les plus élevées. Les *ortho*-diphenols et les flavonoïdes ont présenté des tendances similaires, soulignant l'influence des conditions de production et de traitement.

L'évaluation de l'activité antioxydante à travers les tests adoptés (pouvoir réducteur, inhibition du peroxyde d'hydrogène, activité anti-radicalaire et activité chélatrice) a révélé des capacités d'activité variables entre les échantillons. L'extrait G2 a montré la meilleure activité antioxydante, se distinguant par la plus forte activité réductrice, anti-radicalaire et chélatrice.

Concernant les margines, l'extrait M1 a montré la meilleure activité antioxydante globale, avec la plus forte activité chélatrice et une forte activité réductrice.

Les résultats confirment que les sous-produits de l'oléiculture, notamment les grignons d'olive et les margines, sont une source considérable en composés phénoliques jouant un rôle d'antioxydants, qui peuvent être exploités pour des applications intéressantes. Cette valorisation de telles ressources naturelles pourrait contribuer significativement à réduire les problèmes environnementaux dont ils sont responsables et d'offrir ainsi des opportunités économiques pour les pays producteurs.

Afin de compléter la présente étude, il serait intéressant d'approfondir les recherches sur l'analyse qualitative de ces composés bioactifs, ainsi que des essais d'application comme ingrédient dans diverses formulations alimentaires et/ou cosmétiques.

Références bibliographiques

A

Aissam, H., Errachidi, F., Merzouki, M., et Benlemlih, M. (2002). Identification des levures isolées des margines et étude de leur activité catalase. Cahiers de l'Association Scientifique Européenne pour l'Eau et la Santé, 7 : 23-30.

Al Bawab, A., Ghannam, N., Abu-Mallouh, S., Bozeya, A., Abu-Zurayk, R. A., Al-Ajlouni, Y. A., et Abu-Dalo, M. A. (2018). Olive mill wastewater treatment in Jordan: A Review. In IOP Conference Series: Materials Science and Engineering .305:012002. IOP Publishing.

Alburquerque, J. A., González, J., Garcia, D., et Cegarra, J. (2004). Agrochemical characterisation of “alperujo”, a solid by-product of the two-phase centrifugation method for olive oil extraction. Bioresource technology, 91: 195-200.

Amiot-Carlin, M. J., Barberger-Gateau, P., Dallongeville, J., Dauchet, L., Delcourt, C., Demigné, C., et Verger, P. (2007). Consommation de fruits et légumes et santé. Les fruits et légumes dans l'alimentation : Enjeux et déterminants de la consommation. INRA, Paris, France, 21-171.

Atmani, D., Chaher, N., Berboucha, M., Ayouni, K., Lounis, H., Boudaoud, H., et Atmani, D. (2009). Antioxidant capacity and phenol content of selected Algerian medicinal plants. Food chemistry, 112: 303-309.

Attard, K., Oztop, M. H., et Lia, F. (2022). The effect of hydrolysis on the antioxidant activity of Olive mill waste. Applied Sciences (Basel, Switzerland), 12: 12187.

Ayoub, S. (2017). Management of olive by-products in Jordan. In Ensuring sustainability of Jordanian olive sector conference. Amman, Jordan .24-25.

Azzam, M. O., Al-Malah, K. I., et Abu-Lail, N. I. (2004). Dynamic post-treatment response of olive mill effluent wastewater using activated carbon. Journal of Environmental Science and Health, Part A, 39: 269-280.

B

Balasundram, N., Sundram, K., et Samman, S. (2006). Phenolic compounds in plants and agri-industrial by-products: Antioxidant activity, occurrence, and potential uses. *Food chemistry*, 99: 191-203.

Beta, T., Nam, S., Dexter, J. E., et Sapirstein, H. D. (2005). Phenolic content and antioxidant activity of pearled wheat and roller- milled fractions. *Cereal chemistry*, 82: 390-393.

Bianchi, G. (2003). Lipids and phenols in table olive. *Journal Lipid Science Technology* 105 :229-242.

Borja, R., Banks, C. J., et Alba, J. (1995). A simplified method for determination of kinetic parameters to describe the aerobic biodegradation of two important phenolic constituents of olive mill wastewater by a heterogeneous microbial culture. *Journal of Environmental Science & Health Part A*, 30: 607-626.

Boskou, D. (2006). Olive oil: chemistry and technology. AOCS Publishing.

