

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

**Université Abderrahmane Mira –Bejaia**  
**Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie**  
**Département de Biologie Physico-Chimique**



# Mémoire de fin de cycle

*En vue de l'obtention du Diplôme de Master en  
Biochimie Appliquée*

## Thème

**Activité antioxydante de l'huile d'oléastre,  
huile d'olive commerciale Ifri et l'huile de  
tournesol ainsi que leurs coupages**

### Présenté par

M<sup>elle</sup> BENSALÉM Sara

M<sup>elle</sup> BOUCHEFFA Kahina

### Membres de jury

**Présidente :** M<sup>me</sup> TAMENDJARI S.

M.A.A Université A.Mira de Bejaia

**Promotrice:** M<sup>elle</sup> BOUCHEFFA S.

M.A.B Université A.Mira de Bejaia

**Examinatrices:** M<sup>elle</sup> CHERAFT N.

M.A.B Université A.Mira de Bejaia

M<sup>me</sup> ZEMOURI

M.A.B Université A.Mira de Bejaia

*Année universitaire 2013/2014*

# Remerciements

*Nous remercions le bon dieu le tout puissant de nous avoir donné la force nécessaire et la patience qui nous a permis de mener à bien ce modeste travail.*

*Nos vifs remerciements vont à notre promotrice M<sup>elle</sup> BOUCHEFFA Saliha, d'avoir bien voulu diriger ce travail, pour sa disponibilité, son assistance, ses conseils pertinents et ses recommandations continues pour nous. Que ces remerciements soient pour elle un faible témoignage de notre profonde gratitude.*

*Nous exprimons nos sincères gratitude, à M<sup>me</sup> TAMENDJARI S. pour l'honneur qu'elle fait de présider le jury et d'évaluer ce travail.*

*Nous adressons nos remerciements à l'égard de M<sup>me</sup> ZEMOURI S. et M<sup>elle</sup> CHERAFT N. qui nous ont fait l'honneur de juger ce travail.*

*Nous remercions en particulier Mr TAMENDJARI A. pour son accueil au laboratoire de Biochimie et pour son aide précieuse.*

*Nous remercions, également M<sup>elle</sup> MEDJKOUH Lynda pour son aide et ses conseils.*

*Nos remerciements les plus sincères et les plus chaleureux vont également à tous les enseignants de la faculté des sciences de la nature et de la vie.*

*Nos remerciements et nos sincères gratitude à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.*

# *Dédicaces*

*Je dédie ce modeste travail à mes très chers parents.*

*A mon unique frère adorable : Mounir.*

*A mes très chères sœurs : Meriem, Nadira et Rima.*

*A la mémoire de mon oncle Hmanou et mes deux grands-mères.*

*A mes grands-pères.*

*A mes oncles et tantes.*

*A mes cousins et cousines.*

*A tous les amis.*

*A mon binôme Sara et à toute sa famille.*

*A tous mes proches et à toutes personnes qui m'est chère au cœur.*

*Kahina*

# *Dédicaces*

*Avant Tout je tiens à remercier Dieu le plus puissant pour m'avoir donné la force et la patience afin de réaliser ce modeste travail.*

*Je dédie ce modeste travail*

*A mes très chers parents qui m'ont tout donné. Qui ont toujours été là pour moi.*

*A ma très chère sœur Radia, son mari A-Razzak et sa fille Lyly.*

*A mes chères sœurs Saida, Asma, Khadidja, Fatima.*

*A toute ma famille, A Toutes mes tantes en particulier ma tante Djamila.*

*A mon binôme Kahina et sa famille.*

*A tous mes amis, à tous ce qui m'aiment.*

*Je n'oublierai pas la promotion Biochimie Appliquée et mes nombreux amis que je ne peux tous citer ici.*

*Je Dédie ce modeste travail à tous ceux qui ont contribué de près et de loin pour que je réussisse dans mes études.*

*Sara*

# *Sommaire*

# Sommaire

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

---

**Introduction** ..... 1

---

## Synthèse bibliographique

I.L'huile d'olive .....	3
I.1.L'olivier .....	3
I.1.1.Historique de l'olivier .....	3
I.1.2.Botanique .....	3
I.1.2.1.Olivier sauvage ou oléastre .....	3
I.1.2.2.Olivier cultivé .....	3
I.1.3.Domestication de l'olivier .....	4
I.1.4.Répartition géographique dans le monde .....	4
I.1.5. Production de l'huile d'olive en Algérie .....	5
I.2. Définition de l'huile d'olive .....	5
I.3.Techniques de fabrication de l'huile d'olive .....	5
I.4.Classification de l'huile d'olive.....	6
I.5. Composition biochimique de l'huile d'olive .....	6
I.5.1.La fraction saponifiable .....	6
I.5.2.La fraction insaponifiable .....	7
II. L'huile de tournesol .....	10
II.1.Le tournesol.....	10
II.2. Composition de l'huile de tournesol .....	10
II.3. Le raffinage des huiles .....	11
II.3.1.Définition du raffinage .....	11
II.3.2.Les étapes du raffinage chimique des huiles végétales .....	11

II.3.3. Les étapes de raffinage enzymatique des huiles végétales.....	12
II.3.4.Effet du raffinage sur la composition de l'huile en quelques composés.....	12
III. Activité antioxydante de l'huile des huiles alimentaires .....	14
III.1. Antioxydants de l'huile de l'huile d'olive .....	14
III.2. Activité antioxydante de l'huile de tournesol .....	14
III.3. Méthodes d'évaluation de l'activité antioxydante des huiles .....	17
III.3.1.La méthode TEAC .....	17
III.3.2. La méthode DPPH .....	17
III.3.3. Dégradation du $\beta$ carotène par l'acide linoléique .....	18

---

## Partie pratique

---

### I. Matériel et Méthodes

I.1.Matériel végétal .....	19
I.2.Réalisation des coupages des huiles .....	19
I. 3.Détermination des indices de qualité des huiles.....	19
I.3.1.Mesure de l'acidité .....	19
I.3. 2.Indice de peroxyde .....	20
I.3.3.Absorbance spécifique dans l'Ultraviolet .....	20
I.4.Dosages des pigments .....	21
I.5.Dosage des composés phénoliques .....	21
I.5.1.Extraction des composés phénoliques .....	21
I.5.2.Dosage des polyphénols totaux .....	22
I.5.3.Dosage des <i>ortho</i> -diphénols .....	22
I.6. Etude de l'activité antioxydante .....	22
I.6.1.Activité antiradicalaire de l'huile contre le radical DPPH .....	22
I.6.2. Activité antiradicalaire des extraits méthanoliques contre le radical ABTS <sup>•+</sup> ...	23
I.6.3.Dégradation du $\beta$ -carotène par l'acide linoléique.....	24
I.7. Etude statistique.....	24

---

---

## II. Résultats et discussion

II.1. Indices de qualité des huiles .....	25
II.1.1 Acidité .....	25
II.1.2. Indice de peroxyde .....	26
II.1.3. Absorbance spécifique dans l'Ultraviolet .....	27
II.2. Pigments .....	29
II.2.1. Les chlorophylles .....	29
II.2.2. Les caroténoïdes .....	30
II.3. Dosage des composés phénoliques .....	31
II.3.1. Dosage des polyphénols totaux .....	31
II.3.2. Dosage des <i>ortho</i> -diphénols .....	32
II.4. Activité antioxydante .....	33
II.4.1. Activité antiradicalaire des huiles contre le radical DPPH .....	33
II.4.2. Activité antiradicalaire des extraits méthanoliques contre le radical ABTS <sup>·+</sup> .....	36
II.4.3. Dégradation du $\beta$ -carotène par l'acide linoléique .....	38
<hr/>	
<b>Conclusion</b> .....	<b>40</b>

---

### Références Bibliographiques

### Annexes

*Liste des abréviations*

**ABTS:** Acide 2,2'-azobis (3 enthlbenzothianzoline-6-sulfonique).

**A.G.P.I:** Acide Gras Poly Insaturé.

**ANOVA:** Analysis Of Variance.

**CE :** Commission Européenne.

**CEE :** Communauté Economique Européenne.

**COI :** Conseil Oléicole International.

**DPPH :** 2,2-DiPhényl-1 PicrylHydrazyl.

**E.A.C :** Equivalent en Acide Caféique.

**E.A.G :** Equivalent en Acide Gallique.

**EC<sub>50</sub> :** Concentration Efficace pour inhiber 50 % du radical DPPH.

**IP :** Indice de Peroxyde.

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

**K<sub>232</sub> :** Coefficient d'extinction spécifique à 232nm.

**K<sub>270</sub> :** Coefficient d'extinction spécifique à 270nm.

**Meq :** milliéquivalent.

**PAL :** L-Phénylalanine Ammonia Lyase.

**ppm :** particule par million.

**TEAC :** Trolox Equivalent Antioxydant Capacity.

**UV :** Ultra-Violet.

## Liste des figures

N° de figure	Titre de la figure	page
<b>1</b>	Distribution des formes sauvages et cultivée de l'olivier dans le bassin Méditerranéen.	<b>4</b>
<b>2</b>	Réaction de l' $\alpha$ tocophérol avec le radical lipidique peroxy (R, R' = groupe alkyl).	<b>15</b>
<b>3</b>	Mécanisme antioxydant de l'hydroxytyrosol par donation d'hydrogène.	<b>16</b>
<b>4</b>	Acidité des échantillons d'huiles étudiées.	<b>25</b>
<b>5</b>	Indice de peroxyde des échantillons d'huiles étudiées.	<b>26</b>
<b>6</b>	Absorbance à 232 nm des échantillons d'huiles étudiées.	<b>27</b>
<b>7</b>	Absorbance à 270 nm des échantillons d'huiles étudiées.	<b>28</b>
<b>8</b>	Teneur en chlorophylles des échantillons d'huiles étudiées.	<b>29</b>
<b>9</b>	Teneur en caroténoïdes des huiles étudiées.	<b>30</b>
<b>10</b>	Teneurs en polyphénols totaux des différents échantillons d'huiles.	<b>31</b>
<b>11</b>	Teneurs en <i>ortho</i> -diphénols des différents échantillons d'huiles.	<b>33</b>
<b>12</b>	Activité antiradicalaire (mgE.A.G/Kg) des échantillons d'huiles sur le radical DPPH.	<b>34</b>
<b>13</b>	Pourcentages d'inhibition du radical ABTS <sup>•+</sup> des extraits des différents échantillons d'huiles.	<b>36</b>
<b>14</b>	Activité antiradicalaire des extraits contre le radical ABTS <sup>•+</sup> exprimé en mgE.AG/Kg.	<b>37</b>
<b>15</b>	Pourcentage d'inhibition de la dégradation du $\beta$ -carotène par l'acide linoléique.	<b>38</b>

**Figures en Annexes**

<b>N° de figure</b>	<b>Titre de la figure</b>	<b>N° de l'annexe</b>
<b>1</b>	Courbe d'étalonnage pour le dosage des composés phénoliques.	<b>3</b>
<b>2</b>	Courbe d'étalonnage pour le dosage des <i>ortho</i> -diphénols.	<b>3</b>
<b>3</b>	Courbe d'équivalence des tocophérols pour l'activité antiradicalaire de l'huile contre le radical DPPH.	<b>3</b>
<b>4</b>	Courbe d'équivalence pour l'activité antiradicalaire de l'huile contre le radical DPPH.	<b>3</b>
<b>5</b>	Le pouvoir antiradicalaire des extraits méthanoliques contre le radical ABTS <sup>•+</sup>	<b>3</b>

**Liste des tableaux**

<b>N° des tableaux</b>	<b>Titre des tableaux</b>	<b>page</b>
<b>I</b>	Composition de l'huile d'oléastre en acide gras comparée à l'huile d'olive cultivée.	<b>7</b>
<b>II</b>	Composition de l'insaponifiable de l'huile de tournesol en composés mineurs.	<b>10</b>
<b>III</b>	Coupages des huiles.	<b>19</b>
<b>IV</b>	Concentrations efficaces 50% des échantillons d'huiles étudiées et des standards utilisés.	<b>35</b>

**Tableaux en Annexes**

<b>N° de tableau</b>	<b>Titre des tableaux</b>	<b>N° de l'annexe</b>
<b>I</b>	Les différentes catégories d'huile d'olive et leurs critères de qualité.	<b>1</b>
<b>II</b>	Composition de l'huile d'olive en acides gras.	<b>1</b>
<b>III</b>	Composition de l'huile de tournesol en acides gras.	<b>2</b>
<b>IV</b>	Valeurs énergétiques dans 100g d'huile de tournesol.	<b>2</b>
<b>V</b>	Matrice de corrélations.	<b>4</b>

# *Introduction*

## **Introduction**

Parmi les huiles végétales alimentaires, l'huile d'olive occupe une place importante dans l'alimentation traditionnelle des pays méditerranéens. C'est une huile de haute valeur et qui est pratiquement la seule huile végétale qui peut être consommée directement en l'état, appréciée pour sa saveur et ses caractéristiques nutraceutiques.

Visioli *et al.* (1998) et Visioli *et al.* (2000) affirment que l'huile d'olive est particulièrement appréciée en raison de sa forte teneur en acide oléique (C18 : 1), qui peut affecter les profils lipidique et lipoprotéique au niveau du plasma, et à sa richesse en composés phénoliques (principalement l'hydroxytyrosol, l'oleuropéine et le tyrosol), agissant comme antioxydants naturels, qui peuvent contribuer à la prévention contre le cancer et maladies cardiovasculaires.

Basant sur des données archéologiques, l'olivier a été domestiqué à partir de l'olivier sauvage (oléastre) au cours de l'ancien Néolithique dans le Proche-Orient (Galili, 1989). Des études récentes ont montré que l'oléastre qui appartient à la végétation naturelle des aires méditerranéennes, produit une huile de haute qualité comparable à celle des variétés cultivées les plus connues en terme de stabilité, composition en acides gras et en insaponifiable essentiellement les tocopherols et les composés phénoliques qui sont à l'origine de l'amertume de cette huile (Dabbou *et al.*, 2010 ; Hannachi *et al.*, 2012).

Une grande partie des recherches actuelles vise à enrichir les huiles alimentaires moins stables pour améliorer leurs qualités organoleptiques, leurs compositions et surtout leur stabilité et activité antioxydante (De Leonardis & Macciola, 2012). Grâce à ses caractéristiques, l'huile d'olive est l'une des huiles les plus utilisées pour réaliser des mélanges avec ces huiles alimentaires essentiellement avec l'huile de tournesol (Sánchez-Muniz *et al.*, 2009 ; De Leonardis & Macciola, 2012 ; Monfreda *et al.*, 2012). Des coupages (mélanges) entre variétés d'huiles d'olive sont également réalisés pour obtenir une huile d'olive de haute qualité organoleptique et sensorielle et essentiellement enrichir en antioxydant (Rahmani 2009 ; Ouni *et al.*, 2012).

En effet, les mélanges d'huiles d'olive et d'autres huiles végétales sont autorisés par la commission de l'Union Européen de la régulation du marketing (EU No. 29/2012). Selon des

normes du commerce Européen, une huile de coupage ne peut être lancée sur le marché si seulement, elle présente 50% ou plus d'huile d'olive.

Dans ce cadre, des essais de coupages issus d'une huile d'olive sauvage et deux huiles à savoir une huile d'olive commercial « Ifri » et une huile de tournesol seront intéressants afin de mettre au point des mélanges équilibrés en composés chimiques, principalement, en antioxydants.

La première partie de ce travail consiste en une synthèse bibliographique sur l'oléastre, l'olivier cultivé et l'huile de tournesol, leurs compositions chimiques, les antioxydants et les méthodes d'évaluation de la capacité antioxydante.

La deuxième partie, expérimentale, est consacrée à la réalisation des coupages, la détermination des indices de qualité des huiles, le dosage des composés phénoliques (polyphénols totaux et *ortho*-diphénols) et des pigments, ainsi que l'évaluation de l'activité antioxydante des huiles et des extraits méthanoliques des échantillons d'huiles étudiées.

# *Synthèse bibliographique*

## I. Huile d'olive

### I.1. L'olivier

#### I.1.1. Historique sur l'olivier

Depuis cinq mille ans, l'olivier est cultivé sur la rive orientale de la Méditerranée et les olives sont pressées pour en extraire l'huile. La Phénicie, l'Égypte et la Crète sont les pays producteurs à l'origine du commerce de l'huile d'olive. Pour s'étendre ensuite à l'Ouest et au Nord du bassin méditerranéen, puis ce fut le tour de l'Afrique du sud et de l'Australie (Stefanodaki & Koutsaftakis, 1995 ; Doveri & Baldoni, 2007).

#### I.1.2. Botanique

L'olivier est classé dans la famille des oléacées où l'on rencontre aussi le frêne et le lilas. Le genre est appelé *Olea* et comporte 30 espèces différentes réparties sur la surface du globe. L'espèce qui est cultivée dans le bassin méditerranéen est *Olea europea*, dans laquelle on rencontre l'oléastre ou olivier sauvage (*Olea europaea* var. *oleaster* ou *sylvestris*), et l'olivier cultivé (*Olea europea* var. *europea*) (Hannachi et al., 2010).

##### I.1.2.1. Olivier sauvage ou oléastre

L'oléastre « Azeboj en kabyle » est généralement un arbuste buissonneux, épineux à petites feuilles rondes ou légèrement allongées et à petits fruits sphériques qui contiennent peu d'huile. Il est assez répandu dans les maquis des régions méditerranéennes et forment même de vraies forêts en Espagne, en Algérie et en Asie Mineure (Carrion et al., 2010).

##### I.1.2.2. Olivier cultivé

L'olivier cultivé constitue dans la plupart des pays du bassin méditerranéen, la principale source fruitière, tant pour le nombre d'arbres cultivés que pour l'importance sociale et économique de sa culture et son rôle environnemental (Lumaret et al., 2004).

L'olivier cultivé est un arbre de 5 à 10 m de haut au tronc sinueux dont l'écorce est crevassée qui présente des feuilles lancéolées et des fruits de forme et de teneur en huile assez variables selon la variété considérée. Par l'action de l'homme et à l'issue de patients travaux de sélection, de nombreuses variétés ont été obtenues. Selon la destination des fruits de cet arbre, elles ont été classifiées en variétés à olives de table ou variétés à huile ou variétés dites à doubles fins (Breton et al., 2006).

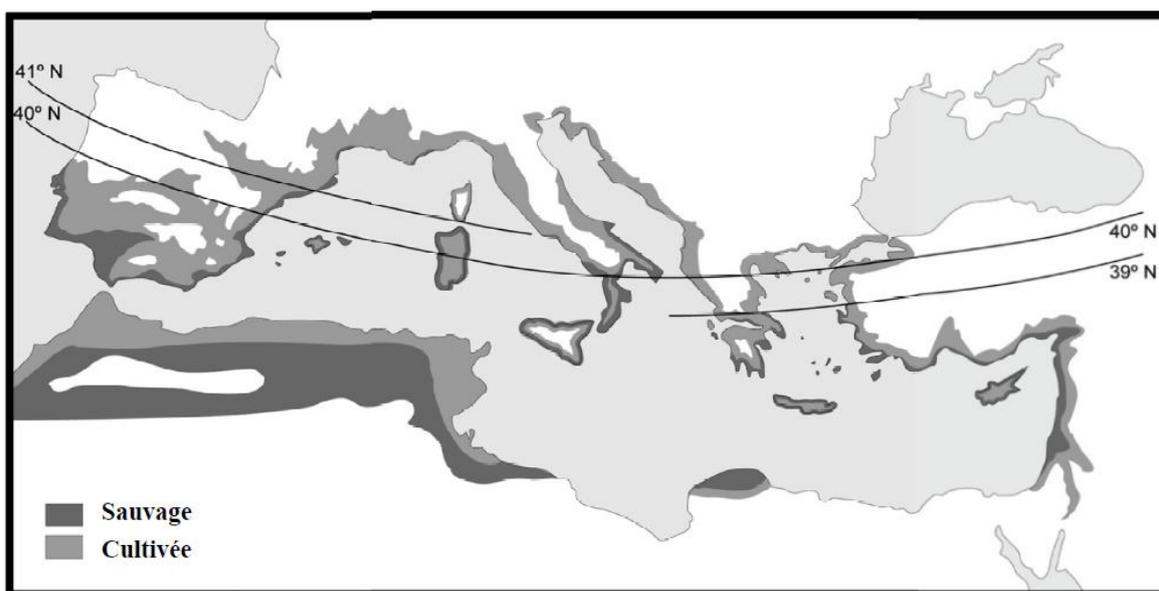
### I.1.3. Domestication de l'olivier

Selon les archéologues, la domestication de l'olivier aurait eu lieu entre 3800 et 3200 avant J-C. Des études archéo-biologiques et l'étude génétique des populations d'oléastres et des variétés d'oliviers montrent que la domestication s'est produite indépendamment dans plusieurs régions du bassin méditerranéen, et s'est très probablement réalisée sur une longue période (Zohary, 1995). Plusieurs études ont exhibé que l'olivier cultivé dérivait de la domestication de l'olivier sauvage ou l'oléastre, car ils partagent plusieurs ressemblances phénotypiques (Terral, 2000 ; Besnard *et al.*, 2001).

