



Université Mohamed Khider de Biskra
Faculté des sciences exactes et des sciences de la nature et de la vie
Département des sciences de la nature et de la vie

Référence / 2021

Mémoire de Master

Domaine : science de la nature et de la vie
Filière : Sciences biologiques
Spécialité : Biochimie Appliquée

Présenté et soutenu par :
Achour kaouthar Elyasmine et Soltani Aicha

Le: lundi 28 juin 2021

Etude de quelques caractéristiques physico-chimique de l'huile d'olive de la région de l'Outaya

Jury :

M.	Derradji yasine	MAB	Université Mohamed Khider Biskra	Président
Mme.	MARZOUGUI Imene	MCB	Université Mohamed Khider Biskra	Rapporteur
Mme.	Bellebcir Leila	MAA	Université Mohamed Khider Biskra	Examineur

Année universitaire : 2020-2021

Remerciement

Avant tout, je remercie Dieu tout puissant de m'avoir donné le courage, la patience et la volonté d'entamer et de terminer ce mémoire.

Mes sincères remerciements s'adressent à mon encadreur M^{me} Marzougui Imene, maitre assistante à la faculté de science de la nature et de la vie université Mohamed Khider, pour leurs conseils, sa présence durant tous notre travail.

Nous remercions également les membres du jury, pour avoir donné de leur temps et de leur énergie afin de suivre les étapes de notre travail.

Nous remercions également l'équipe du laboratoire du CSTRA et laboratoire Amrane (laboratoire de contrôle de qualité) sur leur patience et leurs conseils qui nous ont aidés et alimenter notre réflexion.

Nous vifs remerciement vont aux propriétaires des vergers de l'Outaya pour leur collaboration et pour les échenillions d'olives pour la réalisation des analyses.

Un grande merci au responsable du laboratoire de science de la matière faculté de science de la nature et de la vie et science exacte, le responsable du laboratoire de faculté des sciences et de la technologie, laboratoire Achour Farid d'analyse médical et Med Djanaihi vente de matériel médical qui nous a offert les réactifs et le matériel dont on a besoin dans notre travaille

Nous exprimons nos sincères remerciement à tous les professeurs intervenants et toutes les personnes qui par leur paroles, leur conseils et leur critique ont guidé notre réflexion

Et en fins nos sincères remerciements à tous ceux et celles, de près ou de loin, qui ont permis par leur conseils et leurs compétence la réalisation de ce mémoire.

Dédicace

En premier lieu je remercie Allah le tout puissant de m'avoir
Donné la volonté, la santé et le courage pour réaliser ce travail.

Je dédie ce travail :

A mes chers parents

Ma chère Maman Salima

Nul mot ne parviendra jamais à exprimer l'amour que je te porte.

ton amour, ta patience, ton encouragement et tes prières ont été pour moi le gage de la réussite. J'espère que ce travail soit à tes yeux le fruit de tes efforts et témoignage de ma profonde affection.

Mon cher Papa Farid

Signe de fierté et d'honneur, ce travail est le vôtre, Inchalah tu trouveras ici toute mon affection et ma profonde gratitude pour toutes ces années de sacrifice pour moi.

A mes chers frère Amine et Islem pour leur soutien moral

Une mention spéciale à ma chère amis Rahali Maha pour son encouragement, sa grande disponibilité et son amabilité sans limite.

A tous mes amies, mes collègues et tous les étudiant de notre

Promotion.

Kaouthar Elyasmine

Dédicace

A l'aide du dieu tout puissant, qui m'a tracé le chemin de ma vie,

Je dédie humblement ce travail avec une grande fierté et comme geste de gratitude:

A ma très chère mère Nadia : affable, aimable honorable, vos sacrifices, votre soutien
m'ont permis de réussir mes études.

A mon cher père Youcef : aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour, l'estime, le respect que j'ai toujours eus pour vous. Vous étiez toujours ma source d'inspiration et de

Courage. Là où je suis arrivée aujourd'hui c'est à vous mes chers

Parents que je le dois, que Dieu vous garde.

Aicha

Liste des tableaux

Tableau 2. Orientation variétale de l'olivier en Algérie	7
Tableau 4. Pourcentage des principaux stérols de l'huile d'olive	10
Tableau 5. Structure de Tocophérol	12
Tableau 6. Les propriétés d'échantillonnages.....	18
Tableau 7. Caractéristiques des variétés d'olive étudiées.....	19
Tableau 8. Résultats de screening phytochimique des fruits de l'olivier.....	36
Tableau 9. Résultat de teneur de l'huile chez trois variétés.....	39
Tableau 10. Caractéristique physicochimique de l'huile d'olive relatives aux trois variétés....	39
Tableau 11. Teneur de caroténoïde exprimé en ppm.....	44
Tableau 12. Teneur de chlorophylle exprimé en ppm.....	45

Liste des figures

Figure 1. Situation de plain de l'Outaya	17
Figure 2. Variété Chemlal	19
Figure 3. Variété Ségoise	19
Figure 4. Variété Limli	20
Figure 5. Caractéristique morphologique de la variété Chemlal.....	21
Figure 6. La variété Ségoise	21
Figure 7. La variété Limli	22

Liste des abréviations

°C	: Degré Celsius
A%	: Acidité
A	: Absorbance
AGMI	: acide gras mono insaturé
AGPI	: acide gras poly insaturé
CRSTRA	: Centre de recherche scientifique et technique
C.O.I	: Conseil Oléicole International
FAO	: Food and Agriculture Organisation
Fe Cl ₃	: Chlorure de fer
H%	: Humidité
HCL	: Acide Chlorhydrique
H ₂ SO ₄	: Acide sulfurique
H ₃ PMO ₁₂ O ₄₀	: Acide phosphomolybdique
H ₃ PW ₁₂ O ₄₀	: acide phospho-tungastique
HgCl ₂	: Chlorure de mercure
HDL	: High Dencity Lipoprotéine
IA	: Indice d'acidité
I _E	: Indice d'ester
IMP	: Taux d'importé insoluble
IP	: Indice de Peroxyde
IS	: Indice de Saponification

ISO	: Organisation Internationale de Normalisation
K232	: coefficient d'extinction spécifique 232
K272	: coefficient d'extinction spécifique 272
KI	: Iodure de potassium
KOH	: Hydroxyde de potassium
LDL	: Low Density lipoprotéine
Méq	: mili équivalent
N	: Normalité
Na ₂ CO ₃	: Carbonate de Soude
Na ₂ SO ₃	: sulfite de di sodium
Na ₂ S ₂ O ₃	: Thiosulfate de Sodium
NH ₄ OH	: Hydroxyde d'ammonium
Ppm	: Partie par million
OH	: hydroxyde
RF-C	: Folin Ciocalteu
T°	: Température
TAG	: traicylglycérole
TE	: Teneur en eau
UV	: Ultraviolet
A	: Alpha
β	: Beta
γ	: Gamma

Sommaire

Liste des tableaux	
Liste des figures	
Liste des abréviations	
Introduction.....	1

Première partie synthèse bibliographique

Chapitre 1 généralité sur l'Olivier

1.1	Généralités sur l'olivier.....	5
1.2	Description botanique.....	5
1.3	Classification.....	5
1.4.	Principales variétés d'oliviers.....	6
1.4.1	Les variétés d'oliviers dans le monde.....	6
1.4.2	Les variétés d'oliviers en Algérie.....	6
1.5	l'olive	7

Chapitre 2 Huile d'olive et sa composition

2.1	Huile d'olive.....	10
2.2	Composition chimique de l'huile d'olive.....	10
2.2.1	Fraction saponifiable.....	10
2.2.1.1	Acides gras.....	10
2.2.1.2	Triglycérides.....	11
2.2.2	Composition de la fraction insaponifiable.....	11
2.2.2.1	Stérols.....	11
2.2.2.2	Tocophérols.....	11
2.2.2.3	Pigments colorant.....	12
A.	Pigments Caroténoïdes.....	12
B.	Chlorophylles.....	12
2.2.2.4	Composés phénoliques	12
2.2.2.5	Autres composés.....	13
A.	Hydrocarbures.....	13
B.	Alcools tri terpéniques.....	12

C.	Phospholipides.....	12
2.3	Effets bénéfiques de l'huile d'olive sur la santé.....	13
2.3.1	Huile d'olive et le cholestérol et le système cardio-vasculaire.....	13
2.3.2	Huile d'olive et le cancer.....	14
2.3.3	Autres effets de l'huile d'olive	14

Deuxième partie étude expérimentale

Chapitre 3 matériel et méthodes

3.1	Matériel Méthodes.....	17
3.1.1	Présentation de la zone d'étude.....	17
3.1.2	Localisation géographique de la zone d'étude.....	18
3.1.3	Description des cultivars.....	18
3.1.4	Caractère morphologique des Variétés.....	20
A.	Chemlal.....	20
B.	Ségoise.....	21
C.	Limli.....	22
3.1.5	Protocole expérimental.....	22
3.1.5.1	Étude phytochimique du Fruit.....	22
A.	Tanin.....	23
B.	Alcaloïde.....	23
C.	Flavonoïdes.....	23
D.	Saponosides.....	23
E.	Terpènes et stérols.....	23
F.	Anthocyanes.....	24
3.2.5	Teneur en l'huile.....	24
3.3	Analyse des caractéristiques physico-chimiques des huiles d'olive.....	24
3.3.1	L'humidité (teneur en eau).....	25
3.3.2	L'indice de réfraction.....	26
3.3.3	L'indice De saponification	26
3.3.4	L'indice de peroxyde.....	27
3.3.5	L'indice d'ester.....	28
3.3.6	Dosage L'acidité libre.....	29
3.3.7	Taux d'impuretés insoluble (IMP).....	30

3.3.8	État d'oxydation des huiles extinction spécifique.....	31
3.4	Dosage des phénols totaux.....	31
3.5	Les pigments colorants	32
3.5.1	Détermination de caroténoïdes.....	33
3.5.2	Détermination de chlorophylle.....	33