Boskou, D. (2009). Other important minor constituents. Olive oil. *Minor constituents and health*, 45-54.

Briante, R., Patumi, M., Febbraio, F., et Nucci, R., (2004). Production of highly purified hydroxytyrosol from *Olea Europaea* leaf extract biotransformed by hyperthermophilic β -glycosidase. *Journal of Biotechnology* 111 : 67-77.

C

Calabrese, G. (2002). Effets de l'huile d'olive vierge extra sur la santé. *Olivae*, 93 :29-30.

Casa, R., D'Annibale, A., Pieruccetti, F., Stazi, S. R., Sermanni, G. G., et Cascio, B. L. (2003). Reduction of the phenolic components in olive-mill wastewater by an enzymatic treatment and its impact on durum wheat (*Triticum durum* Desf.) germinability. *Chemosphere*, 50: 959-966.

Chandra, M., et Sathiavelu, S. (2009). Waste management in the olive oil industry in the Mediterranean region by composting. *Clean Technologies and Environmental Policy*, 11: 293-298.

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

Conseil Oléicole International, (2017). Norme commerciale applicable aux huiles d'olives et aux grignons d'olives.

Conseil Oléicole International, (2023). Norme commerciale applicable aux huiles d'olives et aux grignons d'olives.

Criado, M. N., Morelló, J. R., Motilva, M. J., et Romero, M. P. (2004). Effect of growing area on pigment and phenolic fractions of virgin olive oils of the Arbequina variety in Spain. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 81: 633.

Cuvelier, M-E., et Martel, P. (2002). Additifs et auxiliaires de fabrication dans les industries agroalimentaires In « Additifs antioxygènes ». 3ème édition. TEC&DOC. Lavoisier.

D

Dahdah, P., R. Cabizza, M. G. Farbo, C. Fadda, A. Mara, G. Hassoun et A. Piga (2024). Improving the Rheological Properties of Dough Obtained by Partial Substitution of Wheat Flour with Freeze-Dried Olive Pomace. *Foods* 13 : 478.

De Bruno, A., Romeo, R., Fedele, F. L., Sicari, A., Piscopo, A., et Poiana, M. (2018). Antioxidant activity shown by olive pomace extracts. *Journal of Environmental Science and Health, Part B*, 53: 526-533.

Della Greca, M., Providerl. Temssi F., et Carrelli, A. (2004). Low molecular-weight components of olive oil mill wastewater. *Phytochemical Analysis.*, 15 : 184-188

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

Difonzo, G., Aresta, A., Cotugno, P., Ragni, R., Squeo, G., Summo, C., et Caponio, F. (2021). Supercritical CO₂ extraction of phytochemicals from olive pomace subjected to different drying methods. *Molecules*, 26 : 598.

Ducom, G, Gautier, M, Pietraccini, M, Tagutchou, JP, Lebouil, D, Dumont, N, et Gourdon, R, (2019). Caractérisation de grignons d'olives en vue d'une valorisation thermochimique par gazéification. *Déchets Sciences et Techniques*. 82 :42- 54.

Dupont, F., et Guignard, J.L. (2007). Botanique systématique moléculaire, Edition Elsevier Masson. 14e édition révisée, 285.

Dutta, D., Chaudhuri, U. R., et Chakraborty, R. (2005). Structure, health benefits, antioxidant property and processing and storage of carotenoids. *African Journal of Biotechnology*, 4.

E

El Abassi, A., et Hafidi, A. (2012). Phenolic profile and antioxidant activities of mill wastewater. *Food chemistry*, 132: 406-412.

Elayeb, R., Njehi, M., Majdoub, H., Trigui, M., et Achour, S. (2021). Optimization of the electrocoagulation process by central composite design for olive mill wastewater decolorization and removal of polyphenols. *International Research Journal Advance Engineering Science*, 6 :182-200.

Enaime, G., Dababat, S., Wichern, M., et Lübken, M. (2024). Olive mill wastes: from wastes to resources. *Environmental Science and Pollution Research*, 1-28.

F

Faure, H., Fayol V., Galabert, C., Grolier, P., Le Moël, G., Steghens, J-P. Van Kappel, A., Fki, I., Allouche, N, et Sayadi, S. (2005). The use of Polyphenolics extract purified hydroxytyrosol and 3, 4 dihydroxyphenyl acetic acid from olive mill wastewater for the stabilization of refined oils: a potentiel alternative to synthetic antioxidants. *Food chemistry*, 39:197-204.