### I.1.4. Répartition géographique dans le monde

L'olivier et la production de l'huile, si caractéristiques pendant longtemps des pays du pourtour méditerranéen, concernent aujourd'hui des régions situées entre le 25<sup>e</sup> et le 45<sup>e</sup> degré de latitude Nord et Sud. Il est originaire des régions tropicales et chaudes, en particulier les zones côtières de la Méditerranée orientale, du Liban, parties maritimes de l'Asie Mineure, et le Nord de l'Iran jusqu'à l'extrémité sud de la mer Caspienne (Figure 1) (Zohary, 1995).

L'olivier pousse en zone semi-aride à climat tempéré, sur des sols bien drainés avec un pH au dessous de 8,5 et il est raisonnablement tolérant aux sols légèrement salins. Il montre une rusticité au froid et une tolérance aux températures aussi basses que -12°C (Doveri & Baldoni, 2007).



**Figure 1:** Distribution des formes sauvages et cultivée de l'olivier dans le bassin Méditerranéen (Zohary, 1995).

### **I.1.5. Production de l'huile d'olive en Algérie**

La culture de l'olivier revêt une importance non négligeable pour l'Algérie. Elle couvre plus de 200.000 ha et représente 49% du verger arboricole. Avec une production représentant 1,2% à 1,7% de la production mondiale (COI, 2013) elle ne produit qu'un tiers de ses capacités, ce qui la place loin derrière ses voisins immédiats le Maroc et la Tunisie. Cette production ne couvre qu'environ 5% des besoins de consommation en huiles alimentaires. D'après la direction des services agricoles (DSA), la wilaya de Bejaia a produit, à elle seule, 123317,24 hl pendant la saison oléicole 2013-2014.

### **I.2. Définition de l'huile d'olive**

L'huile d'olive est l'huile provenant uniquement du fruit de l'olivier (*Olea europea*) à l'exclusion des huiles obtenues par solvant ou par des procédés de réestérification et de tout mélange avec les huiles d'autres natures (COI, 2013).

L'huile d'olive vierge peut être considérée comme exemple d'aliments fonctionnels contenant une variété de composés qui peuvent contribuer à la totalité de ses caractéristiques thérapeutiques (Stark & Madar, 2002 ; Ollivier et *al.*, 2004).

### **I.3. Technique de fabrication de l'huile d'olive**

Le traitement des olives en vue de l'extraction de l'huile peut se faire par des moyens mécaniques (pression ou centrifugation). Divers systèmes d'extraction sont employés pour extraire l'huile d'olive (Chimi, 2006).

Les opérations préliminaires auxquelles doivent être soumises les olives avant l'extraction sont l'effeuillage et le lavage. Selon Chimi, (2006), les différentes étapes permettant l'extraction de l'huile sont les suivantes :

#### **a. Broyage**

Les olives propres sont soumises sans chauffage ni cuisson, à un broyage poussé qui vise à faire éclater la drupe pulpeuse gorgée d'huile, le concassage du noyau et l'écrasement de l'amande contenue.

## **b. Malaxage**

Cette opération vise à parfaire le broyage, à donner à la pâte un aspect bien homogène et augmenter le pourcentage d'huile « libre ». C'est aussi une étape d'attente avant l'opération suivante.

## **c. Séparation**

Les deux constituants de la phase liquide sont séparés par voie mécanique (le plus souvent par centrifugation). Cette dernière est réalisée dans une centrifugeuse qui donne d'une part l'huile d'olive et d'autre part, une phase aqueuse qui contient les constituants hydrosolubles de l'olive.

### **I.4. Classification de l'huile d'olive**

L'acidité, l'indice de peroxyde et l'absorbance dans l'UV caractérisent la catégorie d'appartenance d'une huile d'olive. Ces mesures représentent les paramètres de qualité de l'huile d'olive vierge. Les différentes catégories d'huile d'olive ainsi que les limites des critères de qualité établies par le COI, (2013), sont représentées dans le tableau I (Annexe1). Les paramètres de qualité et d'authenticité de l'huile d'olive sont influençables par plusieurs facteurs, à savoir : la variété, l'environnement, les techniques culturales et la technologie d'extraction. Toutefois, l'influence du facteur variétal reste la plus importante sur la qualité et la composition chimique des huiles d'olive produites sous des conditions adéquates de production et de trituration (Yousfi et *al.*, 2006).

### **I.5. Composition biochimique de l'huile d'olive**

Comme toutes les huiles végétales ; l'huile d'olive est composée de deux fractions : saponifiable et insaponifiable.

#### **I.5.1. La fraction saponifiable**

Cette fraction représente 99% de l'huile et elle est majoritairement constituée de triglycérides (98-99%) et d'acide gras (Velasco & Dobarganes, 2002).

Le principal acide gras de l'huile d'olive est l'acide oléique (C18 :1), un acide gras mono insaturé et représente 65 à 80% des acides gras de l'huile d'olive (Visioli et *al.*, 2002). Les limites de la composition en acide gras fixées par COI, (2013) sont résumées dans le tableau II (Annexe 1).

L'étude faite par Dabbou et *al.* (2011), sur la comparaison de la composition de l'huile d'olive et celle d'oléastre, montre qu'elles sont étroitement apparentées. La composition en acides gras de ces deux huiles est qualitativement identique (tableau I).

**Tableau I.** Composition de l'huile d'oléastre en acide gras comparée à l'huile d'olive cultivée (Dabbou et *al.*, 2011).

Acide gras	Symboles	Oléastre (%)	Huile de variété cultivée (%)
Acide palmitique	C16 :0	13,38	16,39
Acide palmitoléique	C16 :1	1,44	3,00
Acide heptadécanoïque	C17 :0	0,07	0,05
Acide heptadécénoïque	C17 :1	0,14	0,12
Acide stéarique	C18 :0	2,39	1,79
Acide oléique	C18 :1	66,27	66,92
Acide linoléique	C18 :2	13,78	10,38
Acide linoléinique	C18 :3	0,64	0,73
Acide arachidique	C20 :0	1,12	0,29
Acide gadoléique	C20 :1	0,22	0,37
Acide béhénique	C22 :0	0,50	0,15
Acide lignocérique	C24 :0	0,10	0,10

### I.5.2. La fraction insaponifiable :

Cette fraction représente 1% de l'huile d'olive et renferme une diversité de composants appelé également composés mineurs (Servili et *al.*, 2004).

Ces composés mineurs tels que les alcools, composés phénoliques, chlorophylles, caroténoïdes, stérols et tocophérols contribuent à la qualité organoleptique, le goût, la saveur et à la valeur nutritive de l'huile d'olive, ce qui peut distinguer ces huiles provenant de différentes régions de production et de variétés (Doveri & Baldoni, 2007).

#### I.5.2.1. Les stérols

Les stérols sont présents dans l'huile d'olive sous forme libre et estérifiée avec les acides gras. Leur quantité est environ 100 à 300 mg /100 g d'huile. Les principaux stérols de l'huile d'olive sont le  $\beta$ -sitostérol, le campésterol et le stigmastérol (Matos et *al.*, 2007). L'action des stérols est tout à fait considérable car il empêche l'absorption du cholestérol (Ollivier et *al.*, 2006).

### **I.5.2.2. Les hydrocarbures**

En général, les hydrocarbures sont présentés par le squalène qui est un triterpène, dont les quantités varient entre 500 et 780 mg/100g d'huile (Pardo et *al.*, 2007).

### **I.5.2.3. Les composés aromatiques**

Ce sont des composés qui contribuent au parfum et au goût particuliers de l'huile d'olive. Parmi ceux-ci les aldéhydes et les cétones qui sont des produits de dégradation des acides gras insaturés, et les hydrocarbures aliphatiques et aromatiques (Ollivier et *al.*, 2005).

### **I.5.2.4. Les tocophérols**

Les tocophérols sont des composés importants de l'huile d'olive en raison de leur contribution à la stabilité oxydative et aux qualités nutritionnelles (Owen et *al.*, 2004).

La teneur de l'huile d'olive vierge en tocophérols varie de 100 à 300 mg/Kg (Allalout et *al.*, 2009). 90 % des tocophérols se présentent sous la forme  $\alpha$ , qui est doté de la plus forte activité vitaminique (Psomiadou et *al.*, 2000).

D'après Baccouri et *al.* (2008), le contenu en tocophérols de l'huile d'oléastre varie de 309 à 782 mg /kg. L' $\alpha$  tocophérol est présente à des concentrations de 170 à 590 mg/kg, alors que la concentration des autres isoformes ne dépasse pas 100 mg /kg.

### **I.5.2.5. Les pigments**

La couleur de l'huile d'olive est le résultat d'une solubilisation de deux types de pigments lipophiles, les chlorophylles et les caroténoïdes présents dans le fruit source (Criado et *al.*, 2007).

Les teneurs en ces pigments sont en fonction de la variété, du degré de maturité des fruits, des conditions environnementales, des conditions d'extraction et notamment du stockage (Ben Tekaya & Hassouna, 2007).

#### **➤ Les Chlorophylles**

Les chlorophylles appartiennent à la famille des tetrapyroles, ce sont des photosensibilisateurs, acquièrent une activité prooxydante par formation de l'oxygène singulet causant ainsi la dégradation des propriétés organoleptiques de l'huile (Rahmani & Saad, 1989; Velasco & Dobarganes, 2002).

La teneur de l'huile d'olive en chlorophylles varie généralement de 0 à 20 ppm (Gandul-Rojas & Minguez Mosquera, 1996); celle rapportée pour des huiles d'oléastres varie de 1,9 à 4,04 mg/Kg (Baccouri et al., 2007 ; Dabbou et al., 2011).

Les chlorophylles a et b existent naturellement dans les olives fraîches; les phéophytines a et b présentent 40 à 80% des chlorophylles totaux de l'huile et sont formées durant le broyage et le malaxage des fruits suite à la libération d'acides (Minguez-Mosquera et al., 1990; Luaces et al., 2005; Criado et al., 2007 ).

#### ➤ Les caroténoïdes

L'huile d'olive vierge présente des teneurs variables en caroténoïdes allant de 5 à 10 mg/Kg dont 5 à 15% sont du  $\beta$ -carotènes (Giuffrida et al., 2007). Les principaux caroténoïdes présents dans l'huile d'olive sont la lutéine, le  $\beta$ -carotène et les xanthophylles (Roca & Minguez-Mosquera, 2001).

L'étude menée par Baccouri et al. (2008) sur l'évaluation de la composition de quelques huiles d'oléastres montre que les teneurs en caroténoïdes de l'huile d'oléastre varie de 1 à 4,2 mg/Kg.

#### I.5.2.6. Les composés phénoliques

Les composés phénoliques regroupent toute une gamme de substances diverses qui fait que l'huile d'olive possède un goût si différent des autres huiles. Mais s'ils sont aujourd'hui au centre de nombreuses études, c'est surtout pour leur potentiel en matière de prévention de la santé humaine (Vissers et al., 2004; Maiuri et al., 2005; Garcia-Villalba et al., 2010).

Une forte teneur en composés phénoliques semble constituer un attrait nutritionnel et donc pourrait favoriser une variété d'olive plutôt qu'une autre. Les teneurs usuelles pour une huile d'olive oscillent généralement entre 75 à 700 mg /Kg (Morello et al., 2005; Issaoui et al., 2007). Des teneurs se trouvant dans cet intervalle, ont été notées pour des huiles d'oléastres (Baccouri et al., 2008; Baccouri et al., 2010 ; Dabbou et al., 2011; Hannachi et al., 2012).

Les polyphénols les plus importants quantitativement dans l'huile d'olive sont le tyrosol, hydroxytyrosol, l'oleuropéine et le ligstroside. L'huile d'olive contient également d'autres molécules plus complexes comme des lignanes (Boskou, 2009).

## II. L'huile de tournesol

### II.1. Le tournesol

Le tournesol est une plante oléagineuse annuelle dont le nom scientifique est *Helianthus annuus* L. L'appellation tournesol provient de sa tendance à se tourner vers le soleil pendant la journée. Le genre *Helianthus* fait partie du groupe des Hélianthées à l'intérieur de la famille des Composées ou Astéracées (Ayerdi Gotor et *al.*, 2007).

### II. 2. Composition de l'huile de tournesol

L'huile de tournesol est composée essentiellement de triglycérides (98% à 99%) et dans une faible proportion de substances diverses regroupées sous le terme d'insaponifiables (Roche et *al.*, 2006).

Elle contient environ 60% d'oméga 6 et 20% d'oméga 9. Elle est de saveur neutre (Roche, et *al.*, 2004). Les variétés classiques de tournesol produisent des huiles riches en acide linoléique (C18:2  $\approx$  60%), à faible teneur en acide oléique (C18:1  $\approx$  20%) et pratiquement sans acide linoléique (C18:3  $<$  1%) (Lentz et *al.*, 2008 ; Werner et *al.* , 2010).

La composition de l'huile de tournesol en acide gras est représentée dans le tableau III (Annexe 2).

Outre les triglycérides, l'huile de tournesol contient une gamme de constituants qui sont importants pour le maintien de la santé. Ces constituants non glycéridiques des huiles, encore appelés constituants mineurs, ne sont mineurs que du point de vue de leurs concentrations qui représentent 1 à 5% par rapport aux triglycérides, tels que les phospholipides, alcools aliphatiques et triterpéniques, pigments, tocophérols et des stérols (Roche et *al.*, 2006 ; Fernandes & Cabral, 2007). Le tableau II montre la composition de l'huile de tournesol en insaponifiable.

**Tableau II.** Composition de l'insaponifiable de l'huile de tournesol en composés mineurs (Fernandes & Cabral, 2007).

Composés	Teneur
Stérols	350 mg/100g
Tocophérols	502 mg/kg
Hydracarbures	15-20 mg/100g
Triterpènes	100 mg/100g

## **II.3. Le raffinage des huiles**

### **II.3.1. Définition du raffinage**

Le raffinage est l'ensemble des opérations qui servent à transformer l'huile brute en un produit comestible en éliminant les impuretés qui le rendent impropres à la consommation en l'état (Ayerdi Gotor et *al.*, 2007). Il existe deux types de raffinage : raffinage chimique et enzymatique.

### **II.3.2. Les étapes du raffinage chimique des huiles végétales**

Les huiles peuvent avoir une destination alimentaire ou industrielle. Dans les deux cas elles doivent être traitées tant pour leur donner la qualité correspondant au but poursuivi que pour faciliter leur conservation (Pages, 2012).

Les huiles comestibles subissent un raffinage chimique plus complet que les autres huiles à destination industrielle. Les opérations essentielles du raffinage sont les suivantes :

#### **II.3.2.1. La déémucilagination**

Cette étape consiste à éliminer la partie majeure des phospholipides présents dans l'huile brute qui sont des substances naturelles provenant des graines végétales qu'il importe d'enlever totalement de l'huile pour qu'elle reste limpide (Werner et *al.*, 2010).

De l'eau acide est ajoutée à l'huile brute provoquant la précipitation des phospholipides avec formation de mucilages qui seront éliminés par centrifugation (Yang et *al.*, 2006).

#### **II.3.2.2. La neutralisation**

La neutralisation ou la désacidification consiste à éliminer les acides gras libres de l'huile déémucilaginée. Les techniques de neutralisation des huiles végétales les plus utilisées sont :

- La neutralisation chimique ou alcaline par la soude ou par la chaux (Bauer et *al.*, 2010).
- La neutralisation physique par distillation.

Outre l'élimination des acides gras libres, la neutralisation permet d'éliminer la totalité des phospholipides, les traces de métaux et les produits dégradés par oxydation (Cossut et *al.*, 2002).

#### **II.3.2.3. Décoloration des huiles végétales**

La décoloration succède à l'étape de neutralisation au cours du raffinage. C'est une opération qui vise à éliminer les pigments colorés que la neutralisation n'a que partiellement détruits. Elle fait intervenir un phénomène physique : l'adsorption sur des terres décolorantes,

du charbon actif, des silices spéciales ou des combinaisons de ces substances (Francois, 2001 Werner et *al.*, 2010).

#### II.3.2.4. La désodorisation

Ce traitement est destiné à éliminer les substances odorantes (essentiellement les composés soufrés) de l'huile décolorée. Cette opération est réalisée sous vide à haute température. Il s'agit, en effet, d'un entraînement à la vapeur d'eau sous vide de ces composés qui résultent de la dégradation de l'huile (Denise, 1992).

#### II.3.3. Les étapes de raffinage enzymatique des huiles Végétales

La déémulsionnement enzymatique est un type de procédé physique performant, qui produit des rendements en huile plus élevés. Elle consiste à transformer les phospholipides non hydratés en phospholipides hydratés insoluble dans l'huile sous l'action d'une phospholipase pouvant être éliminés par centrifugation (Pages et *al.*, 2010). Le procédé d'origine, ou déémulsionnement EnzyMax a été apporté pour la première fois en 1992 par la société d'ingénierie allemande Lurgi, qui a mis au point le procédé et crée une usine spéciale (Lentz et *al.*, 2008).

Le procédé d'EnzyMax comprend trois étapes importantes:

- **Porter les phospholipides à l'interface eau / huile**
  - Ajout de l'acide citrique pour chélater les métaux;
  - Emulsionner la mixture pour fournir de larges surfaces;
  - Ajuster le pH de l'huile à 5;
- **Réaction de l'enzyme**
  - Addition de la solution d'enzyme;
  - Convertir les phospholipides à la forme Lyso (phospholipides hydratés) ;
- **Séparation**

Centrifuger pour éliminer les gommages et l'eau de l'huile (Pages, 2012).

#### II.3.4. Effet du raffinage sur la composition de l'huile en quelques composés

La plupart des huiles alimentaires raffinées restent naturellement riches en antioxydants naturels même si une part significative présente dans les matières premières est perdue au cours de l'extraction et du raffinage des huiles, notamment pendant l'étape de désodorisation (Cuvelier & Maillard, 2012).

La teneur en tocophérols dans l'huile de tournesol est significativement affectée par le procédé de raffinage. En effet, les principaux facteurs affectant cette perte sont la température, la durée du chauffage, la pression et le flux d'air. De plus, ces composés sont sensibles à la lumière, au milieu alcalin et aux métaux. Pendant les différentes étapes de raffinage, la synergie de ces facteurs peut conduire à des pertes de 25 à 70% de la teneur totale en tocophérols (Tasan & Demirci, 2005). Cependant, les tocophérols sont des éléments clés pour la stabilité oxydative d'une huile ; la richesse d'huile de tournesol en  $\alpha$ -tocophérol permet de limiter son oxydation (Quiles et *al.*, 2002).

Les stérols sont également affectés par le procédé de raffinage. Selon Denise, (1992), une partie de ces composés est entraînée à la vapeur lors de l'étape de la désodorisation.