Chapitre 4 résultats et discussion

4.1	Test phyto-chimique des fruits <i>d'olea europaea L.</i>	36
A.	Tanin.....	37
B.	Alcaloïde.....	37
C.	Anthocyanes.....	37
D.	Flavonoïdes.....	38
E.	Saponosides.....	38
F.	Terpène et stérols.....	38
4.2	Teneur en huile.....	38
4.3	Analyse des caractéristiques physico-chimiques des huiles d'olive.....	39
4.3.1	Détermination de l'humidité	39
4.3.2	L'indice de réfraction.....	40
4.3.3	L'indice De saponification.....	40
4.3.4	L'indice de peroxyde.....	40
4.3.5	L'indice d'ester.....	41
4.3.6	L'acidité.....	41
4.3.7	Indice d'acide.....	41
4.3.8	Taux d'impuretés insoluble(IMP).....	42
4.3.9	Etat d'oxydation des huiles extinction spécifique.....	42
4.4	Dosage des phénols totaux.....	43
4.5	Les pigments colorants.....	44
4.5.1	Détermination de caroténoïdes.....	44
4.5.2	Détermination de chlorophylle.....	45
	Conclusion.....	47

Références bibliographiques

Annexe

Introduction

Introduction

Depuis des siècles une fascinante histoire situe l'origine de l'olivier dans les territoires du Moyen-Orient décrit l'implantation dans tous les environnements riverains du bassin méditerranéen dans de nombreuses autres zones adaptées à sa culture. L'huile d'olive, elle est la plus ancienne huile alimentaire connue (Fatati *et al.*, 1994).

De nos jours de nombreuses études scientifiques confirment leur importance dans alimentation saine sur la santé, en diminuant le risque des maladies cardiaques en empêchant la formation de caillot sanguin causant les infarctus. Elle améliore la santé du cœur en permettant aussi de diminuer le taux sanguins du mauvais cholestérol et des triglycérides causant ces problèmes (Benabid, 2009).

Ces bienfaits ont été liés à sa composition en acides gras bien-équilibrée, où l'acide oléique C18 est composant principal et à la présence des composés mineurs, tels que les vitamines et les antioxydants naturels (Benabid, 2009).

L'olivier est réputé pour sa grande rusticité, lui permettant de se développer et de fructifier sous des conditions de climat subaride et sur des sols parfois très pauvres. Il supporte parfaitement la sécheresse, mais ses productions seront faibles et souvent aléatoire, il est traditionnellement cultivé dans le bassin méditerranéen (Artaud, 2008).

La culture de l'olivier occupe une place importante dans l'agriculture de nombreux pays du bassin méditerranéen, à la fois pour répondre aux besoins alimentaire et pour l'apport non négligeable en devises (Mensouri, 2011) permis ces pays L'Algérie, dont l'oléiculture a une importance particulière, occupant 33% des superficies cultivées comparativement aux autres cultures fruitières (palmier dattier 20,09%, agrumes : 8.04%, figuier : 6,05%). Il existe plus de 150 variétés d'olivier plus ou moins cultivées (Benaziza et semad, 2016) ; sa richesses en biodiversité variétale, avec une stratégie de plantation d'un million d'hectare. Cette politique a permis à la surface *oléicole* Algérienne de passer de 350.000 hectares en 2012 à 471.657 hectares en 2017 (Oreggia, 2017).

L'évolution de la consommation de l'huile d'olive vierge à l'échelle internationale dépend de sa qualité. Celle-ci est fondée sur des normes internationales définies par Conseil Oléicole International. Par ailleurs, les paramètres de qualité et d'authenticité sur les quels les normes sont fondées se trouvent très influencé par plusieurs facteurs et par leurs interactions, à savoir : la variété (Cavusoglu et Oktar, 1994), l'environnement, les techniques culturales

(Cimato, 1990 ; Dettori et Russo, 1993), l'époque de récolte et les technique d'extraction (Kiritsakis et *al.*, 1990 ; Di Giovacchino,1991) .

L'objectif de notre travail est de réaliser une analyse physico-chimique de trois variétés de l'huile d'olive dans la région de l'Outaya. Ce modeste travaille est abordé en deux parties :

- La première partie est une synthèse bibliographique divisée en deux chapitres :

Le premier chapitre est consacré à des généralités sur l'olivier, alors que le second abordera l'huile d'olive et sa composition.

- Une deuxième partie sur l'étude expérimentale, qui décrit le matériel et méthode Physico-chimique et biologiques dans le cadre de cette étude

-Enfin, un troisième chapitre présente les résultats obtenus ainsi que leurs discussions

Première partie
Synthèse
Bibliographique

Chapitre 1

Généralité sur l'olivier

1.1 Généralité sur l'olivier

L'olivier (*Olea europaea* L.) est parmi les plus vieux arbres cultivés dans le monde, sa culture remonte à la plus haute antiquité ; c'est l'un des arbres les plus caractéristiques de la région méditerranéenne; il a une grande importance nutritionnelle, sociale, culturelle et économique sur les populations de cette région (Liphschitz *et al.*, 1991)

Autre fois, l'olivier a été associé à des vertus telles que la sagesse, la paix, la victoire, la richesse et la fidélité (Besnard *et al.*, 2001), il peut vivre jusqu'à 1000 ans. Il est parfaitement adapté au climat méditerranéen. Associé à diverses civilisations, l'olivier constitue de nos jours le trait d'union entre les pays méditerranéens.

Dans la religion islamique, le coran parle de cette arbre (sourate XXII « les croyants, verset 20 ») et sourate XXIV « la lumière, verset 35 »).

1.2 Description botanique

L'olive (*Olea europaea* L.) est une drupe à peau lisse, a enveloppe charnue renfermant un noyau très dur, osseux, qui contient une graine. Sa forme ovoïde est typique. Sa couleur est obtenue lors d'une trituration des fruits (du péricarpe et non de la graine) (Gigon *et al.*, 2010). L'olivier possède un tronc court, gros et tordu et parfois tortueux, et une tête large pourvue de branches hautes de 4 ou 5 mètres. Ses feuilles sont opposées, persistantes et coriaces entières et d'une forme elliptique très étroite et pointue. Elles sont vertes et brillantes par la gerbe. Les fleurs sont blanches, elles sont hermaphrodites et très petites et elles se présentent comme des grappes axillaires (Moussouni, 2016).

1.3 Classification :

Olea est nom commun d'environ 35 espèces d'arbustes et d'arabes de la famille *Oleaceae* (Niaounakis et Halvadakis, 2004) Parmi elles on cite l'olivier qui présente la classification suivante Selon (Henry, 2003).

Règne : Plantae

Sous-règne : Tracheobionta

Embranchement : Spermaphytes (Ou Phanérogammes)

Sous-embranchement : Angiospermes

Classe : Dicotylédones (ou Thérébinthales).

Sous-classe : Astéridées (ou Gamopétales).

Ordre : Gentianales (ou Lingustales)

Famille : *Oléacées*

Genre : *Olea*

Espèce : *Olea europaea L*

Sous- espèce : *Sativa* (l'olivier cultivé), *Sylvestris* (l'oléastre ou l'olivier sauvage) (Green, 2002; Boskou, 2006 ; Ghalmi, 2012).

1.4 Principales variété d'olivier

1.4.1 La variété d'olivier dans le monde

L'olivier (*olea europaea .L*), espèce caractéristique du paysage méditerranéen, compte de nombreuses variétés ayant une diversité phénotypique important (Grati-Kamoun, 2007)

Les origines de ces variétés demeurent imprécises.

Il y a aujourd'hui près d'un milliard d'oliviers (*Olea europaea L.*) cultivés à travers le monde et cela sur presque tous les continents. Plus de 90% des oliviers sont cultivés dans le bassin méditerranéen ; 75% de la production mondiale est produite par l'Europe : Espagne, Italie, Grèce et Portugal) (C.O.I). Plus de 2, 500,000 tonnes par an de la production mondiale de l'huile d'olive reviennent à ces pays (FAO, 2003). (voir annexe 1)

Les variétés d'olivier se divisent en trois catégories :

➤ **La variété à huile :** sont principalement destinées à l'extraction de l'huile et sont caractérisées par un rendement variable mais normalement non inférieur à 16-18 % (Villa, 2003).

➤ **La variété de table :** sont les variétés dont les fruits sont destinés à consommation directe. Elles impliquent une certaine grosseur du fruit et un contenu riche en pulpe et en noyau mais faible en l'huile (Villa, 2003).

➤ **La variété à double aptitude :** sont celles qui peuvent être utilisées tant pour l'extraction de l'huile que pour la production d'olive de table ; Elles présentent des propriétés à cheval entre les deux groupes ; en fonction du moment de sa récolte et son adaptation de l'huile (Villa, 2003).

1.4.2 La variété d'olivier en Algérie

L'Algérie recèle un potentiel génétique important dans ce domaine. Il existe, en Algérie, 36 variétés autochtones comme indiquer dans tableau 2 ; elle occupe la 8ème place après l'Espagne, l'Italie, la Grèce, la Turquie, la Syrie, la Tunisie et le Maroc qui sont les plus grands

pays producteurs d'olives et d'huile d'olive dont les plus distribuées sont : Ségoise, Ferkani, Blanquette de Guelma et Abani, Limli , Chemlal et Azeradj, et des variétés étrangères, parmi elles on cite Manzanille, Arbequine en plus de Coratina et Frantoio en Algérie qui sont de bonnes olives à huile (Mendil et Sebai, 2006).