Fiedor, J., et Burda, K. (2014). Potential role of carotenoids as antioxidants in human health and disease. *Nutrients*, 6 : 466-488.

Fleyfel, L. M., Leitner, N. K. V., Deborde, M., Matta, J., et El Najjar, N. H. (2022). Olive oil liquid wastes–Characteristics and treatments: A literature review. *Process Safety and Environmental Protection*, 168: 1031-1048.

G

Gómez-Cruz, I., Cara, C., Romero, I., Castro, E., et Gullón, B. (2020). Valorisation of exhausted olive pomace by an eco-friendly solvent extraction process of natural antioxidants. *Antioxidants*, 9 : 1010.

Gómez- Cruz, I., del Mar Contreras, M., Romero, I., et Castro, E. (2024). Towards the Integral Valorization of Olive Pomace- Derived Biomasses through Biorefinery Strategies. *chemical and biochemical engineering Reviews*, 11: 253-277.

Gorzynik-Debicka, M., Przychodzen, P., Cappello, F., Kuban-Jankowska, A., Marino Gammazza, A., Knap, N., ... & Gorska-Ponikowska, M. (2018). Potential health benefits of olive oil and plant polyphenols. *International journal of molecular sciences*, 19: 686.

Graulet, B., Piquet, M., Duriot, B., Pradel, P., Hulin, S., Cornu, A., et Farruggia, A. (2012). Variations des teneurs en micronutriments de l'herbe des prairies de moyenne montagne et transfert au lait. *Fourrages*, 209 :59-68.

Gülçin, İ., Oktay, M., Küfrevioğlu, Ö. İ., et Aslan, A. (2002). Determination of antioxidant activity of lichen *Cetraria islandica* (L) Ach. *Journal of ethnopharmacology*, 79: 325-329.

H

Haddadin, M. S., Al-Natour, R., Al-Qsous, S., et Robinson, R. K. (2002). Bio-degradation of lignin in olive pomace by freshly-isolated species of Basidiomycete. *Bioresource technology*, 82: 131-137.

Haddam, M., Chimi, H., El-Antari, A., Zahouily, M., Mouhibi, R., Zaz, A., Ibrahimi, M. et Amine, A. (2014). Caractérisation physico-chimique et stabilité oxydative des huiles d'olive des variétés Picholine marocaine, Haouzia, Koroneiki et Arbéquine de la région oléicole centrale du Maroc (Chaouia-Ouardigha). *OLIVÆ*, 119: 23-35.

Häkkinen, S. (2000). Flavonols and phenolic acids in berries and berry products. *Kuopion yliopisto*.

Hamdi, M., et Ellouz, R. (1993). Treatment of detoxified olive mill wastewaters by anaerobic filter and aerobic fluidized bed processes. *Environmental Technology*, 14: 183-188.

Hastya, A. H., Gruena, M. L., Terry, E. S., Surmia, B. K., Atkinson, R. D., Gaob, L. et Morrow, J. D. (2007). Effects of vitamin E on oxidative stress and atherosclerosis on an obese hyperlipidemic mouse model. *Journal of nutritional Biochemistry*, 18:127-133.

J

Jamrah, A., Al-Zghoul, T. M., et Darwish, M. M. (2023). A comprehensive review of combined processes for olive mill wastewater treatments. *Case Studies in Chemical and Environmental Engineering*, 100493.

K

Kahkonen, M.P., Hopia, A.I., Vuorela, H.J., Rauha, J.P., Pihlaja, K., Kujala, T.S. et Heinonen, M. (1999). Antioxidant activity of plant extracts containing phenolic compounds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47:3954-3962.

Khdair, A., et Abu-Rumman, G. (2020). Sustainable environmental management and valorization options for olive mill byproducts in the Middle East and North Africa (MENA) region. *Processes*, 8: 671.

Kim, D.O., Chun, O.K., Kim, Y.J., Moon, H-Y. et Lee, C.Y. (2003). Quantification of polyphenolics and their antioxidant capacity in fresh plums. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51: 6509-6515.

Krinsky, N.I., Mayne, S.T., et Sies, H. (2004). Carotenoids in Health and Disease. Edition : illustrated. CRC Press.568.

L

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

Li, H. B., Cheng, K. W., Wong, C. C., Fan, K. W., Chen, F., et Jiang, Y. (2007). Evaluation of antioxidant capacity and total phenolic content of different fractions of selected microalgae. *Food chemistry*, 102 : 771-776.