### III. Activité antioxydante des huiles alimentaires

#### III.1. Antioxydants de l'huile d'olive

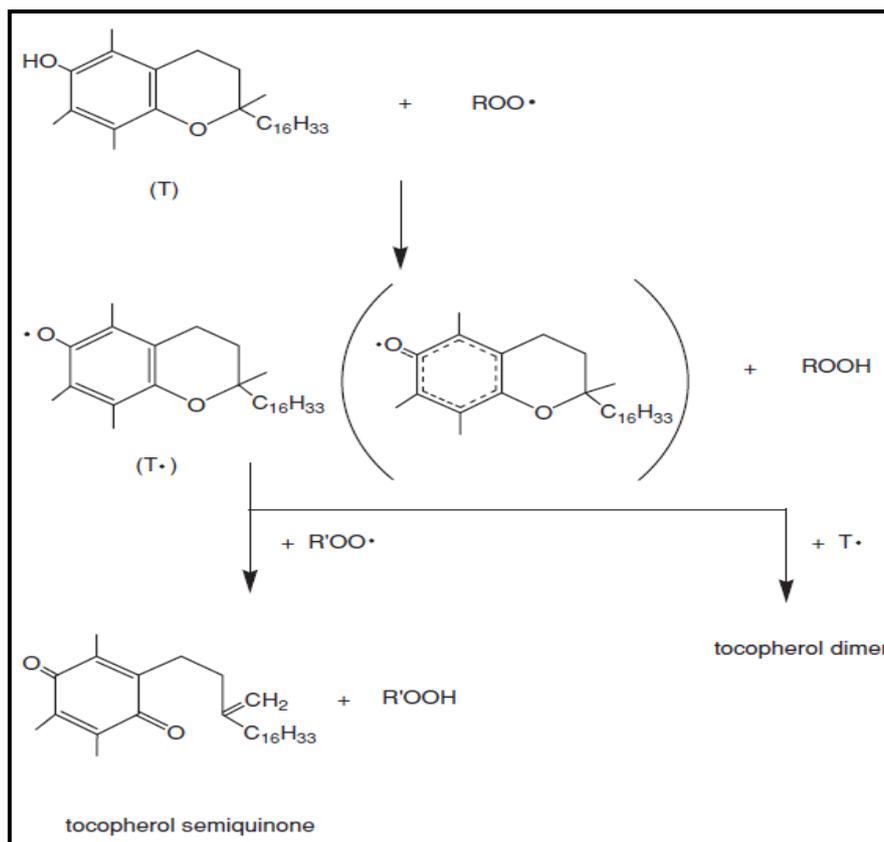
Un antioxydant est toute substance capable de retarder ou de ralentir le rancissement, la décoloration ou l'apparition de saveurs indésirables dues à l'oxydation. Ainsi l'antioxydant peut augmenter la durée de vie d'un aliment, réduire les pertes en vitamines ou en acides gras essentiels et surtout augmenter le taux d'agents antioxydants présents dans l'organisme, le protégeant ainsi des maladies dégénératives (Tripoli et *al.*, 2005 ; Carochó & Ferreira, 2013)

Différentes classes de composés caractérisés par une activité antioxydante ont été déterminés dans l'huile d'olive, à savoir, les tocophérols, les caroténoïdes, et particulièrement les composés phénoliques (Boskou, 2006). Ces antioxydants naturels exercent leurs activités par de nombreux mécanismes, prévenant ainsi l'initiation de la formation des radicaux libres, diminuant la concentration d'oxygène contenu dans l'huile et décomposant les peroxydes (Dais & Boskou, 2008).

##### III.1.1. Les tocophérols

Les tocophérols exercent leur effet antioxydant par de nombreux mécanismes biochimiques et biophysiques. Ils agissent soit comme donneurs d'électrons, retardant la réaction d'oxydation, ou comme accepteurs d'électrons agissant sur l'oxygène singulet, inhibant ainsi l'oxydation induite par ce dernier (Sebei et *al.*, 2007).

Les tocophérols protègent contre l'oxydation naturelle des acides gras, en particulier les acides gras polyinsaturés (AGPI). Une molécule de tocophérol peut protéger  $10^3$  à  $10^6$  molécules d'AGPI. L'activité antioxydante des tocophérols repose principalement sur l'existence du système de réduction tocophérol- tocophérylquinone (figure 2). En effet, une molécule de tocophérol peut réduire deux radicaux lipidiques en formant une molécule de l' $\alpha$  tocophérylquinone (Sebei et *al.*, 2007).

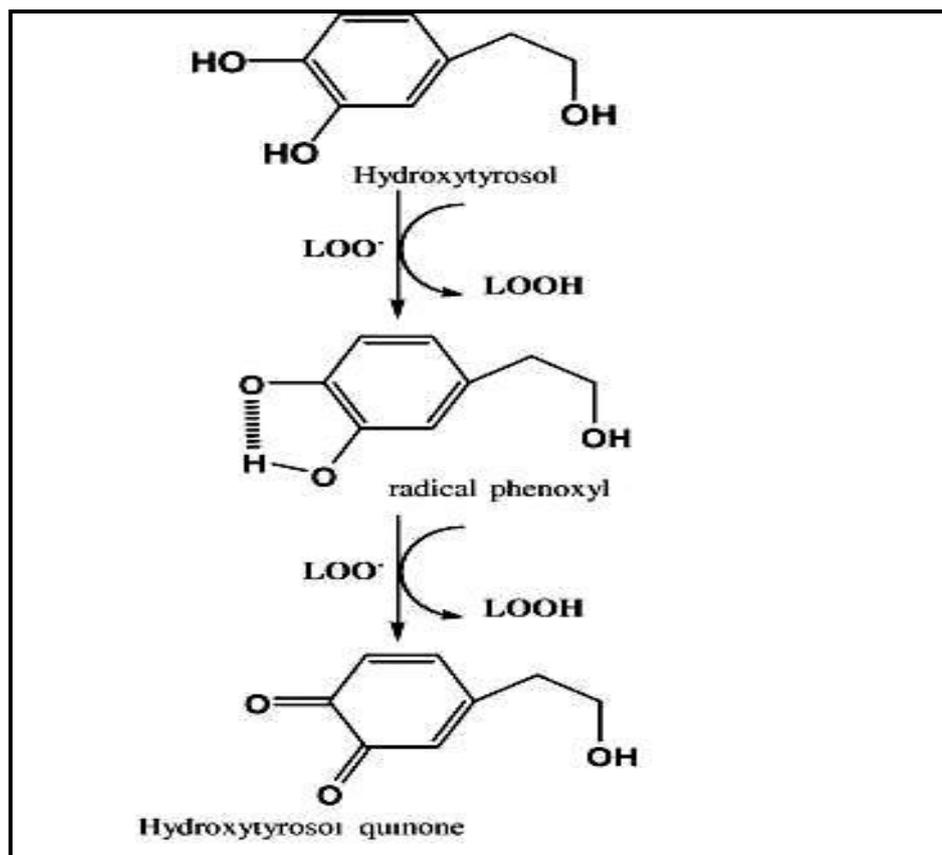


**Figure 2 :** Réaction de l' $\alpha$  tocopherol avec le radical lipidique peroxy (R, R'= groupe alkyl) (Choe & Min, 2009).

### III.1.2. Les composés phénoliques

Les composés phénoliques de l'huile d'olive, contribuent à l'activité antioxydante grâce à leurs propriétés redox les plus élevées. Les composés phénoliques agissent comme des agents réducteurs, donneur d'hydrogène en piégeant les radicaux libres et en chélatant les ions. Leurs propriétés antioxydantes sont dues à leur capacité à former une liaison hydrogène intramoléculaire entre l'hydrogène libre du groupement hydroxy et l'hydroxyle du radical phénoxy (figure 3), pour conduire à la formation d'une quinone (Visioli et Galli, 1998).

Les composés phénoliques peuvent exercer leurs effets de deux façons : directe et indirecte. La capacité d'un composé phénolique à agir directement comme un antioxydant dépend des propriétés redox de ses hydroxyles et l'agencement structurelles entre les différentes parties de sa structure chimique. Ils peuvent aussi exercer leurs effets de façon indirecte, en inhibant l'activité des enzymes de peroxydation, et en chélatant les métaux de transition qui accélèrent l'auto-oxydation des lipides (Yang et *al.*, 2001).



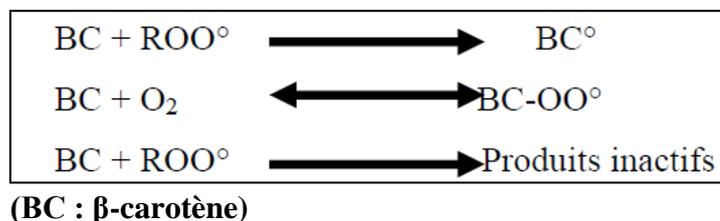
**Figure 3** : Mécanisme antioxydant de l'hydroxytyrosol par donation d'hydrogène (Visioli & Galli, 1998).

### III.1.3 Les caroténoïdes

En plus de leur rôle dans la pigmentation, les caroténoïdes participent modérément à l'activité antioxydante. Le plus important et le plus connu des caroténoïdes est le  $\beta$ -carotène (Fakourelis et *al.*, 1987; Rahmani et Saad, 1989).

Les caroténoïdes participent à l'activité antioxydante selon plusieurs mécanismes :

- Ils sont capables de bloquer les chaînes de réactions radicalaires selon les réactions suivantes :



- Ils empêchent l'initiation des réactions radicalaires en neutralisant l'oxygène singulet. (Fakourelis et *al.*, 1987; Rahmani et Saad, 1989).

### III. 2. Activité antioxydante de l'huile de tournesol

L'huile de tournesol possède un potentiel antioxydant non négligeable. En effet, l'ajout de cette huile dans l'alimentation de rats a entraîné une augmentation de la capacité antioxydante dans le sang après quatre semaines (Gorinstein et *al.*, 2002).

L'alpha-tocophérol est le principal composé antioxydant de l'huile de tournesol, bien que d'autres types de tocophérols soient présents en moindre quantité (Cabrini et *al.*, 2001). Le contenu en  $\alpha$ -tocophérol varie d'une huile à l'autre, et ce, en fonction des caractéristiques de la graine, du lieu et des conditions de culture et d'extraction (Quiles et *al.*, 2002).

D'après Quiles et *al.* (2002), plus le contenu en acides gras polyinsaturés des huiles de tournesol est élevé, plus le taux en vitamine E est élevée, qui les protège contre l'oxydation. C'est probablement ce contenu élevé en vitamine E qui permet à l'huile de tournesol de maintenir sa capacité antioxydante élevée lorsqu'on la chauffe à haute température.

### III.3. Méthodes d'évaluation de l'activité antioxydante des huiles

L'évaluation de l'activité antioxydante est faite par plusieurs méthodes physico-chimiques. Elles peuvent être classées en deux groupes selon deux mécanismes : soit par le transfert d'atome d'hydrogène, soit par le transfert d'un simple électron. Les techniques du premier groupe sont employées pour évaluer la peroxydation lipidique en utilisant un substrat lipidique ou lipoprotéique. Alors que, les méthodes du deuxième groupe sont celles qui interviennent dans la mesure de l'habilité du piégeage des radicaux libres (Huang et Sumpio, 2008). Parmi ces techniques :

#### III.3.1. La méthode TEAC (Trolox Equivalent Antioxydant Capacity)

La méthode TEAC est un test de décoloration basé sur la capacité d'un antioxydant à réduire le radical-cation ABTS<sup>+</sup>, le 2,2 azinobis (acide 3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonique). Cette méthode détermine l'activité antioxydante des composés hydrophiles et lipophiles qui peuvent se dissoudre dans une solution aqueuse ou de l'éthanol acidifié. Elle a été employée dans de nombreux laboratoires en raison de sa simplicité, de sa rapidité et de sa corrélation avec l'activité biologique des antioxydants (Miquel-Becker et *al.*, 2004).

### III.3.2. La méthode DPPH (1.1-Diphényl-2-Pyrcilhydrazyl)

Cette méthode est basée sur la dégradation du radical DPPH°. La réduction de ce radical par un donneur d'atome d'hydrogène venant de l'antioxydant à tester AH conduit à la formation de la 2,2-diphényl-1-picrylhydrazine incolore DPPH-H et au radical A° comme suit:



Le test DPPH a été très utilisé pour mesurer l'activité antioxydante des composés phénoliques (Miquel-Becker et *al.*, 2004).

### III.3.3. Dégradation du $\beta$ -carotène par l'acide linoléique

Cette méthode mesure la capacité des antioxydants présents dans les extraits méthanoliques des huiles à inhiber la peroxydation lipidique, de ce fait à réduire ou à inhiber la formation d'acides organiques volatiles et d'hydroperoxydes diènes conjugués, résultant de l'oxydation de l'acide linoléique (Avelessi et *al.*, 2004; Samaniego Sanchez et *al.*, 2007).

*Partie pratique*

*Matériel et méthodes*

## I. Matériel et méthodes

### I.1. Matériel végétal

Le matériel végétal utilisé comprend une huile d'olive commerciale « huile d'olive extra vierge Ifri », l'huile de tournesol « Fleurial » et une huile d'olive sauvage de la région d'Akbou dont l'extraction est réalisée au niveau de ITAFV de Takerietz ainsi que deux huiles issues du coupage entre l'huile d'olive sauvage et l'huile d'olive Ifri, et entre l'huile d'olive sauvage et l'huile de tournesol.

### I.2. Réalisation des coupages des huiles

Le coupage des huiles est réalisé selon la méthode décrite par Monfreda et *al.* (2012). Un volume total de 50ml est préparé en mélangeant 25% d'huile d'oléastre avec 75% d'huile d'olive Ifri pour obtenir le mélange oléastre/Ifri et 25% huile d'oléastre et 75% huile de tournesol pour former le coupage oléastre/tournesol. Les huiles obtenues ont été vortexé et gardés dans des flacons fumés à 4°C (Tableau III).

**Tableau III.** Coupages des huiles.

Huiles	Huile d'olive sauvage	Huile d'olive Ifri	Huile de tournesol
Huile d'olive sauvage	100%	0	0
Huile d'olive Ifri	0	100%	0
Huile de tournesol	0	0	100%
Huile d'olive sauvage / Huile d'olive Ifri	25%	75%	0
Huile d'olive sauvage / Huile de tournesol	25%	0	75%

### I.3. Détermination des indices de qualité des huiles

#### I. 3.1. Mesure de l'acidité

L'acidité qui mesure le pourcentage en acides gras libres, est déterminée selon la méthode décrite dans le règlement CEE /2568/91. Le principe de la méthode consiste à un titrage des acides gras libres présents par une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium.

Un échantillon d'huile de 5g est solubilisé dans 20 ml d'un mélange (v/v) d'oxyde diéthylique-éthanol à 95 %. Le mélange est titré, en agitant, avec une solution d'hydroxyde

de potassium à 0,095 N jusqu'à virage de l'indicateur coloré (la phénolphthaléine), vers le rose. L'acidité est exprimée en pourcentage d'acide oléique, elle est égale à:

$$A(\%) = (V - V_0) \times N \times P / 10 \times m$$

**V**: nombre de ml de la solution KOH nécessaire;

**V<sub>0</sub>** : nombre de ml de la solution KOH à blanc;

**m** : prise d'essai en grammes;

**N** : normalité de la solution KOH;

**P**: poids moléculaire adopté pour l'expression de l'acidité avec PM acide oléique=282g/mole.

### I. 3.2. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde représente la quantité de substances de l'échantillon exprimée en meq d'O<sub>2</sub> actif/Kg, qui oxydent l'iodure de potassium.

La méthode utilisée est celle du règlement CEE /2568/91. Un échantillon de 2 g d'huile est introduit dans une fiole à col rodé, 10 ml de chloroforme sont ajoutés, tout en agitant, afin de dissoudre l'huile. 15 ml d'acide acétique glaciale et 1 ml d'iodure de potassium saturé sont ajoutés, la fiole est bouchée rapidement, puis agitée vigoureusement pendant 1 minute et laissée à l'obscurité pendant 5 min à température ambiante. 75 ml d'eau distillée sont ensuite ajoutées ainsi que quelques gouttes d'empois d'amidon, le tout est titré avec le thiosulfate de sodium (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) à 0,01 N en agitant vigoureusement. L'indice de peroxyde (IP) est donné par l'expression ci après :

$$IP = N (V - V_0) \times 1000 / m$$

Où:

**N**: Normalité de la solution thiosulfate de sodium utilisée;

**V**: volume en ml de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nécessaire ;

**V<sub>0</sub>** : volume en ml de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> à blanc ;

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

### I.3.3. Absorbance spécifique dans l'Ultraviolet

La détermination de l'Absorbance spécifique au rayonnement Ultra-violet a été effectuée conformément à la norme COI, (1996). Après filtration des échantillons d'huiles à travers le sulfate de sodium anhydre, un échantillon de 0,25g d'huile filtrée est ajusté à 25ml avec du cyclohexane. L'absorbance est mesurée aux longueurs d'ondes 232 nm et 270 nm. Les coefficients d'extinction K<sub>232</sub> et K<sub>270</sub> sont exprimés par l'équation suivante :

$$E = A\lambda / C \times S$$

**E** : Densité optique à la longueur d'onde  $\lambda$  nm;  
**A $\lambda$**  : densité optique à la longueur d'onde  $\lambda$  nm;  
**C** : Concentration de la solution à analyser en g/100 ml;  
**S** : Epaisseur de la cuve en cm.

#### I.4. Dosage des pigments

Le protocole utilisé pour la détermination des chlorophylles et des caroténoïdes est celui de Minguez-Mosquera et *al.* (1991).

Un échantillon de 7,5g d'huile filtré est ajusté à 25 ml avec du cyclohexane. Le maximum d'absorption à 670 nm et 470 nm renseigne sur la fraction chlorophyllienne, et la fraction caroténoïde respectivement. La valeur du coefficient d'extinction spécifique appliquée est  $E_0=613$  pour la phéophytine comme composant majeur des chlorophylles et  $E_0= 2000$  pour la lutéine comme caroténoïde majeur. Ainsi le contenu en pigments est déterminé comme suit :

$$\text{Chlorophylles (mg/Kg)} = \frac{A_{670} \times 10^6}{613 \times 100 \times T}$$

$$\text{Caroténoïdes (mg/Kg)} = \frac{A_{470} \times 10^6}{2000 \times 100 \times T}$$

**A** : Absorbance.

**T** : Trajet optique (épaisseur de la cuve).

#### I.5. Dosage des composés phénoliques

##### I. 5.1. Extraction des composés phénoliques

La méthode appliquée pour extraire les composés phénoliques est celle décrite par Ollivier et *al.*, (2004).

L'extraction des composés phénoliques consiste à l'introduction d'un échantillon de 10g d'huile dans 10 ml de méthanol/eau (80/20) dans un tube à centrifuger. L'ensemble est vortexé pendant 10 minutes puis centrifugé pendant 15 minutes. La phase méthanolique est récupérée et transférée dans une fiole jaugée de 50ml. L'opération est reconduite 3 fois et on complète au trait de jauge avec la solution méthanol/eau (80/20).

## I. 5.2. Dosage des polyphénols totaux

L'estimation de la teneur en composés phénoliques totaux est réalisée selon la méthode de Favati et *al.* (1994). Cette méthode est basée sur la réduction en milieu alcalin de la mixture phosphotungstique phosphomolybdique du réactif de Folin par les groupements oxydables des composés phénoliques, conduisant à la formation de produits de réduction de couleur bleue. Ces derniers présentent un maximum d'absorption à 765 nm et dont l'intensité est proportionnelle à la quantité de polyphénols présents dans l'échantillon (Georgé et *al.*, 2005).

Dans un flacon de 20 ml, un volume de 0,5 ml de réactif Folin-Ciocalteu est ajouté à 2ml de l'extrait méthanolique. Après 3 min, un volume de 4 ml d'une solution de carbonate de sodium (10%) est ajouté, puis ajusté avec de l'eau distillée. Après 90 min à l'obscurité, la solution est centrifugée et l'absorbance est réalisée à 765nm. Les concentrations en polyphénols exprimées en équivalent d'acide gallique, sont déterminées en se référant à la courbe d'étalonnage représenté dans la figure 1 (annexe3).