Tableau 2. Orientation variétale de l'olivier en Algérie (Loussert et Brousse, 1978)

Varieties	Air de culture	destination	Caractéristiques
Ségoise	Ouest algerien (Oranie, tlemcen)	Table + huile	Très estimée pour la conservation et l'huilerie, rendement élevé en huile, variété autofertile.
Chemlal	Centre Algérien Kabylie	huile	Huile Très appréciée. Résiste en culture sèche. Inconvenient: auto sterile, floraison tardive.
Azeradj	Centre Algérien	Table + huile	Très bon pollinisateur de Chemlal
Boathook la Fayette	Centre Algérien	Table + huile	Intéressante pour la région de Bougaâ
Limli	Est Algérien	huile	Variété conseillée dans la région de Jijel à Sidi-Aich.
Hamma de Constantine	Est Algérien	table	Meilleurs variété de la région constantinoise pour la conservation, nécessite des irrigations
Bouricha	Est Algérien (Collo-Oued El Kebir)	huile	Cultivée dans les régions à forte pluviométrie
Ferkani	Tébessa, Aurès	huile	Vigueur moyenne, résistante au froid et à la sécheresse, fruit moyen de forme allongée.

1.5 L'olive

Le fruit de l'olivier est une drupe charnue ayant une forme plus au moins Ovale, à peau lisse. Elle est constituée de trois parties : la cuticule « L'épicarpe », pulpe « le mésocarpe »

et noyau « l'endocarpe » (Fedeli, 1997). De dimension (1 et 4 cm de longueur) et de formes (ellipsoïdal à globulaire) très variables dont le poids varie entre 1 et 6g (Bianchi, 2003).

Chapitre 2

Huile d'olive et sa composition

2.1 Huile d'olive

D'après le conseil oléicole international (COI, 2015) l'huile d'olive est définie comme étant une huile provenant uniquement du fruit de l'olivier (*Olea Europaea L.*). Si l'huile d'olive est un produit intéressant d'un point de vue nutritionnel c'est tout d'abord pour sa composition en acides gras. En outre cette composition particulière surtout intéressante pour ses composés minoritaires tels que les poly phénols. L'intérêt nutritionnel de ces composés phénoliques réside dans leur forte capacité antioxydant qui pourrait prévenir ou ralentir l'apparition de certaines maladies dégénératives ainsi que les maladies cardiovasculaires. Optimiser leurs contenus dans l'huile d'olive présente donc un réel intérêt de santé publique (Veillet, 2010).

2.2 Composition chimique de l'huile d'olive

La composition chimique de l'huile d'olive dépend de la variété de l'olivier, des conditions climatiques pendant la croissance et la maturité des olives.

Les composés peuvent être classés en deux grands groupes (Plard, 2014)

- Les 12 substances saponifiables (triglycérides, acide gras, de 96 à 98 %)
- Les substances insaponifiables (de 2 à 4% de l'huile) (Benrachou, 2013)

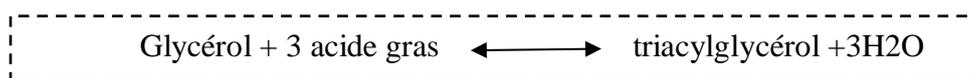
2.2.1 Composition de la fraction saponifiable

2.2.1.1 Acides gras

Les acides gras sont des molécules organiques comprenant une chaîne carbonée terminée par un groupement carboxyle Cette chaîne carbonée peut être dépourvue de toute double liaison carbone carboné, dans ce cas les acides gras sont dits saturés, et elle peut contenir une double liaison mono insaturée (AGMI) ou plusieurs doubles liaisons poly insaturé(AGPI). (Lomenech, 2010).

L'acide gras dans l'huile d'olive sous forme d'ester de glycérol ou sous forme libre, ils se trouvent sous la forme de triesters entre des acides gras et du glycérol (encore appelés triacylglycérols (TAG) (Cuvelier et Maillard, 2012).

Selon la formule:



Dont on trouve aussi de l'acide linoléique (oméga 6) et alpha-linoléique (oméga 3). Ces derniers sont dits « essentiels » car ils ne peuvent pas être synthétisés par l'homme et doivent donc être apportés par l'alimentation (Veillet, 2010). (Voir annexe 2).

2.2.1.2 Triglycérides

Ce sont des esters d'acides gras et du glycérol. Les triglycérides constituent le principal (environ 98%) composant de l'huile d'olive (Olivier *et al.*, 2004).

Les huiles d'olive sont constituées d'une vingtaine de triglycérides dont cinq sont majoritaires (Avec : O = acide oléique; L= acide linoléique; P= acide palmitique; S= acide stéarique).

2.2.2 Composition de la fraction insaponifiable :

Ces composants dits «mineurs» sont structurellement très hétérogènes et forment la partie insaponifiable de l'huile d'olive, leurs nature non glycéridique, présentes en faibles quantités; elles sont responsables du goût et du parfum unique de ce produit, ainsi que de sa stabilité (Gallina-Toschi *et al.*, 2005 ; Velasco et Dobarganes, 2002). Ils sont également bénéfiques pour la santé humaine en prévenant des processus délétères comme des lipides par les radicaux libres (Bendini *et al.*, 2007). On peut séparer les composants mineurs de l'huile d'olive en stérols, tocophérols, pigments, composés phénoliques, hydrocarbures terpéniques.

2.2.2.1 Stérols

Sont des constituants essentiels des membranes cellulaires ; ils se retrouvent aussi bien chez les animaux que chez les végétaux. La détermination de la composition et la teneur en stérols servent à déterminer le type et l'authenticité de l'huile d'olive (Angerosa *et al.*, 2001 ; Ghedira, 2008).

L'analyse de la fraction stérolique dans l'huile d'olive illustre la présence de 12 composés, le β -sitostérol est le composé le plus abondant suivi du delta-5 avénastérol et de campastérol (Lazzeri, 2009) ; Comme elles sont influencées par la variété des olives et leur degré de maturité (Granier, 2006).

Tableau 4. Pourcentage des principaux stérols de l'huile d'olive (Rowan, 1989)

Stérol	Pourcentages des sterols totaux
β -sitostérol	70 à 90 %
Delta-5-avénastérol	5 à 20 %
Campestérol	1 à 5 %
Stigmastérol	0,5 à 2 %

2.2.2.2 Tocophérols

Les tocophérols sont reconnus pour leur double action en temps que vitamine (vitamine E) et pour leurs fortes activités antioxydants (Burton *et al.*, 1986).

L'huile d'olive contient des tocophérols α , β , γ , δ (Beltrán *et al.*, 2005). L'alpa-tocophérol représente à lui seul 90% de la totalité des tocophérols, mais on trouve également un peu de beta et gamma tocophérols, alors que le delta tocophérol n'est présent qu'à l'état de traces (Veillet, 2010).

Tableau 5. Structure de Tocophérol (Wendy, 1996)

Formule brute	R ₁	R ₂	R ₃
α : C ₂₉ H ₅₀ O ₂	CH ₃	CH ₃	CH ₃
β : C ₂₈ H ₄₈ O ₂	CH ₃	H	CH ₃
γ : C ₂₈ H ₄₈ O ₂	H	CH ₃	CH ₃
δ : C ₂₇ H ₄₆ O ₂	H	H	CH ₃

2.2.2.3 Pigments colorants

La couleur de l'huile d'olive sont liée à la présence d'une gamme de pigments dont les principaux sont les caroténoïdes et les chlorophylles qu'on retrouve naturellement dans les olives (Ghalmi, 2012).

A. Pigments caroténoïdes

Les pigments caroténoïdes surtout présent dans l'huiles d'olives est β -carotène (provitamine A). Son taux varie de 0.3 à 0.37 mg/kg d'huile.

La provitamine A se transforme en vitamine A au cours de l'absorption intestinal (1mg de carotène =0.5 mg de vitamine A).

Il y'a trois principaux caroténoïdes dont leurs consommations est très importantes pour le corps humain, le β - carotène, la lutéine et le lycopène, constituent 80 % des apports en pigment (Mcdowell, 2000).

B. Chlorophylles

La chlorophylle est un chlorine (quatre noyaux pyrroles en cercle), chélatant un atome de magnésium au centre, ainsi qu'un alcool à longue chaîne. Elle présente une structure comparable à celle de l'hème (présente dans les globules rouges sanguins). C'est la présence, dans sa structure, de nombreuses doubles liaisons conjuguées qui permet une absorption du rayonnement lumineux. Les chaînes latérales de chlorine sont variables et ceci entraîne une modification du spectre d'absorption entre les différentes familles de chlorophylles (Rowan,1989 ; Hartmut et Lichtnetharler, 1987)

2.2.2.4 Composés phénoliques

Les composés phénoliques dans les olives ont une grande importance, ils contribuent à la couleur, le goût et la texture des olives, ainsi que leurs propriétés (Mannllah, 2012).

Les principaux composés phénoliques qui existent dans le fruit. Ce sont des phénols simples tels que : tyrosol et hydroxytyrosol ; des acides phénoliques qui sont les dérivés des acides hydroxy benzoïques, hydroxy cinnamiques et d'autres produits de dégradation des glucosides : l'acide caféique, l'acide *p* coumarique ou encore l'acide vanillique (Benrachou, 2013).

2.2.2.5 Autres composés

Ils existent dans l'huile d'olive d'autres composés mineurs qui revêtent un intérêt biologique, nutritionnel et ceux qui, contribuent à la caractérisation et l'identification variable notamment :

A. Hydrocarbures

Le principal hydrocarbure de l'huile d'olive est le squalène (C₃₀H₅₀), un tri terpène qui apparaît dans la voie de la biosynthèse du cholestérol. Il représente 30 à 50 % des constituants mineurs de l'huile d'olive avec une teneur de 3 à 7 mg/g (Assman, 2008). L'huile d'olive contient aussi d'autres hydrocarbures, mais en moindres quantités tels que les pigments en hydrocarbure et d'autres à l'état volatile, il s'agit de phénanthrène, pyrène, fluor anthrène, 1,2 ben anthracène, chrysène et périlène (Garcia-Gonzalez *et al.*, 2008).

B. Alcools tri terpéniques

Les composés alcooliques contenus dans l'huile d'olive sont principalement des tris terpéniques pentacycliques : l'erythrodiol et l'uvaol sont présents à hauteur de 100 à 300mg par 100g (Adicom, 1997).