M

MADR. (2021). Service statistique du ministère de l’agriculture. Algérie.

Mardokić, A., Maldonado, A. E., Klosz, K., Molnár, M. A., Vatai, G., et Bánvölgyi, S. (2023). Optimization of conditions for microwave-assisted extraction of polyphenols from olive pomace of Žutica variety: Waste valorization approach. *Antioxidants*, 12 : 11-75.

McDonald, S., Prenzler, P.D., Antolovich, M., Robards, K., (2001). Phenolic content and antioxidant activity of olive extracts. *Food Chemistry*, 73 : 73–84.

Medouni-Haroune, L., Zaidi, F., Medouni-Adrar, S., et Kecha, M. (2018). Olive pomace: From an olive mill waste to a resource, an overview of the new treatments. *Journal of Critical Reviews*, 5: 1-6.

Montenegro, L., Rapisarda, L., Ministeri, C., et Puglisi, G. (2015). Effects of lipids and emulsifiers on the physicochemical and sensory properties of cosmetic emulsions containing vitamin E. *Cosmetics*, 2: 35-47.

N

Nahal Boudierba, N., Kadi,H., Moghtet, S., Meddah, B et Moussaoui, A. (2012). Antibacterial activity and phytochemical screening of *Olea europaea* leaves from Algeria. *Open Conference Proceedings Journal*. 3 : 66-69.

Nefzaoui, A. (1991). Valorisation des sous-produits de l'olivier. *Options Méditerranéennes*, 16: 101-108.

Nichenametla, S.N., Targuscio, T.G., Barney, D.L., et Exon, J.H. (2006). A Review of the Effects and Mechanisms of Polyphenolics in Cancer. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 46 :161-183.

Nunes, M. A., Costa, A. S., Bessada, S., Santos, J., Puga, H., Alves, R. C., et Oliveira, M. B. P. (2018). Olive pomace as a valuable source of bioactive compounds: A study regarding its lipid-and water-soluble components. *Science of the total environment*, 644, 229-236.

O

Oboh, G., (2006). Antioxidants properties of some commonly consumed and underutilized tropical legumes. *European Food Research and Technology*, 224: 61-65.

P

Pietta, P-G. (2000). Flavonoids as antioxidants. *Journal of Natural Products* 63, 1035-1042.

R

Rhizopoulou, S. (2007). *Olea europaea* L. A botanical contribution to culture. *American-Eurasian Journal of Agricultural., Environmental Sciences*. 2: 382-387.

- Ribeiro, T. B., Oliveira, A. L., Costa, C., Nunes, J., Vicente, A. A., et Pintado, M. (2020).** Total and sustainable valorisation of olive pomace using a fractionation approach. *Applied Sciences*, 10 :67-85.
- Ribéreau-Gayon, J., Peynaud, E., Sudraud, P., et Ribéreau-Gayon, P. (1982).** Sciences et techniques du vin. Analyse et contrôle des vins. Dunod, 645.
- Rice-Evans, C. (1999).** Screening of phenolics and flavonoids for antioxidant activity. In *Antioxidant food supplements in human health*. Academic Press.239-253.
- Richter, G. (1993).** Métabolisme des végétaux : physiologie et biochimie. In : *Composés phénoliques*. Ed : presses polytechniques et universitaires romandes.
- Roig, A. ML., Cayuela, MA., Sánchez-Monedero (2006).** An overview on olive mill wastes and their valorization methods. *Waste Manage* 26 :960–969.
- Rojas, D., Della Pelle, F., Del Carlo, M., Fratini, E., Escarpa, A., Compagnone, D. (2019).** Nanohybrid carbon black-molybdenum disulfide transducers for preconcentration-free voltammetric detection of the olive oil o-diphenols hydroxytyrosol andoleuropein. *Microchimica Acta*, 186 : 363.
- Roselló-Soto, E., Koubaa, M., Moubarik, A., Lopes, R. P., Saraiva, J. A., Boussetta, N., et Barba, F. J. (2015).** Emerging opportunities for the effective valorization of wastes and by-products generated during olive oil production process: Non-conventional methods for the recovery of high-added value compounds. *Trends in Food Science & Technology*, 45: 296-310.
- Ryan, D., et Robards, K. (1998).** Phenolic compounds in olives. *Analyst*, 123, 31R-44R.