## I.5.3. Dosage des *ortho*-diphénols

La concentration en *ortho*-diphénols des extraits méthanoliques de nos échantillons d'huiles est déterminée suivant la méthode de Mateos et *al.* (2001). La méthode est basée sur la formation d'un complexe jaune entre les *ortho*-diphénols et les ions molybdates.

4 ml d'extrait méthanolique sont additionnés de 1 ml de la solution de molybdate de sodium dihydraté à 5% dans l'éthanol-eau (v/v). Le mélange est agité vigoureusement au vortex pendant 1 min, puis mis à l'obscurité pendant 15 min. L'absorbance est mesurée à 370 nm. Les concentrations en *ortho*-diphénols des échantillons sont déterminées à partir d'une courbe d'étalonnage représenté dans la figure 2 (annexe 3) réalisée avec l'acide caféique comme standard.

## I.6. Etude de l'activité antioxydante

### I.6.1. Activité antiradicalaire de l'huile contre le radical DPPH

L'évaluation de l'activité antiradicalaire des huiles est déterminée selon le protocole décrit par (Espin et *al.*, 2000) avec modification. Cette méthode tire profit de la décoloration de la solution contenant le radical DPPH lors de sa réduction par les antioxydants. Un volume de 3ml de la solution DPPH (2,2-diphényl-1-pecrylhydrazyle) préparée dans l'éthyle acétate ( $10^{-4}$ M) est additionné à un volume de solution d'huile diluée dans l'éthyle acétate à différentes

concentrations (0,0078-0,5g/ml). Le mélange est agité pendant 10 secondes au vortex et l'absorbance est lue après 60 min d'incubation à 515 nm.

Le pourcentage d'inhibition du radical DPPH est calculé par la formule suivante :

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

**Ac** : Absorbance du contrôle;

**Ae** : Absorbance de l'échantillon.

Les concentrations correspondant à 50% d'inhibition ( $EC_{50}$ ) ont été déterminées à partir des graphiques de la variation des pourcentages d'inhibition en fonction de la concentration, puis comparées à celles de l' $\alpha$ -tocophérol (figure 3, Annexe 3) et l'acide gallique (figure 4, Annexe 3)

### I.6.2. Activité antiradicalaire des extraits méthanoliques contre le radical $ABTS^{\bullet+}$

Dans cette méthode, l'ABTS (2,2'-azinobis (3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonate) est mis en solution aqueuse avec du potassium persulfate pour générer le radical. Ce dernier est stable, coloré et présente une absorbance maximale de  $0,7 \pm 0,02$  à 734 nm. Une fois que le radical  $ABTS^{\bullet+}$  est formé l'antioxydant pur ou l'échantillon est ajouté et la diminution de l'intensité de la couleur bleu verte du radical cationique traduit son interaction avec un électron ou un hydrogène provenant de l'échantillon antioxydant (Arts et *al.*, 2004).

Le pouvoir anti-radicalaire des extraits méthanoliques contre le radical  $ABTS^{\bullet+}$  est déterminé selon la méthode de RE et *al.* (1999). Une solution d'ABTS à 7 mM et 2,45mM de potassium persulfate est préparée dans une fiole jaugée et ajustée jusqu'à 25 ml avec de l'eau distillé. Cette solution est incubée pendant 12-16h minimum à température ambiante. Ce temps permet la formation du radical  $ABTS^{\bullet+}$ . La solution d' $ABTS^{\bullet+}$  obtenue est diluée avec de l'éthanol pour obtenir une absorbance finale de  $0,7 \pm 0,02$  à 734 nm. Un volume de 100  $\mu$ l d'extrait méthanolique est additionné de 2 ml de la solution d' $ABTS^{\bullet+}$ . La décoloration par rapport au témoin, contenant l' $ABTS^{\bullet+}$  et le solvant (éthanol), est mesurée au spectrophotomètre à 734 nm après 30 min d'incubation à l'obscurité. La quantité d'antioxydant ayant un pouvoir anti-radicalaire est déterminée à partir d'une courbe d'étalonnage réalisée avec l'acide gallique dans la figure 5 (annexe 3).

Le pourcentage d'inhibition du radical  $ABTS^{\bullet+}$  est déterminé selon la formule suivante :

$$\text{(\% d'inhibition de l'ABTS}^{\bullet+}\text{)} = (\text{Ac} - \text{Ae} / \text{Ac}) \times 100$$

**A<sub>c</sub>** : Absorbance du contrôle ;

**A<sub>e</sub>** : Absorbance de l'échantillon.

### I. 6.3. Dégradation du $\beta$ -carotène par l'acide linoléique

La méthode met en jeu la dégradation oxydative du  $\beta$ -carotène en présence d'acide linoléique. Elle est mesurée selon la méthode décrite par Gorinstein et *al.* (2003), avec quelques modifications.

Une émulsion est préparée en dissolvant 0,2 mg de  $\beta$ -carotène dans 0,2 ml de chloroforme, à laquelle sont ajoutées 200 mg de Tween 20 et 20  $\mu$ l d'acide linoléique. Le tout est mis sous la haute jusqu'à évaporation du chloroforme. Un volume de 50 ml d'eau oxygénée (1%) est ajouté à ce mélange. Dans un tube à essai, 4 ml de l'émulsion et 200  $\mu$ l de l'extrait méthanolique sont mélangés. Un blanc est également préparé comme précédemment décrit sans le  $\beta$ -carotène. Un contrôle est préparé en remplaçant l'extrait par le méthanol/eau (80/20). La mesure de l'absorbance à 470 nm est réalisée à  $t = 0$  et à  $t = 180$  min après incubation à 50°C au bain marie. L'activité antioxydante des extraits est évaluée en termes de pourcentage d'inhibition de la dégradation du  $\beta$ -carotène selon la formule :

$$AA (\%) = (A_c - A_e / A_c) \times 100$$

**A<sub>e</sub>** : Absorbance de l'échantillon à  $t$ .

**A<sub>c</sub>** : Absorbance du contrôle à  $t$ .

### I.7. Etude statistique

Les résultats représentent la moyenne des mesures. Une étude statistique a été réalisée pour la comparaison des résultats et la mise en évidence des différences significatives entre les échantillons, et ce, pour chaque paramètre en appliquant une analyse de la variance « 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  $p < 0,05$ .

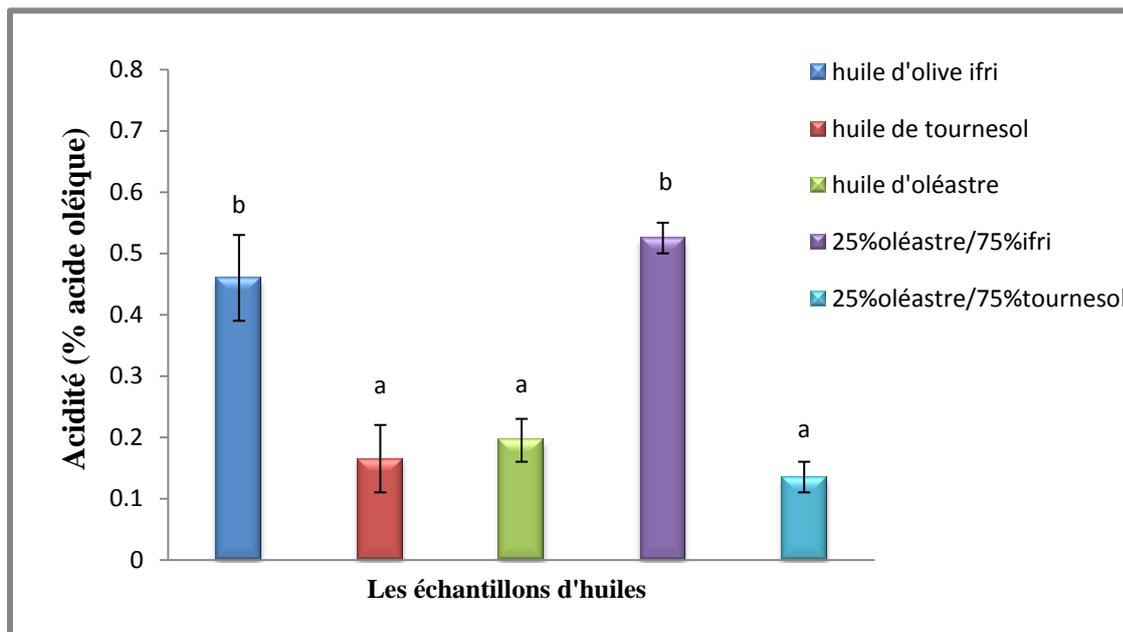
# *Résultats et discussion*

## II. Résultats et discussion

### II.1. Indices de qualité des huiles

#### II.1.1. Acidité

Les résultats d'acidité des huiles et les coupages correspondant sont indiqués dans la figure 4. Aucune différence significative ( $p < 0,05$ ) n'est enregistrée entre « l'oléastre, le tournesol et le coupage oléastre/tournesol » et entre « Ifri et le coupage oléastre/Ifri ».



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

\*Les mêmes lettres indiquent que la différence n'est pas significative ( $p < 0,05$ ).

\*Les barres verticales désignent les écart-types.

L'acidité des huiles étudiées est inférieure à la limite établie par le COI, (2013) qui est de 0,8% pour une huile d'olive extra vierge. La plus faible teneur est notée pour l'huile de tournesol (0,16%) et la plus élevée (0,46%) pour l'huile Ifri. Cependant, les acidités enregistrées pour les huiles issues des coupages sont comparables à celle des huiles génitrices.

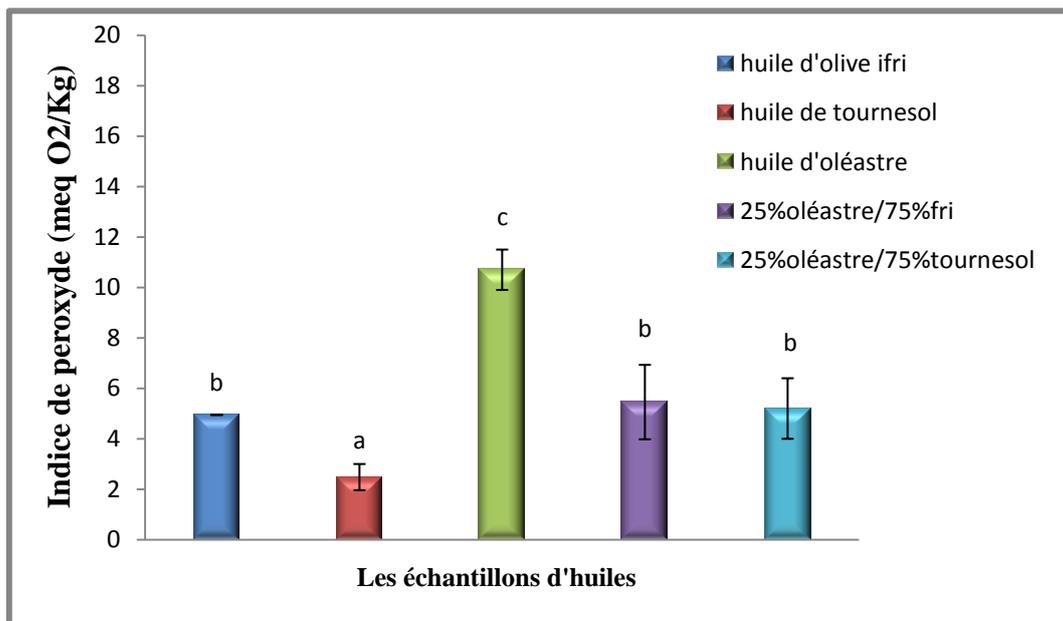
Nos échantillons présentent des acidités élevées que ceux obtenues par Pardo et *al.*, (2007) sur des huiles de variétés espagnoles (entre 0,10 et 0,25 %) et proche de ceux enregistrée pour des huiles de variétés cultivées tunisiennes (entre 0,36% et 0,44%) et des huiles d'oléastres (entre 0,17% et 0,34%) analysées par Dabbou et *al.* (2011).

L'acidité de l'huile d'oléastre, l'huile de tournesol et l'huile issue du mélange entre ces deux huiles est faible par rapport à l'acidité enregistrée par Ifri (0,46%) ainsi que le coupage oléastre/Ifri (0,52%) mais qui reste inférieur à la limite établie par le COI. Cela pourrait être

expliqué par l'indice de maturité des olives utilisé ainsi que leurs états sanitaires. De plus l'ajout d'eau pendant le processus d'extraction est également à l'origine de l'augmentation d'acides gras libres dans une huile (Yousfi et *al.*, 2006). Cependant la faible acidité enregistrée par l'huile de tournesol peut être expliquée par l'étape de neutralisation qui sert à éliminer les acides gras libre pendant le processus de raffinage.

### II.1.2. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est utilisé pour évaluer l'état primaire d'oxydation des huiles. Les résultats de l'indice de peroxyde des huiles et les coupages correspondant sont indiqués dans la figure 5. Des différences significatives ( $p < 0,05$ ) sont enregistrées entre les huiles étudiées, néanmoins les échantillons d'huile d'olive Ifri, oléastre/Ifri et oléastre/tournesol n'ont présentés aucune différence significative.



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

\*Les mêmes lettres indiquent que la différence n'est pas significative ( $p < 0,05$ ).

\*Les barres verticales désignent les écart-types.

Pour tous les échantillons d'huiles étudiés, les valeurs de l'indice de peroxyde enregistrées, sont inférieures à 20 meq d'O<sub>2</sub>/Kg limite fixée par le COI, (2013) pour une huile d'olive extra vierge. L'huile de tournesol enregistre la valeur la plus faible (2,48 meq d'O<sub>2</sub>/Kg) qui est expliqué par le processus du raffinage, tandis que la valeur la plus élevée est notée pour l'huile d'oléastre (10,7 meq d'O<sub>2</sub>/Kg).

Nos échantillons présentent des indices de peroxyde inférieurs à ceux enregistré pour des huiles de variétés turques (entre 7,37 et 16,08 meq d'O<sub>2</sub>/Kg) analysée par Ocakoglu et *al.*

(2009) et des huiles d'oléastres analysée par Dabbou et *al.* (2011) qui varient entre 10,60 et 16,48 meq d'O<sub>2</sub>/Kg, mais supérieur à celle obtenue pour les variétés tunisiennes analysée par Manai-Djebali et *al.* (2012) qui varient entre 4.96 et 5.83 meq d'O<sub>2</sub>/Kg.

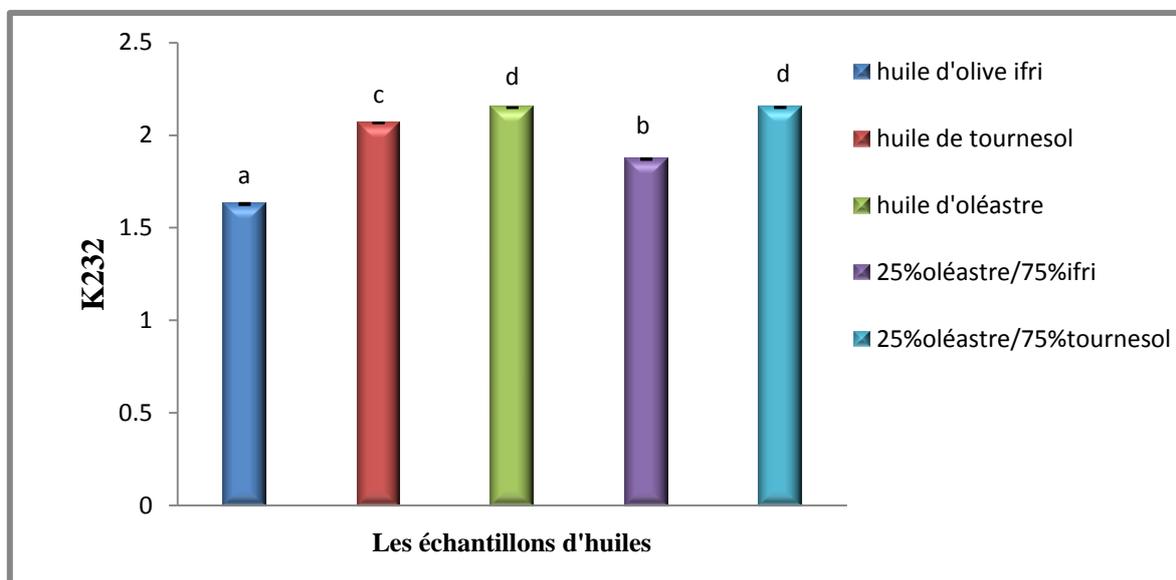
L'élévation du taux en produit d'oxydation de l'huile d'oléastre peut être expliquée par son indice de maturité élevé qui est de 5,51. En effet l'avancement de la date de récolte expose le fruit à des contraintes internes et externes (Baccouri et *al.*, 2007). Selon Chimi, (2006), plusieurs facteurs peuvent influencer l'indice de peroxyde d'une huile d'olive, à savoir l'état sanitaire des fruits et les conditions de transformation.

### II.1.3. Absorbance dans l'ultraviolet

Les extinctions spécifiques d'une huile d'olive à 232 et 270 nm reflètent l'état d'oxydation de l'huile. L'oxydation conduit à la formation des diènes conjugués qui absorbent à 232 nm, les produits secondaires d'oxydation présentent un maximum d'absorbance vers 270 nm.

#### ➤ Coefficient d'extinction spécifique à 232nm

Les absorbances au voisinage de 232nm des échantillons d'huiles étudiés sont illustrées dans la figure 6. Des différences significatives ( $p < 0,05$ ) sont enregistrées entre les huiles étudiées, excepté entre le coupage oléastre/tournesol et l'huile d'oléastre.



**Figure 6:** Absorbance à 232 nm des échantillons d'huiles étudiées.

\*Les mêmes lettres indiquent que la différence n'est pas significative ( $p < 0,05$ ).

\*Les barres verticales désignent les écart-types.

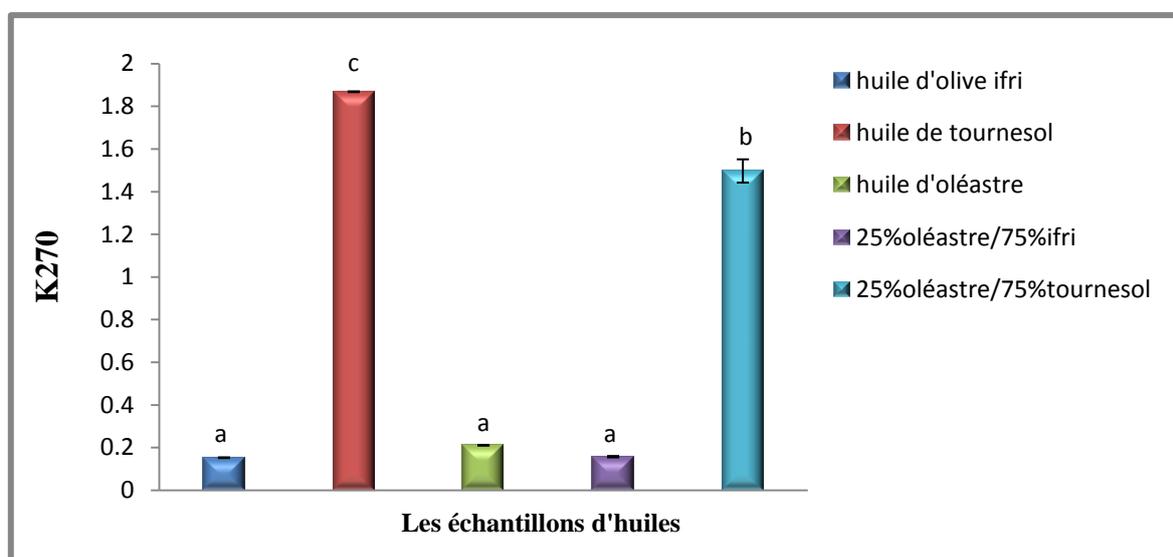
Les valeurs de  $K_{232}$  sont comprises entre (1,63 et 2,15) ; elles sont conformes aux normes du COI, (2013) pour une huile d'olive extra vierge ( $K_{232} \leq 2,5$ ).

L'huile d'olive Ifri enregistre la valeur la plus faible en  $K_{232}$  (1.63), tandis que la valeur la plus élevée est notée pour le coupage oléastre/tournesol (2,15).