C. Phospholipides

Présent en quantité peu élevées ils ont représentés par la phosphatidylcholine et la phosphatidiléthanolamine (Uzzan, 1992).

2.3 Effets bénéfiques de l'huile d'olive sur la santé

Bien que l'huile d'olive a été un ingrédient de base dans l'alimentation méditerranéenne pendant des milliers d'années, ce n'est que récemment que les vertus médicinales de l'huile d'olive sont vraiment reconnues (Weil, 2005).

2.3.1 Huile d'olive et cholestérol et le système cardio-vasculaire

L'huile d'olive joue un rôle majeur dans la prévention des facteurs de risque des maladies cardiovasculaires, telles que la dyslipidémie, l'hypertension et le diabète (Beauchamp *et al.*, 2005). L'huile d'olive n'affecte pas le taux de cholestérol sérique et peut même par contre le

baisser, elle augmente, surtout chez les femmes, le taux de cholestérol des HDL. Avec l'huile d'olive, l'agrégation plaquettaire est la plus faible, en outre, l'huile d'olive semble jouer un rôle important de protection des parois capillaires (Christakis *et al.*, 1983)

2.3.2 Huile d'olive et le cancer

Des études réalisées en Grèce et à Harvard ont mis en évidence une réduction de plusieurs types de cancers lors de la consommation de l'huile d'olive tels que, les cancers du sein, du colon, de l'épidermoïdes, de l'œsophage et de prostate (Ller *et al.*, 2003).

2.3.3 Autres effets de l'huile d'olive

La grande richesse de cette alimentation méditerranéenne en antioxydants :

-La vitamine E, présente en grande quantité dans l'huile d'olive, a un rôle positif pour déplacer les radicaux libres, molécules impliquées dans certaines maladies chroniques et dans le processus de vieillissement (Haroun, 2009).

-elle favorise la croissance osseuse des enfants et combat la déminéralisation osseuse des adultes (Haroun, 2009).

Deuxième Partie

Etude expérimental

Chapitre 3

Matérielles et Méthodes

3.1 Matériel et Méthodes

3.1.1 Présentation de la zone d'étude

Pour la réalisation de notre étude, les échantillons d'huile d'olive obtenus sont issus de trois variétés d'oliviers de sud algérien dans la région l'Outaya qui se trouve dans les territoires de la wilaya de Biskra. Figure 1.

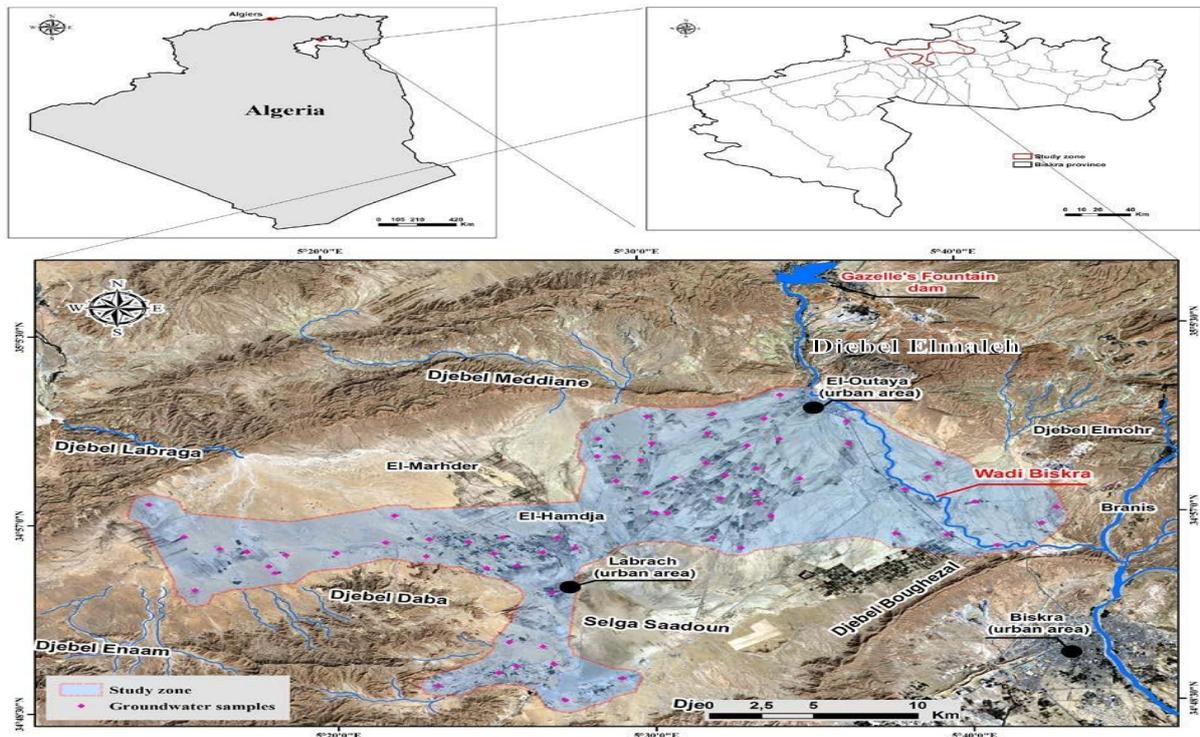


Figure 1. Situation de plain de l'Outaya (Boudibi, 2019)

Les échantillons de l'huile d'olive sont collectés à l'institut technique du développement de l'agronomie saharienne annexe El-Outaya (ITDAS) localisée dans une région oléicole (El-Outaya) wilaya de Biskra.

NB :d'après les conditions d'étude de cette années(Covid 19), on a assuré tous les étapes de la pratique qui suit l'extraction de l'huile d'olive et les deux étapes qui manque (propriétés d'échantionnage et l'étude morphologique normalement effectué entre le mois de novembre et décembre) on a assuré tous les informations de la pratique effectué de cette partie par des gens spécialistes au sein de l'institut technique du développement de l'agronomie saharienne annexe El-Outaya (ITDAS).

3.1.2 Localisation Géographique de la zone d'étude

Se trouve Outaya au Sud de l'Atlas saharien de la wilaya de Biskra, fait partie de la zone des Zibans ; Elle est tournée vers l'agriculture et compte plus de 11.000 habitants (Brins *et al.*, 2013).

La commune de l'Outaya qui couvre 406.10 Km² (Chebbah, 2007) est limitée :

Au Nord par les communes d'El Kantara et Bitam.

- A l'Est par les communes de Branis et Djemmorrah.

- A l'Ouest par la commune de Tolga.

- Au Sud par la commune de Biskra.

Les informations concernant la date de récolte et la nature des fruits et leurs modes d'extraction ont été répertoriées dans le tableau 6.

Tableau 6. Les propriétés d'échantillonnages

Mode de cueillette	Nature	Date de Récolte	Duré de stokage	Date de extraction	Système d'extraction
À la main	Séché et extraction sans caisson	5 November	12 jours	17 November	Méthode continu

3.1.3 Description des cultivars :

Les olives ayant objet de l'étude ont été récoltées sur des arbres irrigués régulièrement et sont en pleine production. Les échantillons d'olives étudiés et leurs caractéristiques sont illustrés dans tableau 7.

Tableau 7. Caractéristiques des variétés d'olive étudiées

	<p>Chemlal</p> <ul style="list-style-type: none"> -Synonyme : Achamlal - Achamli -Achemlal -Origine : l'Outaya -Diffusion : Occupe 40 % du verger oléicole algérien -Utilisation : Huile -Le taux D'enracinement : Faible -Le rendement en huile 18 à 22 %
	<p>Ségoise</p> <ul style="list-style-type: none"> -Synonyme : Olive de Tlemcen Olive du Tell -Origine : l'Outaya -Diffusion : Occupe 25 % du verger oléicole algérien -Utilisation : Double aptitude (huile et olive de table) -Le taux D'enracinement : Moyen -Le rendement en huile 18 à 22 %
<p>Figure 2. Variété chemlal(ITAF,2012)</p>	
<p>Figure 3. Variété Ségoise (ITAF, 2012).</p>	



Figure 4. Variété Limli (ITAF,2012)

Limli

- Synonyme : Limeli – Limeli
- Origine : l'Outaya
- Diffusion : Occupe 8 % du verger oléicole algérien
- Utilisation : Huile
- Le taux D'enracinement : Faible
- Le rendement en huile 20 à 24 %

3.1.4 Caractères morphologiques des variétés

La méthodologie d'étude est inspirée de plusieurs travaux (Ruby, 1916 ; Hauville, 1953 ; Baldini et Scaramuzzi , 1963, Barranco et Rallo, 2005 ; Caballero et Eguren, 1986).

Ils reçus de la par l'institut technique du développement de l'agronomie saharienne annexe El-Outaya (ITDAS) localisée dans une région oléicole (El-Outaya) wilaya de Biskra a été effectuée en se basant sur la méthodologie des caractères primaire.

A. Chemlal

Cette variété est présente dans la figure 6 elle est caractérisée par des feuilles de forme elliptique lancéolée, de longueur moyenne. Le fruit est de forme allongée. L'endocarpe (noyau) elliptique à surface lisse (ITFA, 2006).



Figure 5. Caractéristique morphologique de la variété Chemlal

(1)Feuille de Chemlal, (2) : forme de l'endocarpe d'olive de Chemlal,
(3) : la forme d'olive de Chemlal

B. Ségoise

Cette variété est présente dans la figure 6 elle est caractérisée par des feuilles de forme elliptique lancéolée, Le fruit est de forme ovoïde. L'endocarpe (noyau) elliptique à surface lisse (ITFA, 2006).



Figure 6. La variété Ségoise (photo prise le 21/12/2017)

C. Limli

Cette variété est présente dans la figure 9 elle est caractérisée par des feuilles de forme elliptique, de longueur et largeur réduite. Le fruit est de forme sphérique, de petite taille. L'endocarpe (noyau) elliptique à surface lisse (ITFA, 2006).