S

- Sajjad, A., Mueed, A., Jahangir, M., Sammi, S., Zakki, S. A., Amin, A., et Zheng, H. (2024).** Evolution of olive farming, industry, and usage in Pakistan: A comprehensive review. *Journal of Agriculture and Food Research*, 101091.
- Sierra, J., Martí, E., Garau, M. A., et Cruañas, R. (2007).** Effects of the agronomic use of olive oil mill wastewater: field experiment. *Science of the total environment*, 378: 90-94.
- Soufi, O., Medouni-Haroune, L., Bachirbey, M., Medouni-Adrar, S., Idir, F., Heddad, T., et Makhoulf-Boulekbache, L. (2023).** Statistical optimization of ultrasound-assisted extraction of polyphenols from olive pomace. *Sustainable Chemistry and Pharmacy*, 36:101260.

Soufi, O., Romero, C., et Louaileche, H. (2014). *Ortho*-diphenol profile and antioxidant activity of Algerian black olive cultivars: Effect of dry salting process. *Food chemistry*, 157 :504-510.

T

Takaç, S., et Karakaya, A. (2009). Recovery of phenolic antioxidants from olive mill wastewater. *Recent Patents on Chemical Engineering*, 2: 230-237.

Talhaoui, N., Taamalli, A., Gomez-Caravaca, A.M., Ferná'ndez-Gutiérrez, A., Segura-Carretero, A., (2015). Phenolic compounds in olive leaves: analytical determination, biotic and abiotic influence, and health benefits. *Food Research International*. 77: 92108.

Theodora-loanna, L., Andrian E., Lazou., Vassilia J. Sinanoglon., Evangelos S., Lazos. (2011). Phenolic and antioxidant potential of olive mill wastewater. *Food chemistry*, 125 :92-98

Torrecilla, J. S., Aragón, J. M., et Palancar, M. C. (2006). Improvement of fluidized- bed dryers for drying solid waste (olive pomace) in olive oil mills. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 108: 913-924.

Tovar, M.J., Paz Romero M., Girona J et Motilva M.J, (2002). L-phenylalanine ammonia-lyase activity and concentration of phenolics in developing olive (*Olea europaea* Lcv *Arbequina*) fruit grown under different irrigation regimes. *Journal of Science of food and Agriculture*, 82: 892-898.

Turano, E., Curcio, S., De Paola, M.G., Calabrò, V., Iorio, G. (2002). An integrated centrifugation-ultrafiltration system in the treatment of olive mill wastewater. *Journal of Membrane Science* 209 :519-531.

V

Virgili, F., Kobuch L H., Noda Y., Cossins E. et Packer L. (1999). Procyanidins from *Pinus maritima* Bark: Antioxidant Activity, Effects on the Immune System, and Modulation of Nitrogen Monoxide Metabolism. *Antioxidant Food Supplements in Human Health*, 21, 323-342.

Vitali Čepo, D., Albahari, P., Zovko Končić, M., Radić, K., Jurmanović, S., et Jug, M. (2017). Solvent extraction and chromatographic determination of polyphenols in olive pomace. *Hrana u zdravlju i bolesti: znanstveno-stručni časopis za nutricionizam i dijetetiku*, 6: 7-14.

W

Wang, H., Gao, X. D., Zhou, G. C., Cai, L., et Yao, W. B. (2008). In vitro and in vivo antioxidant activity of aqueous extract from *Choerospondias axillaris* fruit. *Food Chemistry*, 106, 888–895.

Y

Yao, L. H., Jiang, Y. M., Shi, J., Tomas-Barberan, F. A., Datta, N., Singanusong, R., et Chen, S. S. (2004). Flavonoids in food and their health benefits. *Plant foods for human nutrition*, 59 :113-122.

Z

Zbakh, H., et El Abbassi, A. (2012). Potential use of olive mill wastewater in the preparation of functional beverages: A review. *Journal of Functional Foods*, 4: 53-65.

Zheng, W., et Wang, S.Y. (2003). Oxygen Radical Absorbing Capacity of Phenolics in Blueberries, Cranberries, Chokeberries, and Lingonberries. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51 :502-509.