Les huiles issues des coupages présentent des extinctions spécifiques élevées par rapport aux huiles génitrices, cela s'explique par la valeur élevée de  $K_{232}$  de l'huile d'oléastre mais qui reste cependant inférieure à la limite.

### ➤ Coefficient d'extinction spécifique à 270nm

Concernant le  $K_{270}$ , les valeurs enregistrées par les échantillons d'huiles étudiées sont illustrés dans la figure 7. Aucune différence significative ( $p < 0,05$ ) n'est enregistrée entre les huiles Ifri, oléastre et oléastre/Ifri.



**Figure 7:** Absorbance à 270 nm des échantillons d'huiles étudiées.

\*Les mêmes lettres indiquent que la différence n'est pas significative ( $p < 0,05$ ).

\*Les barres verticales désignent les écart-types.

Les valeurs minimales du  $K_{270}$  caractérisent l'huile d'olive Ifri (0,15), l'oléastre (0,21) et le coupage issu de ces deux huiles (0,16). Ces valeurs sont conformes aux normes du COI, (2013) pour une huile d'olive extra vierge ( $K_{270} \leq 0,22$ ).

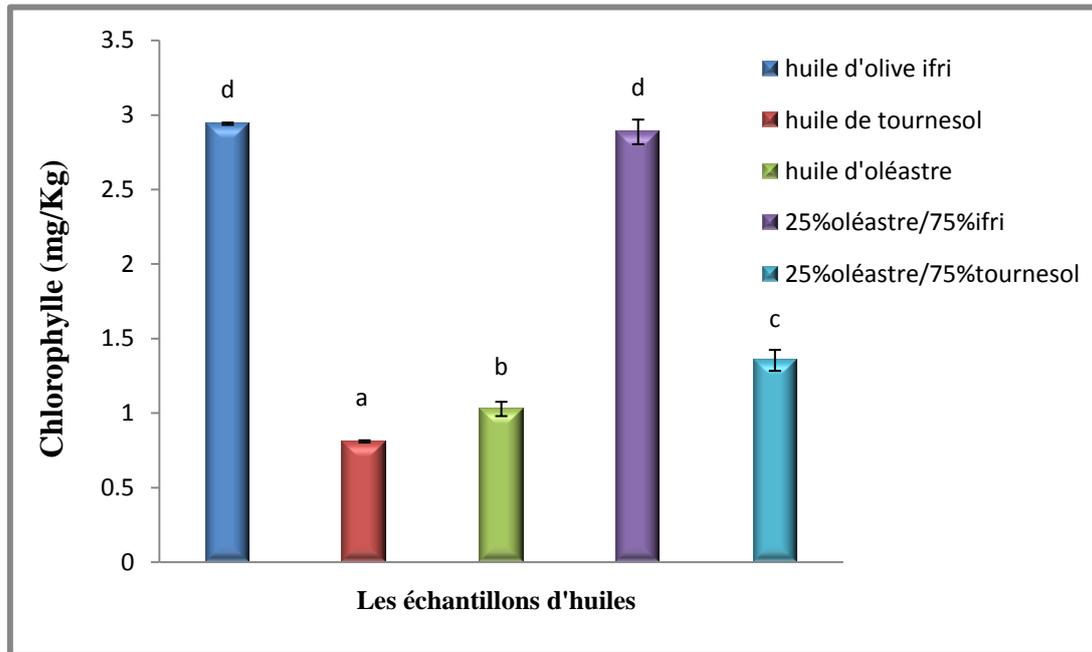
Les résultats montrent que l'huile de tournesol présente des taux élevés en produits d'oxydation secondaires (1,87), ce qui explique la valeur élevée du  $K_{270}$  enregistrée pour le coupage oléastre/tournesol (1,53).

Les résultats d'analyses des indices de qualité (acidité, indice de peroxyde et des coefficients d'extinctions spécifiques dans l'UV ( $K_{232}$ ,  $K_{270}$ ) effectués sur l'huile d'olive Ifri, l'oléastre et coupage oléastre/Ifri s'inscrivent parfaitement dans les limites définies par le COI, (2013) pour une huile d'olive extra vierge.

## II.2. Pigments

### II.2.1. Les chlorophylles

La figure 8 illustre les teneurs en chlorophylles des échantillons d'huiles étudiées. Des différences significatives ( $p < 0,05$ ) sont enregistrées entre les échantillons, excepté entre l'huile d'olive Ifri et le coupage oléastre/Ifri.



**Figure 8:** Teneur en chlorophylles des échantillons d'huiles étudiées.

\*Les mêmes lettres indiquent que la différence n'est pas significative ( $p < 0,05$ ).

\*Les barres verticales désignent les écart-types.

Selon Gandul-Rojas et Minguez-Mosquera, (1996), une huile d'olive extra vierge doit présenter des teneurs en chlorophylles variant de 0 à 20 mg/Kg dont 40 à 80% sont des phéophytines. D'après les résultats, on constate que l'huile de tournesol enregistre la valeur minimale en chlorophylles (0,80 mg/kg), qui peut être justifié par le processus de raffinage qu'elle subit pendant l'étape de décoloration qui élimine les pigments soit par adsorption sur des terres décolorantes, sur du charbon actif, ou des silices spéciales ou des combinaisons de ces substances (François, 2001 ; Werner et *al.*, 2010).

L'huile d'olive Ifri et le coupage oléastre / Ifri notent les valeurs maximales de 2,94 et 2,88 mg/kg respectivement, mais qui restent faibles.

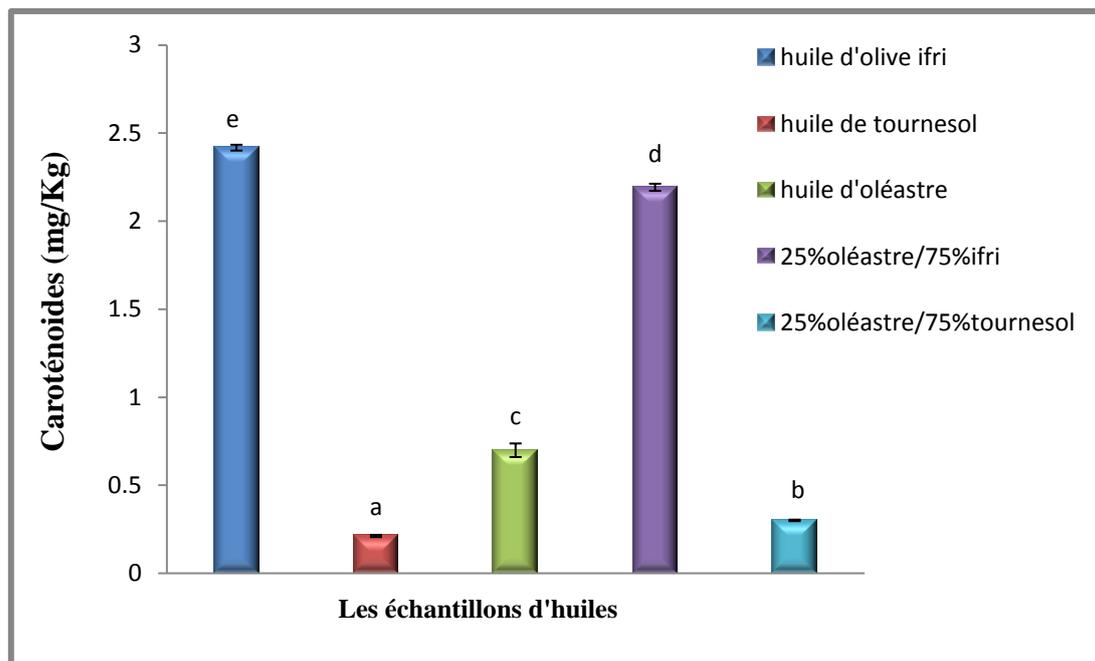
Les teneurs en chlorophylles de nos huiles sont plus faibles que celles rapportées pour des huiles d'oléastre analysées par Hannachi et *al.* (2012), qui oscillent entre 7,1 et 13,45mg/Kg.

L'huile d'oléastre note une teneur faible (1,02 mg/kg) en chlorophylle. Cela pourrait être expliqué par l'indice de maturité élevé de cet échantillon. En effet, les teneurs en

chlorophylles des fruits diminuent 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). De plus, les teneurs faibles en chlorophylles ont été déjà rapportés pour les huiles d'oléastre (Baccouri *et al.*, 2008 ; Dabbou *et al.*, 2011 ; Hannachi *et al.*, 2012).

## II.2.2. Les caroténoïdes

Les teneurs en caroténoïdes sont résumées dans la figure 9. Des différences significatives ( $p < 0,05$ ) sont notées entre les différents échantillons d'huiles étudiés.



**Figure 9:** Teneur en caroténoïdes des huiles étudiées.

\*Les mêmes lettres indiquent que la différence n'est pas significative ( $p < 0,05$ ).

\*Les barres verticales désignent les écart-types.

Nos échantillons présentent des teneurs faibles en caroténoïdes comprises entre 0,22 et 2,41 mg/kg. L'huile de tournesol présente la teneur minimale (0,22 mg/kg) qui peut être expliquée par le processus de raffinage, suivie par l'huile d'oléastre (0,69 mg/Kg) et le coupage oléastre/tournesol (0,3mg/Kg).

La teneur maximale en caroténoïdes est notée pour l'huile d'olive Ifri (2,41 mg/kg) suivie du coupage oléastre /Ifri qui présente une teneur de 2,17 mg/Kg.

Les teneurs en caroténoïdes enregistrés pour nos huiles sont faibles comparées aux huiles d'olives tunisiennes analysées par Baccouri *et al.* (2007) qui varient entre 1,68 et 4,9 mg/Kg.

Les faibles taux en caroténoïdes enregistrés par nos huiles d'olive (Ifri et oléastre), peuvent être dus à leur oxydation pendant le processus de maturation, ainsi qu'à leur rôle protecteur

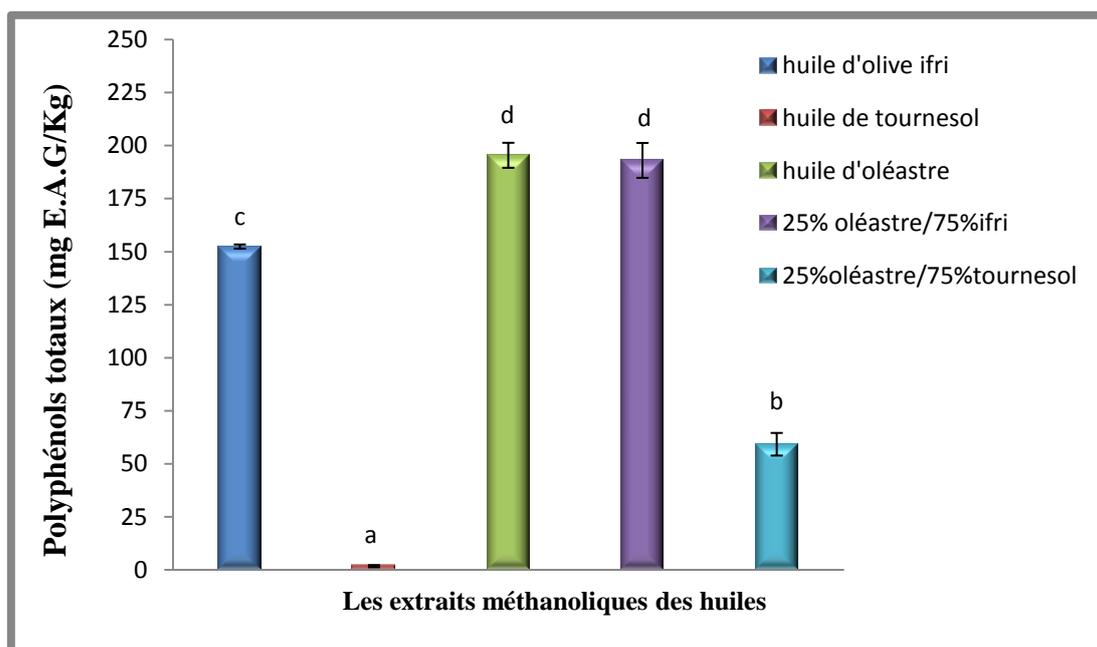
contre la photooxydation en désactivant l'oxygène singulet (Fakourelis et *al.*, 1987; Perrin, 1992).

## II.3. Dosage des composés phénoliques

### II.3.1. Dosage des polyphénols totaux

L'huile d'olive vierge est quasiment la seule huile contenant des quantités notables de substances phénoliques naturelles. Ces composés sont responsables du goût si particulier à la fois amer et fruité, contribuent pour une grande partie à la stabilité de l'huile, en augmentant sa résistance à l'autoxydation (Garcia-Villalba et *al.*, 2010).

Les résultats du dosage des polyphénols totaux exprimés en mg E.A.G/Kg des extraits méthanoliques sont indiqués dans la figure 10. Des différences significatives ( $p < 0,05$ ) sont enregistrées entre les extraits méthanoliques, néanmoins les extraits d'huile oléastre et oléastre/Ifri n'ont présenté aucune différence significative.



**Figure 10:** Teneurs en polyphénols totaux des échantillons d'huiles.

\*Les mêmes lettres indiquent que la différence n'est pas significative ( $p < 0,05$ ).

\*Les barres verticales désignent les écart-types.

La valeur minimale en polyphénols totaux est notée pour l'huile de tournesol (1,71mg E.A.G/Kg). Selon Papadopoulos et Boskou, (1991), le raffinage d'une huile est à l'origine de l'élimination de toute trace de composé polaire tel que les composés phénolique.

Les teneurs en polyphénols totaux de nos huiles sont inférieures à celles enregistrées par Meftah et *al.* (2014) sur des huiles de variétés Marocaines (de 179,9 à 281,35mg E.A.G/kg) et à celles obtenue par Owen et *al.* (2004) (entre 62 et 232mg E.A.G/kg) pour l'huile raffinée et l'huile d'olive extra vierge respectivement. Quand au coupage, ces derniers présentent des teneurs faibles comparées à ceux analysée par Ouni et *al.* (2012) dont les valeurs sont comprises entre 215,17 et 401,2mg E.A.G/Kg, mais supérieures aux teneurs des variétés espagnoles analysées par Ceci et Carelli, (2007) qui présentent des teneurs en polyphénols totaux comprises entre 37,2 et 93,2 mg/kg.

Le taux infime obtenue en polyphénols de l'huile de tournesol peut être expliquée par l'existence d'autres composées qui absorbent à la même longueur d'onde que les composés phénoliques (Solinas & Cichelli, 1981 ; Chimi et *al.*, 1990).

La teneur maximale en polyphénols totaux est notée pour l'huile d'oléastre (195,39mg E.A.G/Kg). L'huile Ifri enregistre également une teneur appréciable de 152,38 mg E.A.G/Kg.

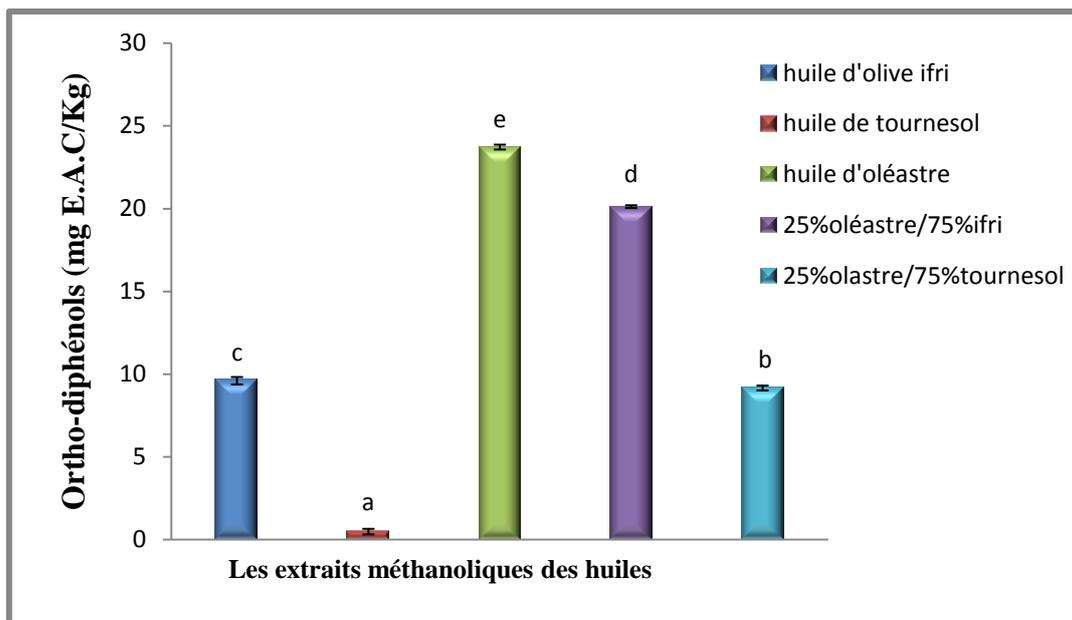
Les études menées par Tovar et *al.* (2001) et Aganchich et *al.* (2008) sur des huiles d'olives, ont montré que les teneurs en polyphénols augmentent dans des conditions de stress hydrique, et qu'une corrélation négative est notée entre le contenu en polyphénols totaux et le taux d'irrigation et des pluies abondantes (Paz Romero et *al.*, 2003). Ces mêmes auteurs ont rapporté qu'un stress hydrique induit un changement dans l'activité enzymatique de la L-Phénylalanine Ammonia Lyase (PAL). En effet, l'oléastre est connu pour sa résistance aux conditions de stress hydrique (Durand & Terral, 2005), ce qui pourrait expliquer les teneurs appréciables en polyphénols totaux de cet oléastre.

Quand au coupage, ces derniers présentent des taux plus élevés que celles des huiles génitrices à 75%, et cela est directement lié à leur enrichissement par l'huile d'oléastre. Le coupage oléastre /Ifri note une teneur de 192,99 mg E.A.G/Kg, alors que le coupage oléastre/tournesol 59,17 mg E.A.G/Kg.

### II.3.2. Dosage des *ortho*-diphénols

Les résultats du dosage des *ortho*-diphénols exprimés en mg E.A.C/Kg des extraits méthanoliques sont indiqués dans la figure 11. Des différences significatives ( $p < 0,05$ ) sont enregistrées entre les extraits des huiles étudiées.

Les teneurs en *ortho*-diphénols reproduisent pratiquement les mêmes regroupements faites à partir des résultats du dosage colorimétrique des polyphénols totaux, d'où un coefficient de corrélation significative ( $r = 0,91$ ).



**Figure 11:** Teneurs en *ortho*-diphénols des échantillons d'huiles étudiées.

\*Les mêmes lettres indiquent que la différence n'est pas significative ( $p < 0,05$ ).

\*Les barres verticales désignent les écart-types.

Le taux en *ortho*-diphénols varie entre 0,48mg E.A.C/Kg pour l'extrait méthanolique de l'huile de tournesol et 23,72mg E.A.C/Kg pour l'extrait de l'huile d'oléastre qui a enregistré le taux le plus élevé en polyphénols totaux (195,39mg E.A.G/Kg) suivie du coupage oléastre/Ifri avec une teneur appréciable de 20,12 mg E.A.C/Kg.

Les teneurs enregistrées en *ortho*-diphénols pour les échantillons analysés sont proches de ceux enregistrées pour les variétés espagnoles (entre 3,99 mg/kg et 18,92 mg/kg) analysées par Gutiérrez et al. (2002), mais inférieurs à celle enregistré par Meftah et al. (2014) pour des huiles de variétés Marocaines (de 179, à 281,35mg E.A.G/kg).