Figure 7. La variété Limli (photo prise le : 28/10/2006)

3.1.5 Protocole expérimentale

Notre étude expérimentale a été réalisée au sein du laboratoire CRSTRA –centre de Biskra, et laboratoire Amrane (laboratoire de contrôle de qualité), nous décrivons les composantes biochimiques ; les méthodes d'extraction et les méthodes d'analyses physicochimiques des huiles d'olives.

3.1.5.1 Etude phytochimique du fruit :

Le but de cette étude est de mettre en évidence les principaux métabolites secondaires des fruits broyés et séchés.

Deux modes de préparation ont été adoptés selon le type de groupe recherchés

- Préparation de poudre : les fruits d'olive ont été broyés à l'aide du moulin de café (mortier), la pâte obtenue est séchée à l'étuve à 90°C.

- Préparation d'un infusé (à 10 %) : 10 g de fruit broyés séché dans 100 ml d'eau bouillante, on filtre après 15 mn.

A. Tanins

Nous avons pris 05ml de l'infusé, nous avons ajouté goutte à goutte 1ml d'une solution de Chlorure ferrique (Fe Cl_3) à 1% : l'apparition d'une coloration verdâtre indique la présence des Tanins cachectiques, bleu noirâtre, Tanins galliques.

Aux 30ml de l'infusé, nous avons ajouté 15ml de réactif de Stiasny.

(Formol à 30% + HCl Concentré 3-1 V/V), après le chauffage de 30mn au bain-marie, l'observation d'un précipité orange indique la présence des tannins cachectiques (Solfo, 1973).

B. Alcaloïdes

Nous avons mélangé 5g de la poudre séchée avec 50ml d'HCL à 1% dans un bécher. Après macération, nous avons filtré le mélange à l'aide d'un papier filtre et additionné au filtrat quelques gouttes de réactif de Mayer (1,36g de Hgcl_2 +5g de KI dissout dans 100ml d' H_2O distillée), l'apparition d'un précipité blanc indique la présence des alcaloïdes (Bouquet, 1972).

C. Flavonoïdes

Nous avons macéré 10 g de la podre pulvérisée dans 150 ml d'HCL à 1 % pendant 24 h , après filtration nous avons procédé au teste suivant :

10 ml du filtrat après l'avoir rendu basique par l'ajout du NH_4OH après 3h , l'apparition d'une couleur jaune claire dans la partie superieur du tube indique la présence des flavonoïdes (Okmu, 2005) .

D. Saponosides

Nous avons pris 5g de la poudre dans 80ml d'eau distillée puis on a mis le mélange dans un bécher sur une plaque chauffante jusqu'à l'ébullition, après on laisse le filtrat refroidir, quelque ml du filtrat sont mis dans un tube à essai puits agité l'apparition d'une mousse qui dure quelque instants indique la présence des saponosides (Karumi, 2004).

E. Terpène et Stérols

Nous avons macéré 5g de poudre dans 20ml d'éther de pétrole, après avoir filtré et évaporer la phase organique dans un bain de sable à T 90°C, le résidu est dissout dans 0,5ml d'acide acétique, en ajoutant 1ml d' H_2SO_4 concentré, dans la zone de contact entre les deux liquides un cercle violé ou marron indique la présence des stérols et Terpènes (Dohou *et al.*, 2003).

F. Anthocyane

La recherche repose sur le changement de couleur de l'infusé à 10% avec le changement du PH : On ajoute quelques gouttes d'HCl pure à l'infusé puis on observe le changement de la couleur, ensuite on rajoute quelques gouttes de l' NH_4OH , le changement de la couleur indique la présence d'anthocyanes (Harbone, 1967).

3.2 Teneur en l'huile

Dans cette étude on a utilisé la méthode par Soxhlet (ISO 659, 1988). L'échantillon à analyser (la pâte) subit d'un séchage à l'étuve à 40 °C pendant 14 h afin d'éliminer les traces d'eau.

Principe

L'extraction de l'huile d'olive est réalisée dans un appareil approprié de type Soxhlet en utilisant l'hexane comme solvant organique. Après l'élimination du solvant d'extraction, l'extrait obtenu représente la matière grasse contenue dans la prise d'essai.

Mode opératoire

- 10 g de l'échantillon à analyser sont placés dans une cartouche à extraction.
- Un ballon, préalablement séché dans une étuve, est pesé : c'est (m_i)
- La cartouche contenant la prise d'essai est placée dans l'appareil à extraction, puis la quantité nécessaire du solvant est versée dans le ballon (250 ml)
- Le ballon est adapté à l'appareil à extraction sur un chauffe-ballon réglé à une température voisine à l'ébullition du solvant, soit 60°C et le chauffage est conduit dans des conditions telles que le débit du reflux soit d'au moins 3 gouttes par seconde (ébullition modérée, non tumultueuse)
- Après 6 heures d'extraction, passer le ballon au rotavapeur, dans le but d'éliminer le solvant d'extraction ; ensuite, le ballon est chauffé à l'étuve (60°C / 30-60 mn) pour chasser les dernières traces du solvant.
- Laisser refroidir et peser le ballon + huile extraite : c'est (m_e)

Expression des résultats

La teneur en huile, exprimée en pourcentage de masse du produit est déterminée par la formule suivante :

$$\text{Teneur en huile \%} = (m_f - m_i) / m_e \times 100$$

mf : la masse finale du ballon

mi : la masse du ballon vide

me: la masse initiale de l'échantillon à analyser

3.3 Analyse des caractéristiques physico-chimiques des huiles d'olive

3.3.1 L'humidité (teneur en eau)

C'est la perte en masse subite par l'échantillon après chauffage. Elle est exprimée en pourcentage de masse.

- **Principe**

Il consiste à provoquer le départ d'eau par chauffage d'une quantité connue d'huile jusqu'à élimination complète de l'eau (Boussenadji, 2005).

Mode opératoire

Sécher une boîte de pétri dans l'étuve à 103°C pendant deux heures puis laisser refroidir dans un dessiccateur et peser (m₀)

Peser 20g d'huile d'olive dans la boîte de pétri préalablement taré (m₁)

Mettre la boîte de pétri contenant l'huile d'olive dans une étuve pendant une heure à 103°C.

Laisser ensuite refroidir dans un dessiccateur, puis peser (m₂)

Répéter la même opération dans les mêmes conditions jusqu'à l'obtention d'un poids constant.

Méthode de calcul selon Boussenadji (2005) :

$$H\% = (m_1 - m_2 / m_1 - m_0) * 100$$

Avec :

m₀ : Masse (g) de boîte de pétri vide

m1 : Masse (g) de boîte de pétri avec la prise d'essai avant le chauffage à l'étuve.

m2 : Masse (g) de boîte de pétri avec la prise d'essai après le chauffage à l'étuve

3.3.2 L'indice de réfraction

L'indice de réfraction est rapport entre le sinus de l'angle d'indice et le sinus de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée passant de l'air dans l'huile maintenue à température constante (Lion, 1955).

• Principe

Il est soit pour mesurer directement l'angle de réfraction, soit pour observer la limite de réfraction totale, l'huile étant maintenue dans les conditions d'iso-tropisme et de transparence.

• Mode opératoire

- Etalonner l'appareil par l'eau distillée.
- Nettoyer la lame du réfractomètre en utilisant le papier de Joseph.
- Déposer quelques gouttes de l'huile d'olive dans la lame et régler le cercle de chambre sombre et claire dans la moitié
- Effectuer la lecture en prenant compte la température (20°C).

3.3.3 Indice de Saponification

C'est le nombre de milligrammes de KOH nécessaires pour neutraliser les acides gras libres contenus dans un gramme de corps gras (Euagelia, 2005 ; Akika et al., 2009).

• Mode opératoire

L'indice de saponification a été déterminé sur une prise d'essai de 1 g d'huile d'olive dissoute dans la potasse alcoolique. Ce mélange a été agité à la suite jusqu'à homogénéisation et porté à ébullition dans un bain marie pendant 15 à 30 mn tous en agitant de temps à autre.

Un titrage de l'excès de potasse avec l'acide chlorhydrique 0.5 N a été effectué jusqu'à décoloration en présence de phénol phtaléine. Une réaction à blanc est effectuée parallèlement dans les mêmes conditions précédemment décrites mais sans matière grasse.

L'indice de saponification est donné par l'expression suivante (Lacoste, 2014 ; Akika et al., 2009) :

$$I_s = (V_{\text{HCl blanc}} - V_{\text{HCl essai}}) \times N_{\text{HCl}} \times M_{\text{KOH}} / P$$

Avec

Is : indice de saponification (mg de KOH/ g)

V_{HCl} : volume HCl nécessaire pour la décoloration

N_{HCl} : normalité de HCl

M_{KOH} : masse molaire de KOH = 56.1 g/mol

P : prise d'essai (g)

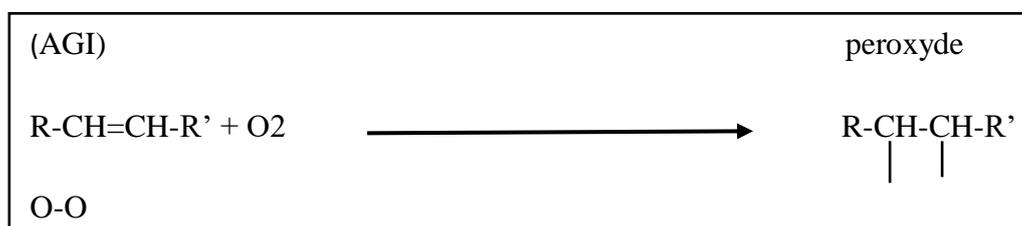
3.3.4 Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde d'un corps gras est le nombre de milli équivalents d'oxygène actif contenu dans 1 kilogramme de produit. L'oxygène actif est l'oxygène existant sous forme de peroxyde, d'hydro peroxyde ou d'époxyde dans une matière grasse (Bouhadjra, 2011) ce paramètre nous renseigne sur le degré d'oxydation des huiles (Benrachou, 2013).