Annexes

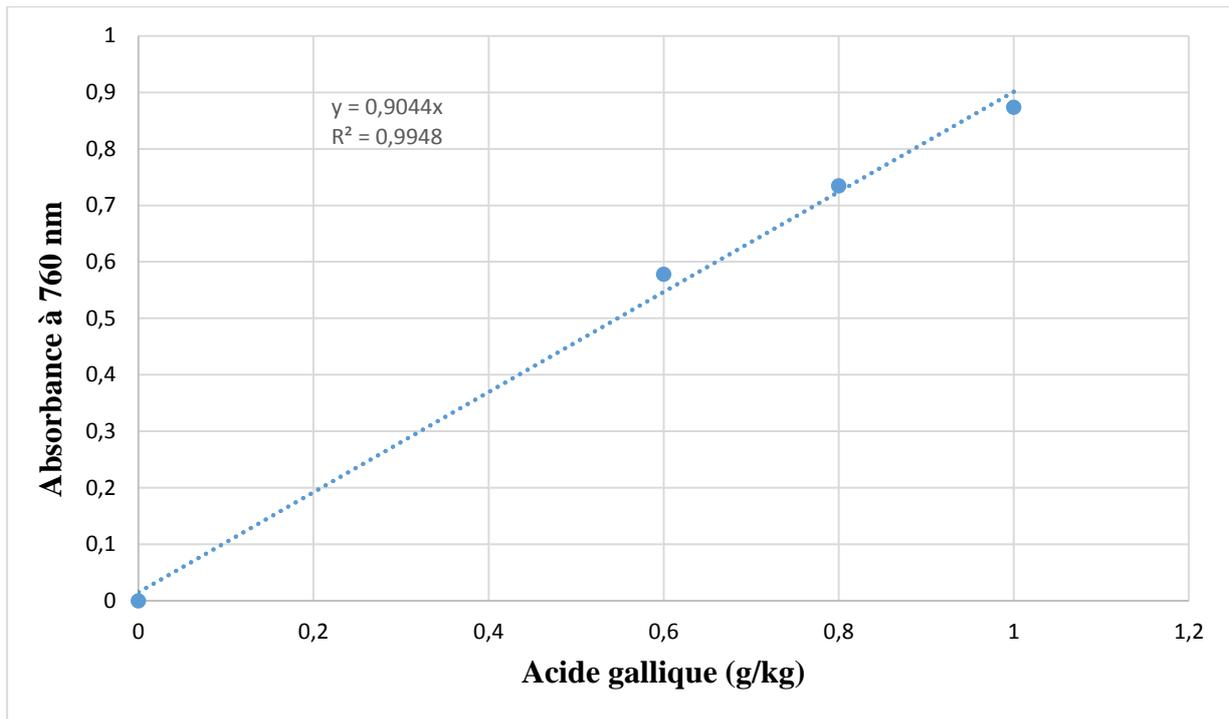


Figure I : Courbe d'étalonnage des composés phénoliques totaux.