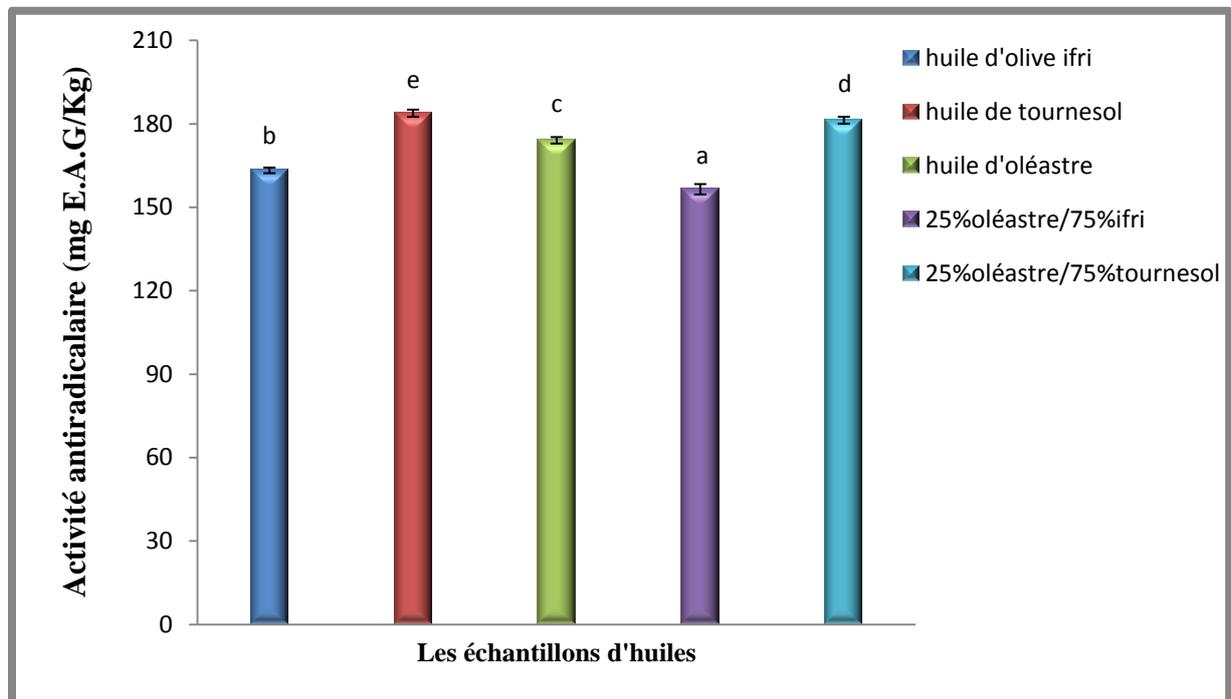
Les taux en *ortho*-diphénols des coupages sont inférieurs aux coupages entre variétés cultivées (entre 100,65 et 141,42 mg/Kg) analysées par Ouni et al. (2012) et aux huiles d'oléastres (entre 105 et 217,6mg/Kg) étudiées par Baccouri et al. (2008).

## II.4. Activité antioxydante

### II.4.1. Activité antiradicalaire des huiles contre le radical DPPH

Pour l'évaluation de la capacité antiradicalaire des huiles contre le radical DPPH, les échantillons sont directement dilués dans l'éthyle acétate. Les résultats obtenus, exprimés en mg E.A.G. /Kg, sont illustrés dans la figure 12. Toutes les huiles étudiées ont des aptitudes distinctes à piéger le radical DPPH, et présentent des activités comprises entre (156,44 et

183,73mg E.A.G./Kg). L'étude statistique a révélé des différences significatives ( $p < 0,05$ ) entre les échantillons d'huiles étudiées.



**Figure 12:** Activités antiradicalaire (mg E.A.G./Kg) des différents échantillons d'huiles sur le radicale DPPH.

\*Les mêmes lettres indiquent que la différence n'est pas significative ( $p < 0,05$ ).

\*Les barres verticales désignent les écart-types.

Les  $EC_{50}$  enregistrées sont inversement proportionnelles à l'effet scavenger dont les valeurs faibles reflètent un effet antiradicalaire important (tableau IV). Toutes les huiles analysées présentent des  $EC_{50}$  supérieurs à celles des standards testés à savoir l'acide gallique, et l' $\alpha$ -tocophérol.

**Tableau IV.** Concentrations efficaces 50 des échantillons d'huiles étudiées et des standards utilisés.

Echantillon	EC <sub>50</sub> (mg/ml)
Ifri	80,5±0,0005 <sup>d</sup>
Tournesol	71,5±0,0005 <sup>a</sup>
Oléastre	75,5±0,0005 <sup>c</sup>
Oléastre/Ifri	84±0,001 <sup>e</sup>
Oléastre/tournesol	73±0,001 <sup>b</sup>
Acide gallique	13,14 ug/ml
α-tocophérol	35,68 ug/ml

Les résultats obtenus confirment la performance de l'huile de tournesol, qui exerce la meilleure activité antiradicalaire (183,73mg E.A.G./Kg) soit une EC<sub>50</sub> de 71,5mg/ml. Cela peut être expliqué par sa richesse en tocophérols (80 mg/100 ml d'huile) Tableau IV (annexe 2). En effet une activité notable des tocophérols dans des huiles raffinées en absence d'autres antioxydants est rapportée par Andrikopoulos et *al.* (2002).

Le coupage oléastre/tournesol montre également une bonne aptitude à neutraliser le radical DPPH (181,25mg E.A.G./Kg) avec une EC<sub>50</sub> de 73mg/ml. Cela peut être expliqué par une synergie entre les antioxydants présents dans les deux huiles.

L'oléastre présente une activité appréciable de 174,04mg E.A.G./Kg avec une EC<sub>50</sub> de (75,5mg/ml), suivie de l'huile Ifri avec une activité de 163,23mg E.A.G./Kg (EC<sub>50</sub> de 80,5mg/ml). Ces huiles présentent les teneurs les plus élevées en polyphénols totaux et *ortho*-diphénols qui peuvent être à l'origine de cette activité. Selon Mannino et *al.* (1999), l'ampleur et la nature de l'hydroxylation des noyaux aromatiques et la présence de différents substituants dans la structure phénolique modulent leur propriété antioxydante, en particulier leur capacité à céder un hydrogène. Nissiotis et Tasioula-Margari, (2002) et Tuck et *al.* (2002) ont rapporté que les principaux composés phénoliques responsables de l'effet antioxydant de l'huile d'olive sont les dérivés d'oleuropeine ayant une structure *ortho*-diphénolique essentiellement l'hydroxytyrosol.

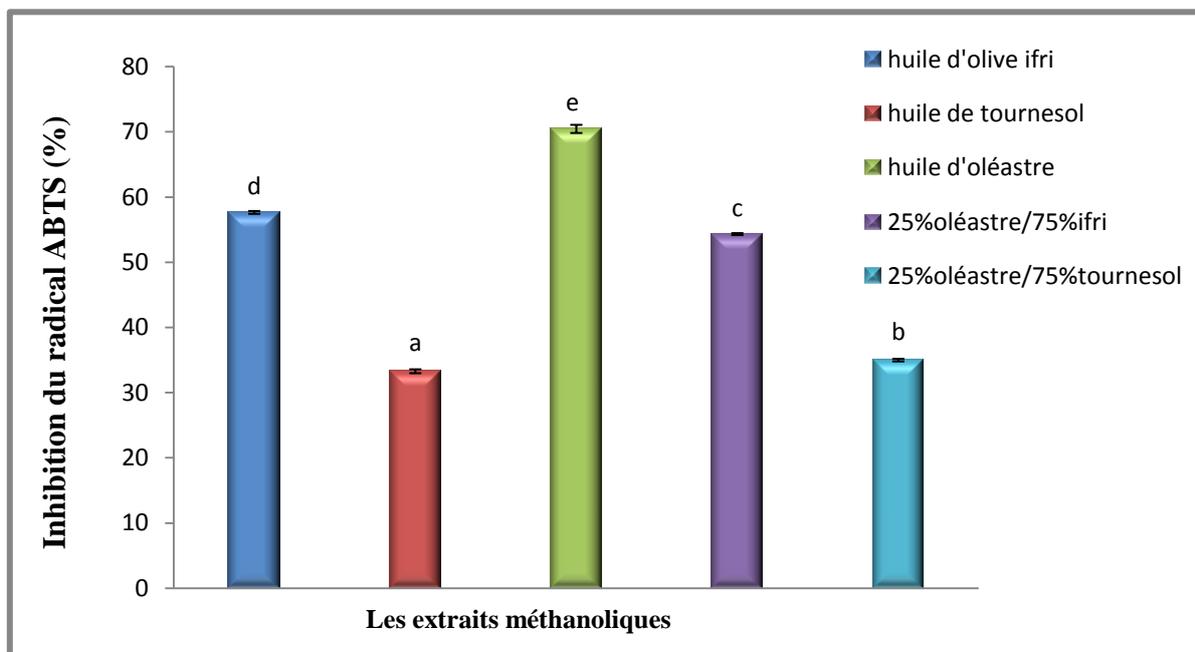
La plus faible activité anti-DPPH est notée pour le coupage oléastre/Ifri avec une activité de (156,44mg E.A.G./Kg) qui présente l'EC<sub>50</sub> la plus élevée (84mg/ml). Cela pourrait être expliqué par une faible synergie entre les différents antioxydants.

Selon Ramadan et Morsel, (2006) et Tuberoso et *al.* (2007), la différence dans l'activité antiradicalaire des huiles étudiées pourrait être interprétée par la différence de la composition et du contenu en antioxydants, par la diversité structurale des composés présents dans l'huile ainsi que par la différence dans la cinétique du potentiel antioxydant. En outre, un effet synergique entre les antioxydants, fait que l'activité antioxydante est dépendante non seulement de la concentration, mais aussi de la structure et l'interaction entre antioxydants (Pellegrini et Battino, 2006).

Des corrélations négatives ( $p < 0,05$ ) sont notées entre les teneurs en polyphénols totaux et *ortho*-diphénols avec l'activité antiradicalaire de l'huile contre le radical DPPH ( $r = -0,78$  et  $r = -0,55$ ) respectivement. Ces valeurs négatives s'expliquent par les teneurs infimes de l'huile de tournesol en polyphénols totaux et *ortho*-diphénols.

#### II.4.2. Activité antiradicalaire des extraits méthanoliques contre le radical ABTS<sup>+</sup>

Les résultats du pouvoir antiradicalaire des extraits méthanoliques exprimés en pourcentage d'inhibition du radical ABTS<sup>+</sup> et en mg E.A.G./Kg sont présentés dans les figure 13 et 14 respectivement.



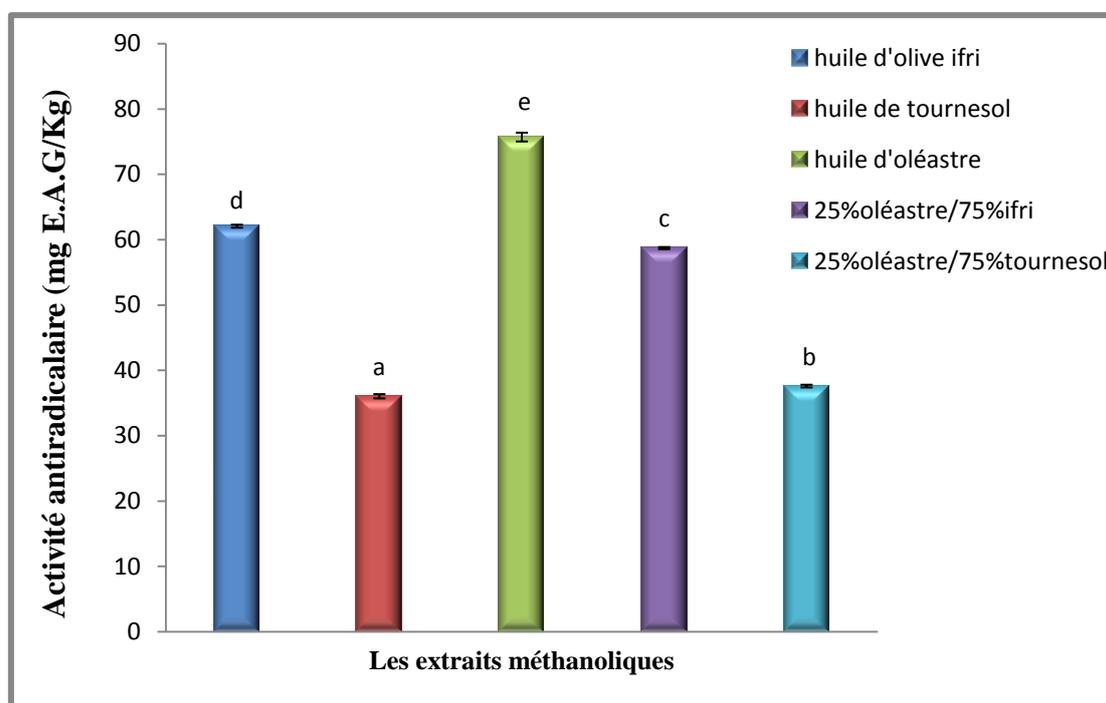
**Figure 13:** Pourcentages d'inhibition du radical ABTS<sup>+</sup> des extraits des différents échantillons d'huiles.

\*Les mêmes lettres indiquent que la différence n'est pas significative ( $p < 0,05$ ).

\*Les barres verticales désignent les écart-types.

Les extraits méthanoliques analysés possèdent des capacités distinctes à piéger le radical  $ABTS^+$ . Des différences significatives ( $p < 0,05$ ) sont enregistrées entre les huiles étudiées.

Les résultats montrent que la meilleure activité antiradicalaire contre le radical  $ABTS^+$  est enregistrée pour l'extrait de l'huile d'oléastre (75,69 mg E.A.G/Kg) qui inhibe 70,44% du radical  $ABTS^+$  suivie de l'extrait méthanolique de l'huile d'olive Ifri (62,05 mg E.A.G/Kg) qui représente une inhibition de 57,63%. Cela pourrait être expliqué par les teneurs appréciables en polyphénols totaux de ces deux huiles (195,39 et 152,38 mg E.A.G/Kg) et ortho-diphénols (23,72 et 9,6 mg E.A.C/Kg) respectivement. D'après Samaniego et *al.*, (2007), l'activité antiradicalaire contre le radical  $ABTS^+$  augmente avec l'augmentation de la concentration en polyphénols totaux.



**Figure 14:** Activité antiradicalaire des extraits des échantillons d'huiles sur le radical  $ABTS^+$

\*Les mêmes lettres indiquent que la différence n'est pas significative ( $p < 0,05$ ).

\*Les barres verticales désignent les écart-types.

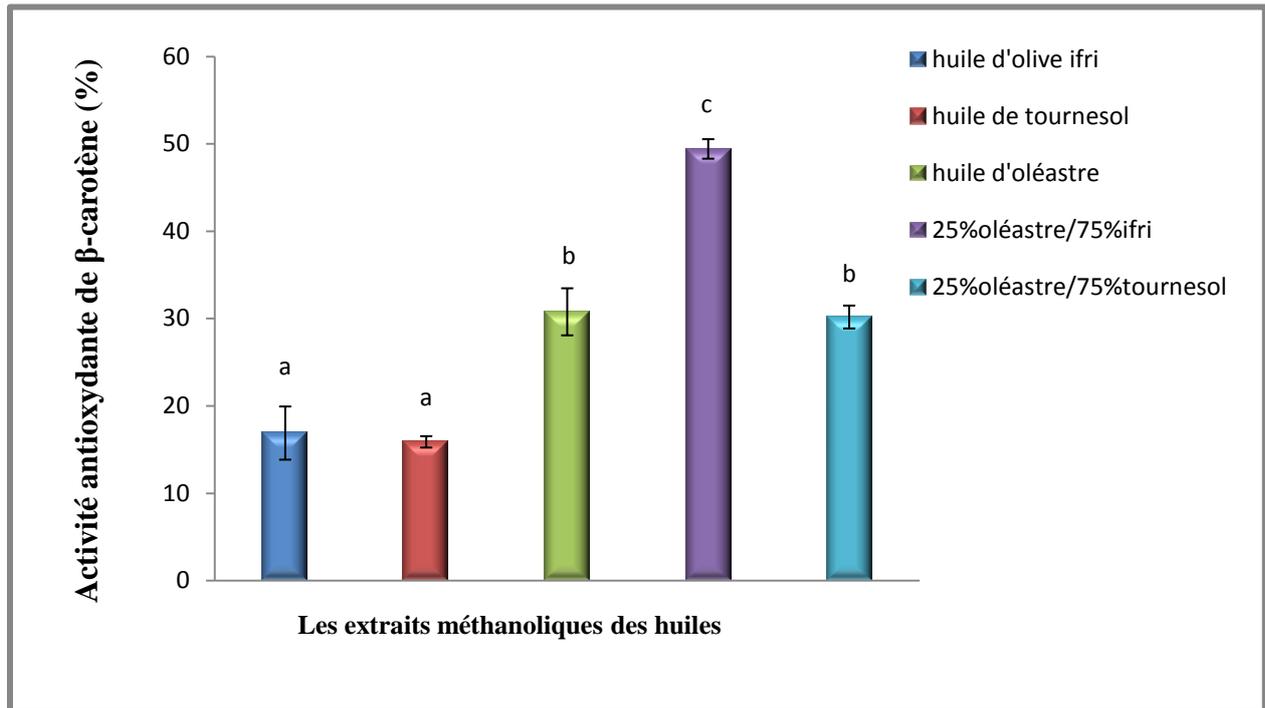
La faible activité antiradicalaire est obtenue pour l'extrait méthanolique de l'huile de tournesol (36,025mg E.A.G/Kg) qui inhibe que 33,27% du radical. Cela reflète son taux faible en polyphénols totaux et *ortho*-diphénols (1,71 mg E.A.G/Kg et 0,48 mg E.A.C/Kg) respectivement.

Des coefficients de corrélations positifs ( $p < 0,05$ ) sont obtenus entre l'activité antiradicalaire des extraits contre le radical  $ABTS^+$  et les teneurs en polyphénols totaux ( $r = 0,91$ ) et en *ortho*-diphénols ( $r = 0,83$ ). Minioti et Georgiou, (2010) ont abouti à une

corrélation de 0,69 entre le pouvoir antiradicalaire utilisant l'ABTS<sup>+</sup> exprimé en mM E.A.G/Kg et les taux en polyphénols totaux.

#### II.4.3. Dégradation du $\beta$ -carotène par l'acide linoléique

La figure 15 résume les résultats de la dégradation du  $\beta$ -carotène des extraits méthanoliques. Aucune différence significative ( $p < 0,05$ ) n'est enregistrée entre les extraits des huiles Ifri et tournesol et entre l'oléastre et le coupage oléastre/tournesol.



**Figure 16:** Pourcentage d'inhibition de la dégradation du  $\beta$ -carotène par l'acide linoléique.

\*Les mêmes lettres indiquent que la différence n'est pas significative ( $p < 0,05$ ).

\*Les barres verticales désignent les écart-types.

Le coupage oléastre/Ifri montre le plus fort potentiel à inhiber la dégradation du  $\beta$ -carotène avec un pourcentage de (49,40 %), suivie de l'oléastre avec 30,75%. Ceci est lié à la richesse de ces extraits en polyphénols totaux et en *ortho*-diphénols.

On remarque que l'huile de tournesol qui a des quantités infimes en polyphénols totaux et en *ortho*-diphénols enregistre tout de même une activité antioxydante appréciable (15,87%) d'une manière non significative avec Ifri (16,87%) qui présente des taux élevés en polyphénols totaux et en *ortho*-diphénols par rapport au tournesol. Cette activité de l'huile de tournesol peut être due à la présence de certains composés ayant la capacité d'inhiber l'oxydation du  $\beta$ -carotène en piégeant de manière sélective les produits d'auto-oxydation de l'acide linoléique épargnant ainsi le  $\beta$ -carotène.

On remarque aussi qu'il ya eu une synergie entre les extraits de nos huiles, puisque les coupages oléastre/Ifri et oléastre/tournesol enregistrent des potentiels plus élevé que les extraits des huiles génitrices.

Des corrélations positives ( $p < 0,05$ ) sont notées entre les teneurs en polyphénols totaux et *ortho*-diphénols avec les pourcentages d'inhibition de la dégradation du  $\beta$ -carotène avec des coefficients de corrélations respectives de 0,57 et 0,71.