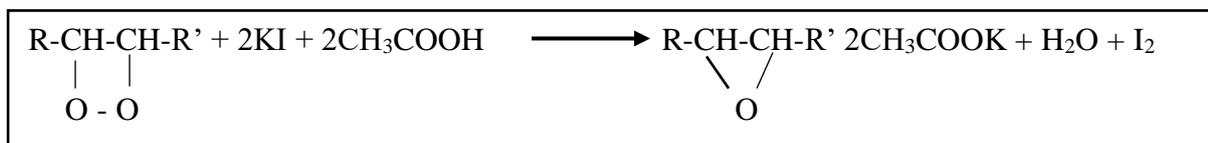
• Principe

C'est une méthode volumétrique qui vise à déterminer par dissolution d'une masse d'huile d'olive dans un mélange d'acide acétique et de chloroforme traité ensuite par une solution saturée d'iodure de potassium. On titre l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré (Sekour, 2012 ; Bouhadjra, 2011).

Les acides gras insaturés s'oxydent en présence d'oxygène en donnant des peroxydes selon la réaction suivante :



Sur une molécule de peroxyde, une molécule d'oxygène est fixée, sur les deux atomes d'oxygène fixés. Un seul est actif et est capable d'oxyder les iodures selon la réaction suivante



- Préparation de la solution d'emplois d'amidon :

On pèse environ 1g d'amidon et on le dissout dans 100 ml d'eau tiède.

- Préparation de la solution de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) à 0.01N :

Dissoudre 2.48g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5(\text{H}_2\text{O})$ dans un litre d'eau distillée.

- Préparation de la solution d'iodure de potassium (KI) :

Dissoudre 3g de KI dans un 3 ml d'eau distillée.

- **Mode opératoire**

L'indice de peroxyde de chaque huile a été déterminée selon l'organisation internationale de normalisation (ISO3960, 2001). Selon les étapes suivantes :

- Peser 2 g d'huile d'olive dans un erlenmeyer de 250 ml.
- Ajouter 10 ml du chloroforme, et dissoudre rapidement la prise d'essai en agitant.
- Ajouter 15 ml d'acide acétique puis 1 ml de la solution d'iodure de potassium (KI).
- Boucher l'erlenmeyer l'agiter durant 1 min et le laisser 5 min à l'abri de la lumière et à une température comprise entre 15 et 25 °C.
- Ajouter 75 ml d'eau distillée.
- Ajouter 3 à 4 gouttes d'empois de thiosulfate de sodium à 0,01N, en agitant vigoureusement jusqu'à disparition de la couleur.
- Effectuer de la même façon un essai à blanc.

- **Expression des résultats**

L'indice de peroxyde est donné par l'équation suivante :

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

Où :

V_0 : Volume (ml) de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0,01N) nécessaire pour titrer l'essai à blanc.

V : Volume (ml) de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0,01N) nécessaire pour titrer l'échantillon.

N : Normalité de thiosulfate de sodium $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

m : prise d'essai (g) de l'échantillon

3.3.5 L'indice d'ester

L'indice d'ester d'un corps gras est la quantité de potasse en milligramme nécessaire pour saponifier les acides gras combinés contenus dans un gramme de corps gras (Euagelia, 2005)

Il est calculé par la formule suivante :

$$I_E = I_S - I_A$$

Avec :

I_E : indice d'ester (mg de KOH/g)

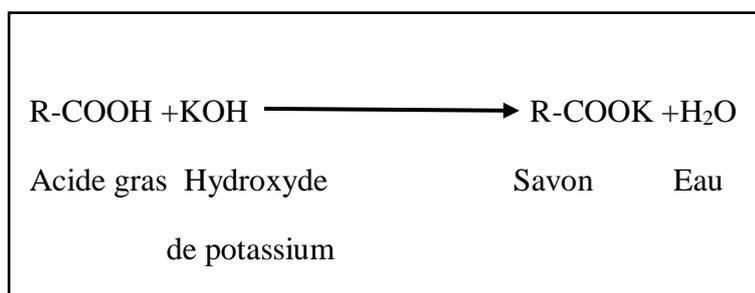
I_S : indice de saponification (mg de KOH/g)

I_A : indice d'acidité (mg de KOH/g de matière grasse)

3.3.5 Dosage de l'acidité libre

L'acidité : c'est la teneur en acides gras libres contenue dans une huile d'olive, ces AG résultent d'hydrolyse des triglycérides. Il s'agit d'un paramètre important dans l'évaluation de la qualité (Bouhadjra, 2011).

Indice d'acidité : Correspond au nombre de milligrammes d'hydroxyde de sodium (KOH) nécessaire pour neutraliser les acides gras libres contenue dans un gramme de corps gras (Lion, 1955). La méthode se base sur la sur la neutralisation de l'acide gras à l'aide d'une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium (dosage acido-basique)



• Mode opératoire

L'acidité libre de chaque huile a été déterminée selon la norme officielle de l'Organisation Internationale de Normalisation en suivant les étapes suivantes : (ISO660, 2003).

• Expression des résultats

L'indice d'acidité est calculé selon la formule suivant : (Wolff, 1968)

$$I_A = (56.11 \times V \times N) / P$$

(Mg de KOH/g d'huile)

Avec :

P : Masses-en (g) de la prise d'essai.

56,1 : Masse Molaire, exprimé en g/mol, d'hydroxyde potassium KOH.

V : Volume en ml de KOH (0,1N) nécessaire au titrage.

N : Normalité de la solution de potasse (0.1 N)

L'acidité a ensuite été exprimée en pourcentage d'acide oléique libre selon la formule :

$$A \% = (282 \times V \times N \times 100) / P \times 100$$

Avec :

282 est le poids moléculaire de l'acide oléique.

V est le volume, en millilitres (ml), de la solution titrée d'hydroxyde de potassium utilisé.

N est la normalité de la solution de potasse (0,1 N).

P est la masse, en grammes (g), de la prise d'essai.

3.3.6 Taux d'Impuretés Insoluble (IMP) (ISO663, 2000)

Les impuretés sont des substances autres que l'eau et les solvants et qui ne correspondent pas aux glycérides, aux acides gras et aux saponifiables constitutifs des huiles. Le principe se résume en un traitement du produit par un excès de solvant, puis une filtration de la solution, un lavage des résidus avec le même solvant (hexane) avant de le sécher à $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ jusqu'à une masse constante.

• Mode opératoire :

- Peser 10 g (M) d'huile d'olive dans une fiole de 250ml
- Additionner 200 ml de l'hexane.
- Agiter vigoureusement la fiole après l'avoir bien bouchée, et la laisser reposer pendant 30 minutes à une température ambiante
- Sécher un papier filtre dans une étuve à $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, le refroidir dans un dessiccateur et le peser (M0)
 - placer ce papier dans un entonnoir.
 - Verser le contenu de la fiole dans l'entonnoir
 - Appliquer un lavage avec de l'hexane, jusqu'à disparition complète de l'huile
 - Egoutter le papier filtre, et le remettre à l'étuve jusqu'à séchage
 - Effectuer une autre pesée (M1)
 - Le taux d'Impuretés contenues est calculé selon l'équation suivante :

• Expression des résultats

$$\text{IMP (\%)} = (1 / M \times 0M) \times 100$$

M0 : Masse du papier filtre après premier séchage en grammes.

M1 : Masse du papier filtre contenant des impuretés en grammes.

M : Prise d'essai en grammes.

3.3.7 Etat d'oxydation des huiles –Extinction Spécifique

Tous les corps gras naturels contiennent de l'acide linoléique en quantité plus ou moins importante. L'oxydation d'un corps gras conduit à la formation d'hydro peroxydes linoléique qui absorbent la lumière ultraviolette au voisinage de 266 nm .Si l'oxydation se poursuit, il se forme des produits secondaires d'oxydation, en particulier des cétones insaturées qui absorbent la lumière vers 232nm et 270 nm respectivement.

• Mode opératoire

Une prise de 0,25 grammes de l'huile et dissoute dans 25 ml de cyclohexane l'absorbance de la solution de matière grasse est mesurée dans une cuve de quartz par rapport à celle du solvant utilisé à l'aide d'un spectrophotomètre U.V / Visible à longueur d'onde spécifiques de 232 et 270 nm. L'extinction à 232 et 270 nm d'un corps gras brut peut être considérée comme une image de son état d'oxydation , plus l'huile est peroxydée et plus l'extinction à 232 et 270 nm est forte , plus elle est riche en produits secondaires d'oxydation en particulier des hydroperoxydes, des dicétones et des cétones insaturées qui absorbent la lumière à 232 et 270 nm (Gharby et *al.*, 2011).

3.4 Dosage des phénols totaux**Dosage des polyphénols utilisant le réactif de Folin-Ciocalteu****• Principe** (Boizot et Charpentier, 2006) :

Le réactif est constitué par un mélange d'acide phosphotungstique ($\text{H}_3\text{PW}_{12}\text{O}_{40}$) et d'acide phosphomolybdique ($\text{H}_3\text{PMO}_{12}\text{O}_{40}$). Il est réduit, lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxydes bleus de tungstène et de molybdène (Ribéreau-Gayon, 1968). La coloration produite, dont l'absorption à 750 nm est proportionnelle à la quantité polyphénols présente dans les extraits végétaux.

- **Préparation des extraits**

- Les extraits bruts ont été obtenus par extraction, il s'agit de méthanol (Hamadou *et al.*, 2018).