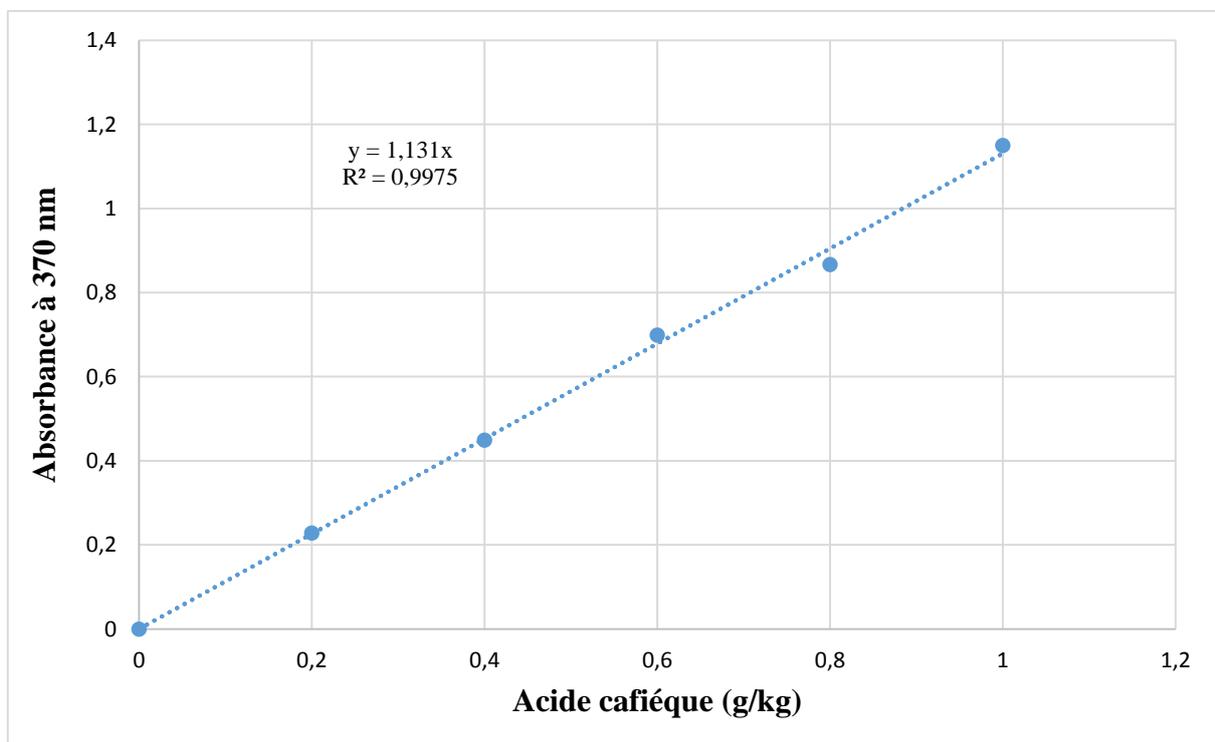


Figure II : Courbe d'étalonnage des *ortho*-diphenols.

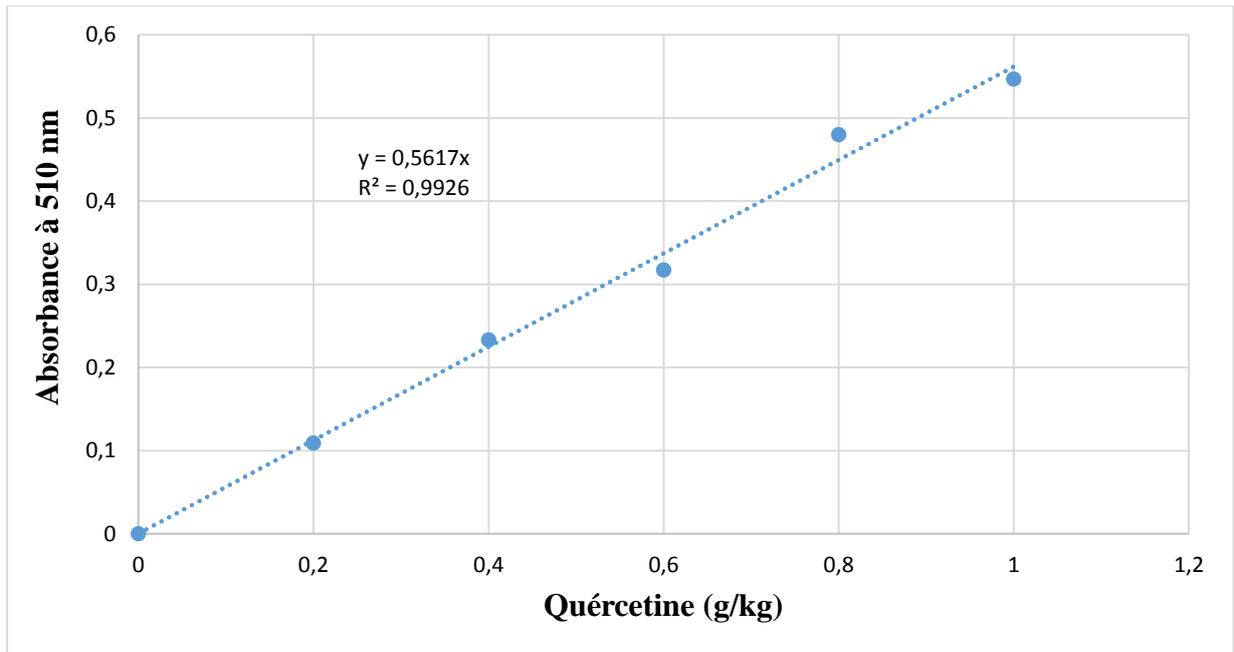


Figure III : Courbe d'étalonnage des flavonoïdes.