Gorinstein *et al.* (2003), ont abouti à une corrélation positive ( $r = 0,99$ ) en appliquant cette méthode sur des extraits méthanoliques de quelques huiles d'olive espagnoles.

*Conclusion*

---

## Conclusion

L'étude réalisée a pour but l'évaluation d'un point de vue physico-chimique, composition et activité antioxydante des échantillons d'huiles : ifri, sauvage, tournesol, ainsi que les coupages sauvage/ifri et sauvage/tournesol.

Les indices de qualité (acidité, indice de peroxyde et des coefficients d'extinction spécifique dans l'UV ( $K_{232}$ ,  $K_{270}$ ) des huiles génitrices et des huiles de coupage ont présenté toutes des valeurs inférieurs à celles fixée par le COI pour une huile d'olive extra vierge, excepté le  $K_{270}$  de l'huile de tournesol et le coupage correspondant.

Concernant les teneurs en chlorophylles et en caroténoïdes, les taux sont faibles pour toutes les huiles analysées, la valeur la plus élevée en chlorophylle et en caroténoïde caractérise l'huile d'olive ifri (2,94 mg/kg) et (2,41 mg/kg) respectivement. Alors que les teneurs minimales sont notées pour l'huile de tournesol, (0,80 mg/kg en chlorophylle et 0,22 mg/kg en caroténoïde).

Les résultats de la présente étude montrent également que les teneurs en polyphénols totaux et en *ortho*-diphénols sont appréciables pour les échantillons d'huiles étudiées excepté l'huile de tournesol qui note les teneurs minimales (1,71mg E.A.G/Kg et 0,48mg E.A.C/Kg respectivement). La valeur maximale en polyphénols totaux et en *ortho*-diphénols est notée pour l'oléastre (195,39mg E.A.G/Kg et 23,72mg E.A.C/Kg respectivement).

L'activité antiradicalaire de l'huile contre le radical DPPH varie d'un échantillon d'huile à un autre. Toutes les huiles étudiées ont des aptitudes distinctes à piéger le radical DPPH. L'huile de tournesol inhibe le radical DPPH avec un pourcentage élevé de 87,54% et une meilleure activité antiradicalaire de 183,73mg E.A.G./Kg. Les  $EC_{50}$  enregistrées sont inversement proportionnelles à l'effet scavenger dont les valeurs faibles reflètent un effet antiradicalaire important. Toutes les huiles analysées présentent des  $EC_{50}$  supérieurs à celles des standards testés à savoir l'acide gallique, et l' $\alpha$ -tocophérol.

L'activité antioxydante des extraits méthanoliques contre le radical ABTS<sup>+</sup> et sur l'inhibition de la dégradation du  $\beta$ -carotène varie considérablement en fonction de la concentration en composés phénoliques. Les plus riches en composés phénoliques manifestent la meilleure activité.

Des corrélations significatives ont été établies entre les polyphénols totaux et les *ortho*-diphénols avec les activités antioxydantes des extraits étudiées à savoir : l'activité antiradicalaire contre le radical ABTS et de la dégradation du  $\beta$ -carotène, témoignant ainsi

que les composés phénoliques sont impliqués dans l'activité antioxydante et que leur teneur contrôle cette activité.

Au terme de cette étude, nous constatons que les huiles issues des coupages présentent une qualité, une composition et une activité antioxydante améliorée.

De nombreuses perspectives sont envisageables pour la poursuite du sujet. L'étude pourrait s'orienter sur :

- ✓ Etudier les caractéristiques organoleptiques ;
- ✓ L'élargissement de l'échantillonnage sur d'autres huiles alimentaires tel que l'huile de soja;
- ✓ Utiliser d'autre proportion de coupage pour avoir une huile bien équilibrée ;
- ✓ Réaliser des tests *in vivo* pour une meilleure évaluation de l'activité antioxydante de l'huile;
- ✓ Etudier l'activité antimicrobienne de l'huile et des extraits ;
- ✓ L'étude de la composition en acides gras.

# *Références bibliographiques*

## Références Bibliographiques

## A

**Aganchich B., El Antari A., Wahbi S., Tahi H., Wakrim R. and Serraj R.** 2008. Fruit and oil quality of mature olive trees under partial rootzone drying in field conditions. *Grasas y Aceites*. 59 (3): 225-233.

**Allalout A., Krichène D., methennik., Taamalli A., Oueslati I., Daoud D. and Zarrouk M.** 2009. Characterization of virgin olive oil from Super Intensive Spanish and Greek varieties grown in northern Tunisia. *Scientia Horticulturae*. 120: 77-83.

**Andrikopoulos N.K., Kalogeropoulos N., Falirea A. and Barbagianni, M. N.** 2002. Performance of virgin olive oil and vegetable shortening during domestic deep-frying and pan-frying of potatoes. *International Journal of Food Science and Technology*. 37(2): 177-190.

**Arts M.J.T.J., Dallinga J.S., Voss H.P., Haenen G.R.M.M. and Bast A.** 2004. A new approach to assess the total antioxidant capacity using the TEAC assay. *Food Chemistry*. 88: 567-57.

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

**Ayerdi Gotor A., Berger M., Labalette F., Centis S., Dayde J. and Calmon A.** 2007. Variability of minor components in sunflower (*Helianthus annuus* L.) oil from a multi-local study. In: *Current Advances in the Biochemistry and Cell Biology of Plant Lipids. Proceedings of the 17th International Symposium on Plant Lipids*. Edts : C. Benning and J. Ohlrogge. 248-252.

## B

**Baccouri B., Ben Temime S., Campeol E., Cioni P.L., Daoud D. and Zarrouk M.** 2007. Application of solid-phase microextraction to the analysis of volatile compounds in virgin olive oils from five new cultivars. *Food Chemistry*. 102 (3) : 850-856.

**Baccouri B., Zarrouk W., Baccouri O., Guerfel M., Nouairi I., Krichene D., Daoud D. and Zarrouk M.** 2008. Composition, quality and oxidative stability of virgin olive oils from some selected wild olives (*Olea europaea* L. subsp. *Oleaster*). *Grasas y Aceites*. 59 (4): 346-351.

**Baccouri B., Guerfel M., Zarrouk W., Taamalli W., Daoud D. and Zarrouk M.** 2010. Wild Olive (*Olea Europaea* L.) Selection for Quality Oil Production. *Journal of Food Biochemistry*. 35: 161-176.

**Bauer W J., Barlow P., Joshi P., Neo F. and Hui ling L.** 2010. Evaluation of commercially available rapid test kits for the determination of oil quality in deep-frying operation. *Food chemistry*. 121: 621-626.

**Beltran G., Ruano M.T., Jimenez A., Uceda M. and Aguilera M.P.** 2007. Evaluation of virgin olive oil bitterness by total phenol content analysis. *European Journal of lipid Science and Technologie*. 108 : 193-197.

**Ben Tekaya I. and Hassouna M.** 2007. Effets des chlorophylles, du bêta-carotène, de l'alphatocophérol, du tyrosol et de leurs interactions sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive tunisienne. 14:1.

**Besnard G., Baradat P., Breton C., Khadari B. and Bervillé A.** 2001. Olive domestication from structure of wild and cultivated populations using nuclear RAPDs and mitochondrial RFLPs. *Genet Sel Evol* 33 (Suppl 1): S251-S268.

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

**Boskou D.** 2006. Sources of natural phenolic antioxidants. *Trends in food Science & Technology*. 17:505-512.

**Boskou D.** 2009. Phenolic Compounds in Olives and Olive Oil in Olive oil: minor constituents and Health. Ed. CRC Press. Pp:11-44.

**Breton C., Médail F., Pinatel C. and Bervillé A.** 2006. De l'olivier à l'oléastre : origine et domestication de l'*Olea europaea* L. dans le Bassin méditerranéen. Institut méditerranéen d'écologie et de paléoécologie (Imep), CNRS Unité mixte de recherche (UMR) 6116, Université Paul Cézanne. Europole méditerranéen de l'Arbois. 15: 4.

## C

**Cabrini L., Barzanti V., Cipollone M., Fiorentini D., Grossi G., Tolomelli B., Zambonin L. and Landi L.** 2001. Antioxidants and total peroxyl radical-trapping ability of olive and seed oils. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 49 (12):6026-32.

**Carocho M. and Ferreira I. C. F. R.** 2013 "A Review on Anti-oxidants, Prooxidants and Related Controversy: Natural and synthetic compounds. Screening and Analysis Methodologies and Future Perspectives." *Food and Chemical Toxicology*. 51:15-25.

**Carrion Y., Ntinou M. and Badal E.** 2010. *Olea europaea* L in the North Mediterranean Basin during the Pleniglacial and the Early-Middle Holocene. *Quaternary Science Reviews*. 29: 952-968.

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

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

**Chimi H., Rahmani M., Cillard J. and Cillard P.** 1990. Autoxydation des Huiles d'Olive: Rôle des Composés Phénoliques. *Revue Française des Corps Gras* 37:363–367.

**Chimi H.** 2006. Technologies d'extraction de l'huile d'olive et gestion de sa qualité. *Bulletin Mensuel d'Information et de Liaison du Programme National de Transfert de Technologie en Agriculture*. 141: 1-4.

**Choe E., and Min, D.B.** 2009. Mechanisms of antioxidants in the oxidation of foods. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*. 8(4), 345-358.

**Commission Regulation.** 2012 EU No. 29/2012 on marketing standard for olive oil. *Official Journal of the European Communities*. L12, 14–26.

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

**C.O.I** 2013. Classification des huiles d'olive. Normes internationales applicables à l'huile d'olive et à l'huile de grignon d'olive. Conseil Oléicole International.

**Cossut J., Defrenne B., Desmedt C., Ferroul S., Garnet S., Roelstraete L., Vanuxeem M. and Vidal D.** 2002. Les Corps Gras: Entre Tradition et Modernité. *Gestion de la Qualité Nutritionnelle et Marketing des Produits Alimentaires*. 2 :1-64.

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

**Cuvelier M.E. and Maillard M.N.** 2012. Stabilité des huiles alimentaires au cours de leur stockage. *OCL* 2012. 19(2) : 125-132. doi : 10.1684/ocl.0440

## D

**Dabbou S., Brahmi F., Taamalli A., Issaoui M., Ouni Y., Braham M., Zarrouk M. and Hammami M.** 2010. Extra Virgin Olive Oil Components and Oxidative Stability from Olives Grown in Tunisia. *Journal of American Oil Chemist's Society*. 87: 1199-1209.

**Dabbou S., Selvaggini R., Urbani S., Taticchi A., Servili M. and Hammami M.,** 2011. Comparison of the chemical composition and the organoleptic profile of virgin olive oil from two wild and two cultivated Tunisian *Olea europaea*. *Chemistry and Biodiversity*. 8: 189-202.

**Dais P. and Boskou D.** 2008. Detection and Quantification of Phenolic Compounds in Olive Oil, Olives, and Biological Fluids. in *Olive Oil Minor Constituents and Health*. CRC Press. Pp : 55-107.

**De Leonardis A. and Macciola V.** 2012. Heat-oxidation stability of palm oil blended with extra virgin olive oil. *Environmental and Food Sciences. Food Chemistry* 135: 1769–1776.

**Denise J.** 1992. Raffinage des corps gras. *In Manuel des corps gras*. Ed. Tec et doc Lavoisier. (2) Pp: 789-881.

**Dobarganes C. and Velasco J.** 2002. Oxidative stability of virgin olive oil. *European Journal of Lipids and Science Technology*. 104 : 661-676.

**Doveri S. and Baldoni L.** 2007. Olive in Genome Mapping and Molecular Breeding in Plants. Ed C. Kole. *Fruits and Nuts*. 4 : 253-264.

**Durand A. and Terral J-F.** 2005. Regarder autrement le charbon de bois archéologique: l'exemple de l'irrigation des plantations d'oliviers en France méridionale et en Catalogne (IXe-XVe siècle). *Archéologie du Midi Médiéval*. 23-24 ; 75-92.

## *E*

**Espin J. C., Soler-Rivas C. and Wichers H. J.** 2000. Characterization of the total free radical scavenger capacity of vegetable oils and oil fractions using 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl radical. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 48 : 648–656.

## *F*

**Fakourelis N., Lee E.C. and Min D.B.** 1987. Effects of chlorophyll and carotenoid composition in virgin olive oils from various Spanish olive varieties. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. 27: 31.

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

**Fernandes P. and Cabral. J. M. S.** 2007. "Phytosterols: Applications and recovery methods". *Bioresource Technology* 98 (12): 2335-2350.

**Francois R.** 2001. Les industries des corps gras- Biochimie- Extraction Raffinage- Nuisances- Réglementation, I.P.E., Ed- Lavoisier, Paris . p132.

## *G*

**Galili E., Weinstein-Evron M. and Zohary D.** 1989. Appearance of olives in submerged Neolithic sites along the Carmel coast, *Journal of Israel Prehistoric Society*. 22: 95-97.

**Gandul-Rojas B. and Minguéz-Mosquera M.I.** 1996. Chlorophyll and carotenoid composition in virgin olive oils from various Spanish olive varieties. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. 72: 31-39.

**Garcia-Villalba R., Carrasco-Pancorbo A., Oliveras-Ferraros C., Vazquez-Martin A., Menendez J. A., Segura-Carretero A. and Fernandez-Gutierrez A.** 2010. Characterization and quantification of phenolic compounds of extra-virgin olive oils with anticancer properties by a rapid and resolute LC-ESI-TOF MS method. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*. 51: 416-429.

**Georgé S., Brat P., Alter P. and Amiot J.M.** 2005. Rapid determination of polyphenols and vitamin C in plant-derived products. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 53: 1370-1373.

**Gorinstein S., Leontowicz H., Antonin L., Leontowicz M., Ciz M., Krzeminski R., Gralak M., Czerwinski j., Jastrzebski Z., Trakhtenberg S., Grigelmo-miguel N., Soliva-fortuny R. and Belloso O-M.** 2002. Seed oils improve lipid metabolism and increase antioxidant potential in rats fed diets containing cholesterol . *Nutrition Research*. 23: 317-30.

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

**Giuffrida D., Salvo F., Salvo A., La Pera L. and Dugo G.** 2007. Pigments compositions in monovarietal virgin olive oils from various Sicilian olive varieties. *Food Chemistry*. 101: 833-837.

**Gunstone D F.** 2011. Vegetable oils in food technology composition,properties and uses. Edition Wiley-Blackwell. 2<sup>ème</sup> Ed.Pp 62-70.

**Gutierrez F., Villafranca M.J. and Castellano J.M.** 2002. Changes in the main components and quality indices of virgin olive oil during oxidation. *Journal of American Oil Chemist's Society*. 79 (7): 669-676.

## H

**Hannachi, H., Breton, C., Msallem, M., Ben El Hadj, S., El Gazzah, M. and Bervillé, A.** 2010. Genetic Relationships between Cultivated and Wild Olive Trees (*Olea Europaea L. Var. Europaea* and *Var. Sylvestris*) Based on Nuclear and Chloroplast SSR Markers. *Natural Resources*. 1, 95-103.

**Hannachi H., Nasri N., Elfalleh W., Tlili N., Ferchichi A. and Msallem M.** 2012. Fatty Acids, Sterols, Polyphenols and Chlorophylls of Olive Oils Obtained from Tunisian Wild Olive Trees (*Olea Europaea L. Var. Sylvestris*). *International Journal of Food Properties*, DOI: 10.1080/10942912.2011.584201.

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

**I**

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

**ISO 22000: Intenational Standard Organization.** 2005. Systèmes de management da la sécurité des denrées alimentaires. Exigences pour tout organisme appartenant à la chaine alimentaire.

**L**

**Lentz D. L., Pohl M. D., Alvarado J. L., Tarighat S. and Bye R.** 2008. "Sunflower (*Helianthus annuus* L.) as a pre-Columbian domesticate in Mexico". *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*. 105 (17): 6232-6237.

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

**Lumaret R., Ouazzani N., Michuad H., Vivier G., Deguilloux M-F. and Di Giusto F.** 2004. Allozyme variation of oleaster populations (wild olive tree) (*Olea europaea* L.) in the Mediterranean basin. *Heredity*. 92: 343-351.

**M**

**Maiuri M.C., De Stefano D., Di Meglio P., Irace C., Savarese M., Sacchi R., Cinelli M.P. and Carnuccio R.** 2005. Hydroxytyrosol, a phenolic compound from virgin olive oil, prevents macrophage activation. *Naunyn-Schmiedebergs Arch Pharmacol*. 371: 457-465.

**Manai-Djebali H., Krichène D., Ouni Y., Gallardo L., Sánchez J., Osorio E. and Zarrouk, M.** 2012. Chemical profiles of five minor olive oil varieties grown in central Tunisia. *Journal of Food Composition and Analysis*. 27(2): 109-119.

**Mannino S., Buratti S., Cosio M.S. and Pellegrini N.** 1999. Evaluation of the antioxidant power of olive oils based on a FIA system with amperometric detection. *Analyst*. 124: 1115-1118.

**Mateos R., Espartero J.L., Trujillo M., Rios J.J., Leon-Camacho M., Alcludia F. and Cert A.** 2001. Determination of phenols, flavones and lignans in virgin olive oils by solid-phase extraction and high performance liquid chromatography with diode array ultraviolet detection. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 49: 2185-2192.

**Matos L.C., Cunha S.C., Amaral J.S., Pereira J.A., Andrade P.B., Seabra R.M. and Oliveira B.P.P.** 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.

**Meftah H., Latrache H., Hamadi F., Hanine H., Zahir H. and El louali M.** 2014. Comparaison des caractéristiques physicochimiques des huiles d'olives issus de différentes zones de la région Tadla Azilal (Maroc). *Journal of Material and Environmental science*. 5(2) : 641-646.

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

**Minguez-Mosquera M.I., Rejano L., Gandul B., Higinio A. and Carido J.** 1991. Color pigment correlation in virgin olive oil. *Journal of American Oil Chemist's Society*. 68: 332-336.

**Minioti K.S. and Georgiou C.A.** 2010. Comparison of different tests used in mapping the Greek virgin olive oil production for the determination of its total antioxidant capacity. *Grasas y Aceites*. 61 (1): 45-51.

**Miquel-Becker E., Niessen L.R. and Skibsted L.H.** 2004. Antioxidant evaluation protocols : food quality or health effects. *European Food Research and Technology*. 219 : 561-571.

**Monfreda, M., Gobbi, L. and Grippa, A.** 2012. Blends of olive oil and sunflower oil: Characterisation and olive oil quantification using fatty acid composition and chemometric tools. *Food Chemistry*. 134 : 2283–2290.

**Morello J.R., Vuorela S., Romero M.P., Motilva M.J. and Heinonen M.** 2005. Antioxidant activity of olive pulp and olive oil phenolic compounds of the *Arbequina* cultivar. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 53: 2002-2008.

## N

**Nissiotis M. and Tasioula-Margari M.** 2002. Changes in antioxidant concentration of virgin olive oil during thermal oxidation. *Food Chemistry*. 77: 371-6.

## O

**Ocakoglu D., Tokatli F., Ozen B. and Korel F.** 2009. Distribution of simple phenols, phenolic acids and flavonoids in Turkish monovarietal extra virgin olive oils for two harvest years. *Food Chemistry*. 113: 401-410.

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

**Ollivier D., Pinatel C. and Artaud J.** 2005. Base de données établie à partir des valeurs observées sur les huiles de 46 variétés cultivées en France. *Le Nouvel Olivier*. 44 : 12-17.

**Ollivier D., Artaud J., Pinatel C., Durbec J-P. and Guérère M.** 2006. Differentiation of French virgin olive oil RDOs by sensory characteristics, fatty acid and triacylglycerol compositions and chemometrics. *Food Chemistry*. 97: 382–393.

**Ouni Y., Guerfi M., Ben Yahia L. and Zarrouk M.** 2012. Characterization and quantification of phenolic compounds of extra-virgin olive oils according to their blending proportions. *African journal of biotechnology*. 13(12): 1386-1392.

**Owen, R. W., Haubner, R., Würtele, G., Hull, W. E., Spiegelhalder, B. and Bartsch, H.** 2004. Olives and olive oil in cancer prevention. *European Journal of Cancer Prevention*. 13 (4), 319-326.