• L'extrait méthanolique : 10g de pâtes sont macérés dans 50 ml de méthanol. Après 24h à la température ambiante, le mélange hétérogène est filtré sur coton puis sur papier Whatman

Ensuite 2.5 ml de réactif de Folin-Ciocalteu (RF-C) dilué 2 fois ont été ajoutés à la solution d'acide gallique à différentes concentrations. Le mélange a été gardé à la température ambiante pendant 8 min puis 2ml d'une solution de carbonate de Sodium (Na_2CO_3) à 7.5% ont été ajoutés pour neutraliser le réactif résiduel. Les absorbances ont été mesurées à 765 nm à l'aide d'un spectrophotomètre SAFAS UV-Visible après incubation pendant 30 min à 37°C pour les extraits (Ouedraogo *et al.*, 2015). La courbe d'étalonnage (voir annexe 4) a été tracée en utilisant 1 ml de solution d'acide gallique de concentration : 0, 20, 40, 60, 80 mg/L. Les résultats sont exprimés en mg équivalent acide gallique /g de matière végétale sèche en se référant à la courbe d'étalonnage de l'acide gallique (Hamadou *et al.*, 2018).

Les résultats, déterminés à partir de l'équation de la courbe d'étalonnage

$$(y=46.41X +0.063 ; R2 = 0.988)$$

Les teneurs sont calculées selon (Hamadou *et al.*, 2018) :

$$C = (C1 \times V)/m$$

Où :

C : étant la teneur en poly phénols totaux exprimée en mg équivalent d'acide gallique /g de matière sèche

C1 : la concentration d'acide gallique établie à partir de la courbe d'étalonnage en mg/l

V : le volume d'extrait en L

m : le poids de l'extrait de la pâte de l'huile d'olive

3.5 Les pigments colorants

L'analyse des pigments colorants n'est pas exigée par les normes de commercialisation de l'huile d'olive, cependant la couleur est un attribut de base pour

déterminer les caractéristique de l'huile d'olive elle est par contre associée par la plupart des consommateurs à la notion de qualité (Benrachou, 2013). Deux sortes de pigments dans l'huile d'olive : les chlorophylles et les caroténoïdes (Benrachou, 2013).

3.5.1 Détermination des caroténoïdes

Les caroténoïdes, en particulier le β -caroténoïdes, sont des antioxydants efficaces en raison de leur capacité à étancher les radicaux libres de l'oxygène. La méthode de dosage des caroténoïdes est basée sur l'existence d'une bande d'absorption pour ce composé donné par le spectrophotomètre visible (Van Den Berg *et al.*, 2000)

La méthode est décrite par (Miguez-Mosquera *et al.*, 1990) .

Mode opératoire

- Une prise de 7,5 grammes d'huile à analyser est introduite dans une fiole jaugée de 25 ml
- La fiole sera remplie, jusqu'au trait de repère par du solvant cyclohexane
- La lecture se fait dans spectrophotomètre UV
- L'absorbance de la solution de la matière grasse obtenue est mesurée par rapport à celle du solvant cyclohexane à 470nm.
- La teneur en carotène est déterminée par la formule suivant :

$$\text{Carotène (ppm)} = (A_{470} \times 25 \times 10000) / (2000 \times 7.5)$$

Où :

A₄₇₀ : absorbance à 470 nm

3.5.2 Détermination de la chlorophylle

Les chlorophylles jouent un rôle important dans la stabilité oxydative de l'huile d'olive, grâce à leur activité antioxydant dans l'obscurité et pro-oxydante dans la lumière. En raison de ce dernier effet, elles sont considérées comme étant non désirables à des teneurs élevées dans l'huile (Tan *et al.*, 1994).

La méthode utilisée est décrite par (Miguez-Mosquera *et al.*, 1990) qui consiste à dissoudre 7,5g d'huile d'olive dans le cyclohexane jusqu'à un volume final de 25 ml .

On mesure les absorbances à 670, 630 et 710 nm (Wolf, 1968) ; on mesure les absorbances à 670, 630 et 710 nm.

$$\text{Chlorophylles (ppm)} = (A_{670} - (A_{630} + A_{710}) / 2) / 0,1086 \times L$$

Où :

A₆₃₀ : absorbance à 630 nm

A₆₇₀ : absorbance à 670 nm

A₇₁₀ : absorbance à 710nm

L : trajet optique =1cm

0,1086 : coefficient lié au spectrophotomètre utilisé

Chapitre 4

Résultat et discussion

4.1 Test phytochimique des fruits *d'Olea europaea L*

Les tests phytochimiques consistent à détecter les familles de métabolites secondaires existants sur les fruits *d'Olea europaea L* par des réactions qualitatives de caractérisation. Ces réactions sont basées sur des phénomènes de précipitation ou de coloration par des réactifs spécifiques (Ouadan *et al.*, 2019). Les résultats de l'étude phytochimique sont présentés dans le tableau 8 et les résultats observés (voir annexe 3).

Tableaux 8. Résultats de screening phytochimique des fruits du l'olivier

Testes phytochimique	Les cultivars	Présences dans le fruit
Tanins galliques	Ségoise	+++
	Chemlal	-
	Limli	-
Tanins cathéchiqes	Ségoise	-
	Chemlal	+++
	Limli	+++
Alcaloides	Ségoise	-
	Chemlal	-
	Limli	-
Anthocyanes	Ségoise	+
	Chemlal	+
	Limli	+
Flavonoïdes	Ségoise	++
	Chemlal	+
	Limli	+++
Saponosides	Ségoise	+
	Chemlal	++
	Limli	+++

Terpènes et stérols	Ségoise	++
	Chemlal	+++
	Limli	+

(-) : Absence total.

(+): Présence en faible quantité.

(++) : Présence en quantité moyenne.

(+++): Présence en quantité importante.

Les résultats de la composition phytochimique des fruits ont montré que les trois variétés ont des teneurs importantes des différents métabolites ; Les fruits de l'olivier sont riches également en composés phénoliques.

A. Tanins

Les tanins sont les principaux métabolites secondaires poly phénolique, largement distribué dans la gamme de 5à 10% du matériel végétal (Barbehenn et Constable, 2011)

Pour l'affirmation des tanins cathéchique, on a obtenu un résultat positif dans les deux variétés Chemlal et Limli mais dans la variété Ségoise on à trouver. Les tanins galliques. Les tannins ne sont pas toxiques, ils agissent comme agent de défense de la plante contre les herbivores et ils diminuent l'absorption de l'acidité de l'intestin (Zimmer et Cordesse, 1996). Elles possèdent aussi une activité antioxydant fondamentale, propriétés anti tumorales (Takuo, 2005).

B. Alcaloïdes

L'absence d'un précipité blanc dans les trois échantillons montre l'absence des alcaloïdes dans les fruits de l'olivier. Ces principes actifs sont connus par ses effets toxiques à certaines doses (Hartmann et Witte, 1995). Ils ont un autre effet bénéfique, sur l'activité biologique notamment antiproliférative et antalgique (Daoudi *et al.*, 2016).

C. Anthocyanes

Après l'ajoute de HCl il y'a l'apparition d'une couleur rouge foncé et lorsque on ajoute la base on remarque une couleur noire dans la partie supérieur du tube, les anthocyanes présent en quantité faible, ils sont responsable de la couleur foncé du fruit d'où leur pouvoir

antioxydant, ils sont aussi utilisé pour le traitement du cancer du sein par ces propriété anti tumorale (Mida *et al.*, 2012) .

D. Flavonoïdes

L'apparition de deux phases du fond vers le bas du tube, (marron foncé, jaune) montre que les fruits de l'olive contiennent les flavonoïdes, qui sont des composés poly phénolique qui se trouve abondamment dans les fruits des végétaux ; sont connu par leur effet bénéfique sur la santé surtout l'effet anti- oxydant qui est l'effet principalement étudié (Min *et al.*, 2008).

Il ont en plus un effet bénéfique sur l'homéostasie du glucose et des lipides et un effet anti diabétique (Babu *et al.*, 2013) .

E. Saponosides

On a obtenu un résultat positif des Saponosides dans les trois variétés Chemlal (1.5cm), Ségoise (1cm) et Limli (2cm) parce que les hauteurs de la mousse obtenu est à l'ordre de cm. Les saponosides possèdent des propriétés anti-inflammatoires et anti-œdémateuses. Actuellement, les recherches montrent que les saponosides isolés à partir des plantes utilisées dans la médecine traditionnelle, possèdent des propriétés antibactérienne et antifongique (Bouhadjera, 2005).

F. Terpène et stérols

L'apparition d'un cercle violet entre deux phases noire et orangé dans les trois variétés Ségoise, Chemlal et Limli confirme la présence d'un groupe chimique en quantité considérable.

En premier lieu on constate les terpènes qui sont des métabolites secondaires des plantes sous leur forme volatile, et leur effet peut être directe ou indirecte après quelques processus de transformation (Evuti, 2013). Pour leur effets pharmacologiques telle que leur propriétés anti-inflammatoire, antiseptique, antivirales, cicatrisante et anti-micolytique (Soualeh et Soulimani, 2016), et aussi un effet toxique dans certain condition écologique (Evuti, 2013), cependant les stérols de structure cellulaire semblable au cholestérol de réduire l'absorption du cholestérol par une solubilisation compétitive du mauvais cholestérol « LDL » qui peut être associe au maladie cardiaque et biliaire (Zychowski *et al.*, 2018).

4.2 Teneur en l'huile

Un des paramètres les plus importants à déterminer c'est la teneur en huile sachant que la principale finalité de la culture de l'olivier est la production et le rendement en huile. L'analyse des données mentionnées dans le (tab.9).

Tableau 9. Résultat de teneur de l'huile chez trois variétés

Variété de l'huile d'olive	Ségoise	Chemlal	Limli
Teneur en huile (%)	51,10	62.13	26.39

Les résultats montrent que les fruits de Chemlal sont relativement plus riches en huile avec une teneur élevée de 62.13% suivi de la variété Ségoise avec une teneur moyenne de 51,10 % et la variété Limli avec une teneur faible de 26.39%.

De nombreuses études montrent qu'au cours de la période de la maturité, le pourcentage de l'huile augmente radicalement au début du stade de maturation et baisse légèrement quand le fruit dépasse la maturité (Salvador *et al.*, 2001) .

4.3 Analyse des caractéristiques physico-chimique

Les résultats de l'analyse physico-chimiques des huiles d'olive issue des trois variétés sont présentés sur le tableau 10.