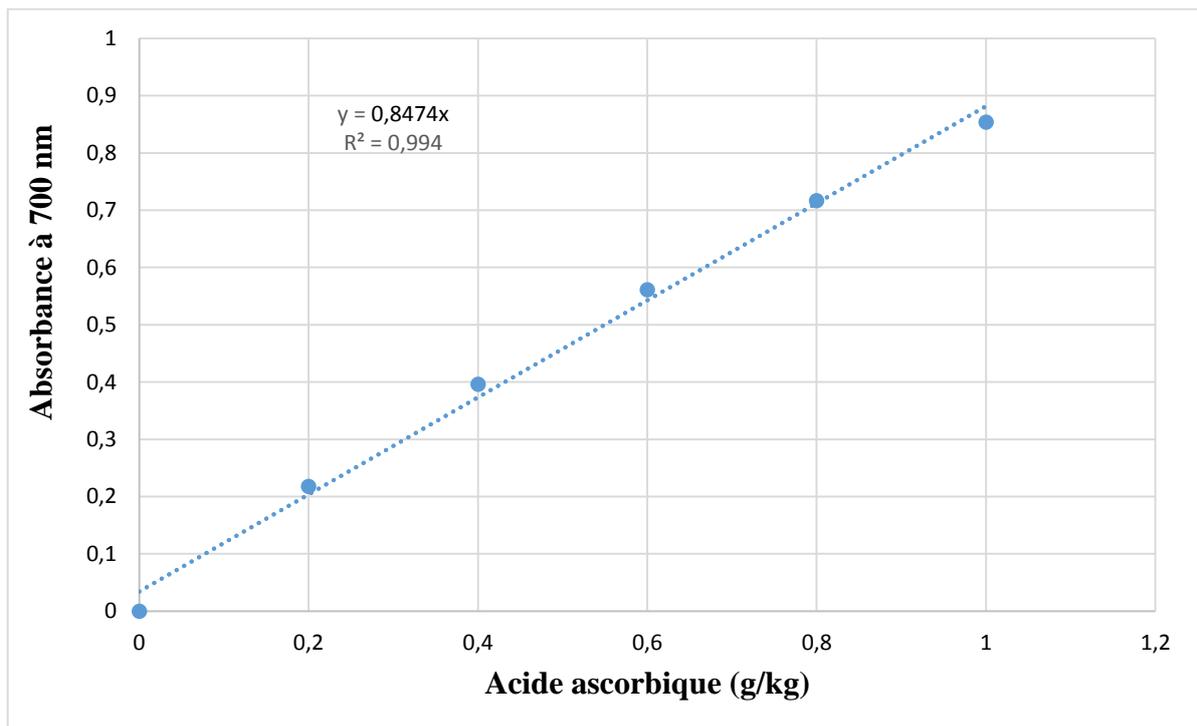


Figure IV : Courbe d'étalonnage du pouvoir réducteur.

Résumé

La présente étude porte sur l'extraction et l'analyse des composés phénoliques (composés phénoliques totaux, flavonoïdes et *ortho*-diphénols) de huit échantillons de sous-produits d'oléiculture de nature solide (grignons d'olive) et liquide (margines), ainsi que l'évaluation de l'activité antioxydante des extraits obtenus (pouvoir réducteur, inhibition du peroxyde d'hydrogène, activité anti-radicalaire et activité chélatrice). Les résultats montrent que les teneurs en composés phénoliques ainsi que l'activité antioxydante varient significativement en fonction de l'échantillon. L'étude a révélé la richesse des deux sous-produits (grignons et margines) en divers composés et exercent ainsi une activité antioxydante considérable. Ceci encourage leur valorisation par utilisation des extraits comme ingrédients dans les domaines alimentaire et/ou cosmétique.

Mots-clés : grignon d'olive, margines, antioxydant, extraction, activité antioxydante

Abstract

This study involved the extraction and analysis of phenolic compounds (total phenolics, flavonoids and *ortho*-diphenols) from eight samples of solid (olive pomace) and liquid (olive mill wastewater) olive by-products, and the evaluation of the antioxidant activity of the extracts obtained (reducing power, hydrogen peroxide inhibition, free radical scavenging activity and chelating activity). The results show that phenolic compound content and antioxidant activity vary significantly depending on the sample. The study revealed the richness of the two by-products (pomace and mill wastewater) in various compounds and thus exert considerable antioxidant activity. This encourages their valorization by using the extracts as ingredients in the food and/or cosmetics fields.

Key words: olive pomace, olive mill wastewater, antioxidant, extraction, antioxidant activity