## *P*

**Pages X., Morin O., Birot C., Gaud M., Fazeuilh S. and Gouband M.** 2010. Raffinage des huiles et des corps gras et élimination des contaminants. *Oléagineux , Corps Gras, Lipides*. 17(2) : 86-99.

**Pages, X.** 2012. Process et qualité. *Oléagineux, Corps Gras, Lipides*. 19(6) : 313-316.

**Papadopoulos, G. and Boskou, D.** 1991. Antioxidant effect of natural phenols on olive oil. *Journal of the American Oil Chemists Society*. 68(9): 669-671.

**Pardo J. E., Cuesta M. A. and Alvarruiz A.** 2007. Evaluation of potential and real quality of virgin olive oil from the designation of origin “Aceite Campo de Montiel”(Ciudad Real, Spain). *Food Chemistry*. 100(3): 977-984.

**Paz Romero M., Tovar M.J., Ramo T. and Motilva J.** 2003. Effect of crop season on the composition of virgin olive oil with protected designation of origin “Les Garrigues”. *Journal of American Oil Chemist’s Society*. 8 (5): 423-430.

**Pellegrini N. and Battino M.** 2006. Total antioxydant capacity of olive oil. *In Olive Oil and Health*. Ed J.L Quiles, M. C. Ramirez Tortoza and P Yaqcob. CAB International. Pp 63-71.

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

**Psomiadou E., Tsimidou M. and Boskou, D.** 2000. Alpha-Tocopherol content of Greek virgin olive oils. *Journal of Agricultural and food chemistry*. 48(5): 1770-1775.

## Q

**Quiles J.L., Ramirez-Tortosa M.C., Gomez A.J., Huertas J.R. and Mataix J.** 2002. Role of vitamin E and phenolic compounds in the antioxidant capacity, measured by ESR, of virgin olive, olive and sunflower oils after frying. *Food Chemistry*. 76:461-8.

## R

**Rahmani M. and Saad L.** 1989. Photooxydation des huiles d'olive : Influence de la composition chimique. *Revue Française des Corps Gras*. 36: 355- 360.

**Rahmani M.** 2009. Formulation des coupages et impacts sur la qualité de l'huile d'olive vierge. Journée Méditerranéennes de l'Olivier du 19 au 21 octobre 2009 à Meknès.

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

**Re R., Pellegrini N., Proteggente A., Pannala A., Yang M. and Rice-Evans C.** 1999. Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. *Free Radical Biology and Medicine*. 26: 1231-1237.

**Roca M., and Mínguez-Mosquera M. I.** 2001. Changes in chloroplast pigments of olive varieties during fruit ripening. *Journal of agricultural and food chemistry*. 49(2): 832-839.

**Roche J., Essahat A., Bouniols A., El Asri M., Mouloungui Z., Mondières M. and Alghoum M.** 2004. Diversified composition of sunflower (*Helianthus annuus* L.) seeds within cultural practices and genotypes (hybrids and populations). *Helia*. 40: 73-98.

**Roche J., Bouniols A., Mouloungui Z., Barranco T. and Cerny M.** 2006. "Management of environmental crop conditions to produce useful sunflower oil components". *European Journal of Lipid Science and Technology*. 108 (4): 287-297.

## S

**Salas J. J., Sánchez J., Ramli U. S., Manaf A. M., Williams M. and Harwood, J. L.** 2000. Biochemistry of lipid metabolism in olive and other oil fruits. *Progress in lipid research*. 39 (2): 151-180.

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

**Sánchez-Muniz F. J., Bastida S., Gutiérrez-García O. and Carbajal A.** 2009. Olive oil-diet improves the simvastatin effects with respect to sunflower oil-diet in men with increased cardiovascular risk: a preliminary study. *Nutr Hosp.* 24(3) : 333-9.

**Sebei K., Boukhchina S. and Kallel H.** 2007. Évolution des tocophérols en relation avec les acides gras insaturés au cours de la maturation des graines de colza de printemps (*Brassica napus* L.). *Comptes Rendus Biologies.* 330(1): 55-61.

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

**Solinas M. and Cichelli A.** 1981. Sulla Determinazione delle Sostanze Fenoliche dell'Olio di Oliva, *Rivista Società Italiana Science Alimenter.* 3: 159–164.

**Stark A.H. and Madar P.Z.** 2002. Olive Oil as a Functional Food: Epidemiology and Nutritional Approaches. *Nutrition Reviews.* 60 : 170-176.

**Stefanouadaki E. and Koutsaftakis A.** 1995. Les caractéristiques qualitatives de l'huile d'olive crétoise. *Olivae.* 56: 51-53.

## T

**Tasan M. and Demirci M.** 2005. "Total and individual tocopherol contents of sunflower oil at different steps of refining". *European Food Research and Technology.* 220 (3-4): 251-254.

**Terral J.F.** 2000. Exploitation and management of the olive tree during prehistoric times in Mediterranean France and Spain. *Journal of Archaeological Science.* 27: 127–133.

**Tovar J., Motilva M.J. and Romero P.M.** 2001. Changes in the phenolic composition of virgin olive oil from young trees (*Olea europaea* L. cv. Arbequina) grown under linear irrigation strategies. *Journal of Agricultural Food Chemistry.* 49(11): 5502-5508.

**Tripoli E., Giammanco M., Tabacchi G., Di Majo D., Giammanco S. and La Guardia M.** 2005. The phenolic compounds of olive oil: structure, biological activity and beneficial effects on human health. *Nutrition Research Reviews.* 18: 98-112.

**Tuberoso C.I.G., Kowalczyk A., Sarritzu E. and Cabras P.** 2007. Determination of antioxidant compounds and antioxidant activity in commercial oilseeds for food use. *Food Chemistry.* 103: 1494-1501.

**Tuck K.L. and Hayball P.J.** 2002. Major phenolic compounds in olive oil: Metabolism and health effects. *Journal of Nutritional Biochemistry.* 13: 636- 644.

## V

**Velasco J. and Dobarganes C.** 2002. Oxidative stability of virgin olive oil. *European Journal of Lipids and Science Technology*. 104: 661–676.

**Visioli F. and Galli C.** 1998. Olive oil polyphenols and their potential effects on human health. *Journal of Agricultural and Food chemistry*. 46 : 4292-4296.

**Visioli F., Bellomo G. and Galli, C.** 1998. Free radical-scavenging properties of olive oil polyphenols. *Biochemical and biophysical research communications*. 247(1) : 60-64.

**Visioli F., Borsani L. and Galli C.** 2000. Diet and prevention of coronary heart disease: the potential role of phytochemicals. *Cardiovascular Research*. 47(3) : 419-425.

**Visioli F. and Galli C.** 2002. Biological Properties of Olive Oil Phytochemicals. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*. 42(3): 209-221.

**Vissers M.N., Zock P.L. and Katan M.B.** 2004. Bioavailability and antioxidant effects of olive oil phenols in humans: a review. *European Journal of Clinic Nutrition*. 58: 955–965.

## W

**Werner J.B., Badoud, R., Löliger, J. and Etournaud, A.** 2010. Science et technologie des aliments: Principes de chimie des constituants et de technologie des procédés. Presses polytechniques et universitaires Romandes. 163-179.

## Y

**Yang C.S., Landou J.M., Huang M.T. and Newmark H.L.** 2001. Inhibition Of Carcinogenesis By Dietary Polyphenolic Compounds. *Annual Reviews Nutrition*. 21 :381-406.

**Yang J.G., Wang Y-H., Yang Bo., Mainda G. and Guo Y.** 2006. Degumming of Vegetable Oil by a New Microbial Lipase. *University of Technology, China. Technol. Biotechnol.* 44 (1): 101–104.

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

## Z

**Zohary D.** 1995. Olive. *Olea europaea* (oleaceae) In: Smartt J. and Simmonds N.W. (eds), *Evolution of Crop-Plants*. Longmans. London. 279-382.

*Annexes*

**Tableau I.** Les différentes catégories d'huile d'olive et leurs critères de qualité (COI, 2013).

<b>Huiles</b> <b>Paramètres</b>	<b>Huile d'olive extra vierge</b>	<b>Huile d'olive vierge</b>	<b>Huile d'olive vierge courante</b>	<b>Huile d'olive vierge lampante</b>	<b>Huile d'olive raffinée</b>
<b>Acidité libre</b> % m/m exprimée en acide oléique	< 0,8	< 2,0	< 3,3	> 3,3	< 0,3
<b>Indice de peroxyde</b> En milliéquivalents d'oxygène des peroxydes par kg d'huile	< 20	< 20	< 20	non limité	< 5
<b>Absorbance dans UV</b>					
-K232	≤ 2,5	≤ 2,6		/	
-K270	≤ 0,22	≤ 0,25	≤ 0,3	/	< 1,10

**Tableau II.** Composition de l'huile d'olive en acides gras (COI, 2013).

<b>Acide gras</b>	<b>symboles</b>	<b>Composition%</b>
Acide 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	3,50 - 21,00
Acide linoléinique	C18 :3	< 1,00
Acide arachidique	C20 :0	< 0,60
Acide gadoléique	C20 :1	< 0,40
Acide béhénique	C22 :0	< 0,20
Acide lignocérique	C24 :0	< 0,20

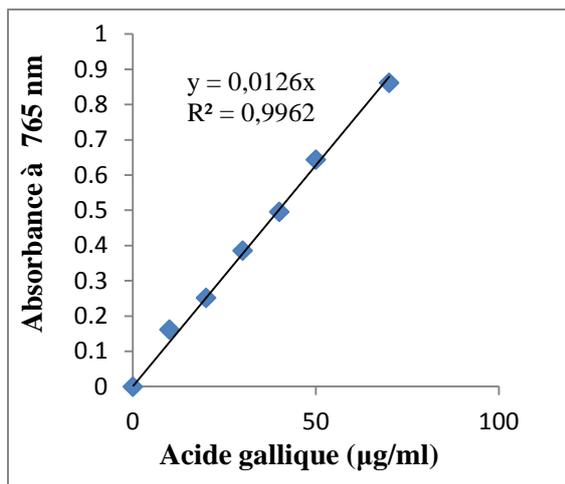
**Tableau III.** Composition de l'huile de tournesol en acides gras (Roche et *al.*, 2004).

Acide gras	symboles	teneur (%)
Acide myristique	C14:0	< 0,5
Acide palmitique	C16 :0	5-8
Acide palmitoléique	C16 :1	< 1,0
Acide stéarique	C18 :0	3 – 7
Acide oléique	C18 :1	14-39
Acide linoléique	C18 :2	48 – 74
Acide linoléinique	C18 :3	< 0,5
Acide arachidique	C20 :0	< 0,7
Acide gadoléique	C20 :1	< 1,5
Acide béhénique	C22 :0	< 1,0
Acide lignocérique	C24 :0	< 0,5

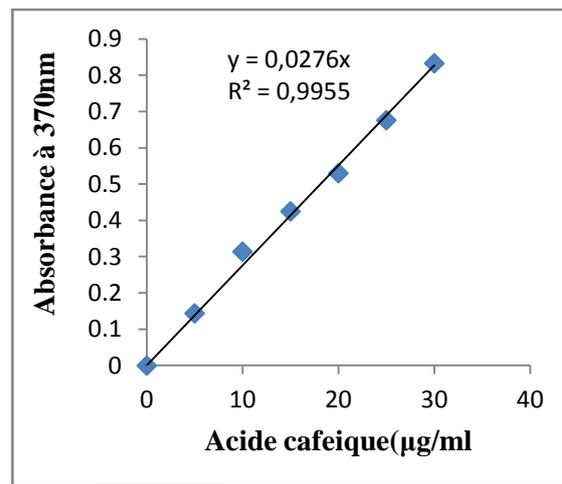
**Tableau IV.** Valeurs énergétiques dans 100g d'huile de tournesol (ISO 22000,2005)

Valeur énergétiques	3700Kj/ (900Kcal)
Acide gras saturés	10g
Acide gras monoinsaturés	30g
Acide gras polyinsaturés	60g
Vitamine A	1200 µg (150% AJR)
Vitamine D	7,5 µg (150% AJR)
Vitamine E	80 mg (800% AJR)
Cholestérol	Néant

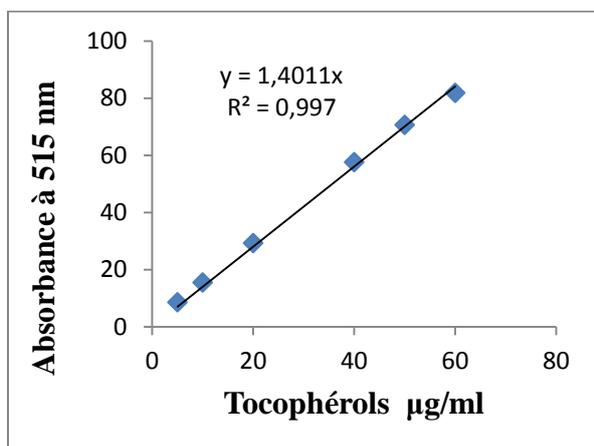
**AJR :** Apport journalier recommandé.



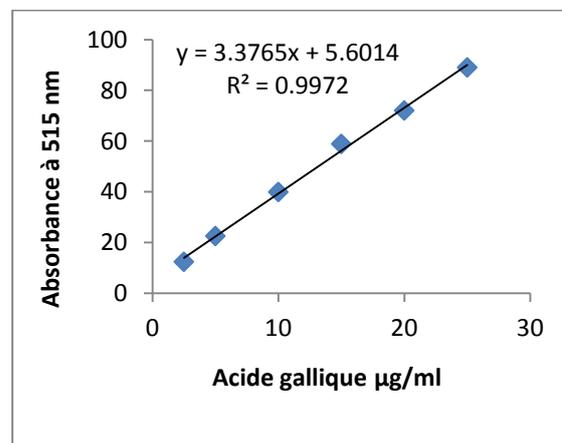
**Figure 1 :** Courbe d'étalonnage pour le dosage des polyphénols totaux.



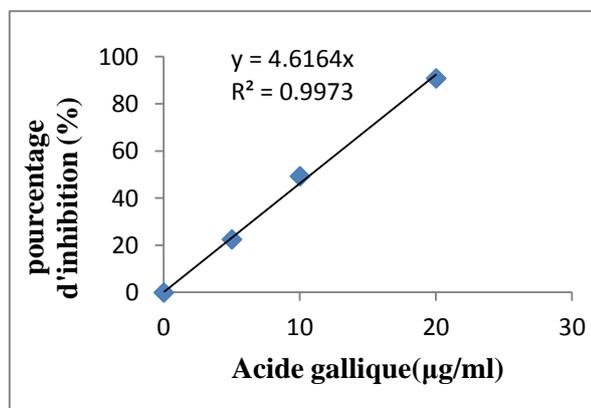
**Figure 2 :** Courbe d'étalonnage pour le dosage des *ortho*-diphénols.



**Figure 3:** Courbe d'équivalence des tocophérols pour l'activité antiradicalaire de l'huile contre le radical DPPH.



**Figure 4:** Courbe d'équivalence pour l'activité antiradicalaire de l'huile contre le radical DPPH.



**Figure 5 :** Le pouvoir antiradicalaire des extraits méthanoliques contre le radical ABTS<sup>·+</sup>

Tableau V. Matrice de corrélations ( $p < 0,05$ )

	Acidité	IP	K232	K270	CAROT	CHLORO	POLY_TT	Ortho	ABTS_INH	ABTS_EQU	DPPH_INH	DPPH_EQU	EC 50	B_CAROTE
Acidité	1													
IP	-0.07	1												
K232	-0.82	0.27	1											
K270	-0.71	-0.58	0.54	1										
CAROT	0.95	-0.00071	-0.9	-0.79	1									
CHLORO	0.92	-0.11	-0.87	-0.67	0.96	1								
POLY_TT	0.61	0.68	-0.35	-0.96	0.66	0.56	1							
Ortho	0.32	0.82	0.057	-0.79	0.33	0.25	0.91	1						
ABTS_INH	0.4	0.79	-0.26	-0.9	0.49	0.31	0.91	0.83	1					
ABTS_EQU	0.41	0.78	-0.26	-0.9	0.5	0.32	0.91	0.83	0.99	1				
DPPH_INH	-0.92	-0.12	0.72	0.83	-0.94	-0.92	-0.77	-0.54	-0.53	-0.53	1			
DPPH_EQU	-0.91	-0.14	0.73	0.85	-0.94	-0.9	-0.78	-0.55	-0.57	-0.57	0.99	1		
EC_50	0.91	0.11	-0.71	-0.82	0.93	0.91	0.77	0.53	0.53	0.53	-0.99	-0.99	1	
B_CAROTE	0.41	0.32	0.11	-0.42	0.28	0.34	0.57	0.71	0.27	0.27	-0.57	-0.54	0.56	1

## **Résumé**

La présente étude porte sur la détermination des paramètres de qualités de la composition en pigments et en polyphénols et l'évaluation de l'activité antioxydante de l'huile d'olive commercial ifri, l'huile d'olive sauvage, l'huile de tournesol et les coupages correspondant à ces huiles à savoir « 25% sauvage/75% ifri » et « 25% sauvage/ 75% tournesol ».

Les résultats des indices de qualité ont permis de classer l'huile d'oléastre et Ifri dans la catégorie « extra vierge ». Les résultats montrent également que les teneurs en polyphénols totaux et en *ortho*-diphénols sont appréciables pour les échantillons d'huiles étudiées excepté l'huile de tournesol qui note les teneurs minimales (1,71mg E.A.G/Kg). Une augmentation des taux en polyphénols et *ortho*-diphénols est constaté pour les coupages réalisés grâce aux teneurs appréciables notées pour l'huile d'oléastre (195,39mg E.A.G/Kg et 23,72mg E.A.C/Kg respectivement). L'activité antiradicalaire de l'huile contre le radical DPPH varie d'un échantillon d'huile à un autre, l'huile de tournesol présente la meilleure activité antiradicalaire (183,73mg E.A.G./Kg) suivie du coupage sauvage/tournesol (181,25mg E.A.G./Kg) L'activité antioxydante des extraits méthanoliques contre le radical ABTS<sup>+</sup> et l'inhibition de la dégradation du  $\beta$ -carotène varie considérablement en fonction de la concentration en composés phénoliques. Les plus riches en composés phénoliques manifestent la meilleure activité. Au terme de cette étude, nous constatons que l'huile d'oléastre utilisée pour réaliser les coupages améliore la composition et l'activité antioxydante des autres huiles.

**Mots clés** : huile d'olive, oléastre, tournesol, coupage des huiles, polyphénols, *Ortho*-diphénols, Activité antioxydante.

## **Abstract**

This study aimed to the determination of quality parameters, the composition on pigment and polyphenols and the evaluation of antioxydant activity of Ifri commercial olive oil, wild olive oil, refined sunflower oil and the corresponding blends which are «25% wild/75% Ifri» and «25% wild/75% sunflower».

The evaluation of the quality index of these oil permits to classify oils from IFRI and oleaster and the blend corresponding to these two oils as extra virgin olive oil. The results show that the levels of total phenols and *ortho*-diphenols are significant for the oils methanolic extracts studied except sunflower oil which showed the minimum levels (1,71 mg EAG / kg and 0,48 mg EAC / Kg respectively). An increasing on the polyphenols and *ortho*-diphenols levels have been detected for the two realized blends, thanks to the appreciable levels of oleaster oil (195,39 et 23,72mg E.A.C/Kg respectively). The radical scavenging activity of oils against DPPH varied from one sample to another, sunflower oil has the best antiradical activity (183,73 EAG mg / kg), followed by the blend oleaster/sunflower oil (181,25mg E.A.G./Kg). The antioxidant activity of the methanolic extracts against ABTS<sup>+</sup> And inhibition of degradation of  $\beta$ -carotene varied considerably depending on the concentration of phenolic compounds. The results of this study show that the use of wild olive oil to make blends enriched other oils and allowed us to obtain balanced chemical oils.

**Keywords**: olive oil, wild olive, sunflower oil, blending oils, polyphenols, *Ortho*-diphenols, antioxidant activity.