Tableau 10. Caractéristique physicochimique de l'huile d'olive relatives aux trois variétés

	Ségoise	Chemlal	Limli	COI 2015
Humidité (%)	1.1	0.8	1.3	$\leq 0,2$
teneur en eau volatiles à (103C°)				
Indice de réfraction (50D°)	1.467	1.465	1.472	1,467- 1,470
Indice de saponification (mg de KOH/g d'huile)	190.7	162.6	193.5	184 – 196
Indice de peroxyde	8.0	5.0	10.0	≤ 15
Indice d'Ester	182.1	161.4	191.2	/
Acidité exprimée en acide oléique % (m/m).max	4.3	0.65	1.2	≤ 3.3
Indice d'acide (mg de KOH/g d'huile).max	8.6	1.12	2.3	≤ 6.6
Taux d'impétrés insoluble (%)	15.8	6.6	1.4	$\leq 0,1$
K232	3.08	3.01	2.99	≤ 2.60
K270	2.16	0.28	2.89	≤ 0.25

4.3.1 Détermination de L'humidité

La teneur en eau ou matières volatiles (TE) des corps gras est par définition la perte de masse mesurée dans les conditions d'essai précisées dans la norme NF T 60-201 (AFNOR,

1984). Elle est exprimée sous forme d'une fraction, en pourcentage, de la masse de l'échantillon initial (Novidzo *et al.*, 2019). Les résultats obtenus pour les trois variétés étudiées révèlent que les teneurs en eau et en matières volatiles sont supérieures aux normes établies par le comité oléicole international (COI, 2015) ($\leq 0,2\%$). La variété Limli se distingue par leur teneur en humidité légèrement élevées par rapport aux normes 1.3 % suivie par la variété Ségoise avec une teneur de 1.1 %; et la variété Chemlal avec leur teneur en humidité 1.8%. Ce résultat est supérieur à celle trouvée par Bouteldj et Kadjoudj (2013) (0.10 %, 0.13%, et 0.14%) de nos résultats. Les conditions de stockage des olives (température et humidité favorise une hydrolyse des triglycérides et l'apparition des acide gras libre (Benrachou, 2012).

4.3.2 Indice de réfraction

Est étroitement lié au degré d'insaturation des acides gras constituant le corps gras dans l'huile d'olive (Baccouri *et al.*, 2008); ce dernier présente des valeurs de 1.467, 1.465 pour Ségoise et Chamlal respectivement. Et une valeur de 1.472 pour Limli qui sont des valeurs proches aux normes (COI, 2015). Ces valeurs sont proches à celle trouvée (Benrachou *et al.*, 2010). Qui a trouvé les teneurs 1,4680, 1,4686, 1,4677 pour les variétés Bouricha, Limli et Blanquette. Il augmente proportionnellement avec degré d'insaturation de la matière grasse

4.3.3 Indice de saponification

L'indice de saponification est le nombre en milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH) (Jora, 2011), nécessaire pour transformer en savon les acides gras et les triglycérides d'un gramme de corps gras (Charef, 2011).

Les valeurs de cet indice obtenu après analyse des huiles sont situées dans l'intervalle de la norme de codex alimentaire pour Ségoise et Limli, les résultats obtenus sont 190.7 et 193.5 respectivement.

Contrairement à l'huile Chemlal qui présente un indice faible (162.6). Ceci montre qu'elle est moins riche en acide gras à longue chaîne que les deux autres huiles (ce paramètre étant inversement proportionnel à la longueur de la chaîne carbonée) (Harbone, 1977).

4.3.4 Indice de peroxyde

Permet d'apprécier les premières étapes d'une détérioration oxydative de l'huile d'olive. Par définition il est exprimé en milli équivalent d'oxygène actif par kilogramme de l'huile d'olive (még O₂/kg d'huile d'olive) (M'baye *et al.*, 2012).

Pour les trois variétés de l'huile d'olive étudiées, les valeurs d'indice de peroxyde sont inférieurs à 20 méq O₂/kg d'huile d'olive (COI, 2015), la variété Chemlal de l'huile d'olive présente un indice de peroxyde largement faible (5 méq O₂/kg) un maximum de Limli (10 méq O₂/kg d'huile d'olive) suivi par (8 méq O₂/kg) de la variété Ségoise qui représente un indice proche. Nos résultats sont légèrement supérieur à ceux rapportés par (Zegane *et al.*, 2015 ; Benrachou *et al.*, 2010 ; Dabbou *et al.*, 2010) . Chemlal 4.67 méq O₂/kg, Limli 9.98 méq O₂/kg et Ségoise 5.06 méq O₂/kg). Un indice de peroxyde élevé peut être induit par la présence de certaines substances telles que les caroténoïdes, les vitamines A et E, qui peuvent subir des réactions d'oxydation similaires à la formation de peroxydes (Kandji, 2001).

4.3.5 Indice d'ester

L'indice d'ester est la différence entre deux indices (l'indice de saponification et l'indice d'acide). On conclue qu'autant l'Indice de Saponification est élevé et moins l'Indice d'Acide l'est, celui d'Ester est important (Boughrerara *et al.*, 2021).

Les valeurs obtenus de cet indice est 191.2 pour Limli, 182.1 pour Ségoise, 161.4 pour Chemlal. On constate que les résultats de l'indice d'Ester obtenus se rapprochent considérablement à ceux de Mahdi (2016) de L'huile d'olive cultivé d'année 2014 et 2015 qui sont (189,71 et 182,63).

4.3.6 L'acidité

Exprimée en pourcentage de l'acide oléique, Elle constitue un critère de qualité pour se rendre compte de l'état de conservation de l'huile (Kendji, 2001). Qui permet d'évaluer l'altération de la matière grasse, consécutive à des mauvais traitements ou une mauvaise conservation (Bouhadjra, 2011). Les valeurs d'acidités pour les variétés étudiées sont supérieures à 0,2 (COI ,2015). Alors que Haddam, (2014) et Roiaini *et al.*, (2015). qui ont travaillé sur des huiles d'olive , ils ont trouvé des résultats absolument égales ou inférieur aux valeurs signalés dans cette étude (1.3 ;0.8 ;2.85 ;0.22 ;0.57 et 0.42% respectivement) . Pour cela on peut dire que la variété Chemlal d'huiles analysée est de bonne qualité par ce qu'elle présente une acidité faible cela se référer à la bonne conservation et le respect des bonnes pratique. C'est une conséquence directe d'une récolte à la main et sans procéder au stockage des olives (El Antari *et al.*, 2003).

4.3.7 Indice d'acide

L'indice d'acide est le nombre en milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaires pour neutraliser les acides gras libres contenus dans un gramme de matière grasse ;

tandis que l'acidité d'un corps gras est le pourcentage d'acides gras libres exprimé conventionnellement en acide oléique (Houmba *et al.*, 2016) .

D'après notre résultat sur l'étude de l'indice Acide on remarque que ce dernier est dans les normes selon (COI, 2015) Pour les deux échantillons d'huile (Limli 2.3 et Chemlal 1.12), mais contrairement pour la variété Ségoise qui présente une valeur élevée par rapport à la norme (COI, 2015). Ils sont moins acides que les huiles analysées par (Boulfane *et al.*, 2015). Par contre nos résultat sont élevé par rapport à ceux rapporte par (Laribi *et al.*, 2011 ; Lincer *et al* 2014) .

Nous pourrions déduire que le stockage des olives pendant de longues durées et dans ces conditions, contribue fortement à la dégradation de la qualité des huiles. Ces faits sont le résultat de l'incapacité des huileries à traiter de grandes quantité à la fois, et les procédés de récoltes (Touati, 2013).

4.3.8 Taux d'impureté insoluble (IMP)

Les impuretés sont des substances autres que l'eau et les solvants et qui ne correspondent pas aux glycérides, aux acides gras et aux constitutifs saponifiables des huiles.

Les valeurs des impuretés insolubles qui correspondent respectivement aux échantillons de Ségoise, Chemlal et Limli sont 15.8, 6.6 et 1.4 Ces résultats obtenus sont très supérieurs aux normes COI 2015 ($\leq 0,1$) Les résultats obtenus par Bouteldj et Kadjoudj (2013) sont inférieurs (0.27, 0.47, 0.60 et 2.09) de nos résultats. Cela peut être expliqué par des similitudes d'une façon ou d'une autre entre les méthodes qui sont toutes artisanales appliquant (Bensalem, 2015).

4.3.9 Etat d'oxydation des huiles-Extinction spécifique

L'extinction spécifique à 232 nm (absorbance des mono-hydroxyperoxydes) peut être considérée comme un indicateur de fraîcheur de la matière première de l'huile, alors que la valeur à 270 nm (absorbance des di-hydroxydes céto-triéniques et céto-diéniques) est plus difficile à interpréter rendant compte à la fois de la formation de produits secondaires d'oxydation, mais éventuellement aussi de l'ajout d'huiles raffinées (Mordret, 1999).

Ces paramètres permettent d'évaluer le degré de dégradation de l'huile d'olive. Plus la valeur de K232et K270 est élevée, plus l'huile d'olive est riche en produits secondaires

d'oxydation. Elles ne doivent pas dépasser 2.60 et 0.25 respectivement pour classer les huiles d'olive dans la catégorie extra vierge (Mordret, 1999).

Nos résultats exprimés dans le tableau 2 montrent que les valeurs varient pour K232 (Ségnoise 3.08 , Chemlal 3.01 et Limli 2.99) et le K270 (Ségnoise 2.16 , Chemlal 0.28 et Limli 2.98) sont légèrement supérieur que le résultat de Benrachou et *al.*, (2010) et Faghime et *al.*,(2016) , ce qui montre que l'aromatisation avec les fruits de laurier à froid rend l'huile extra vierge moins oxydable au cours du stockage (Benrachou, 2010) ;ce qui Confirme que ces huiles présentent une oxydation secondaire minimale (Faghime *et al.*, 2016) .

4.4 Dosage des phénols totaux

L'huile d'olive est une source d'au moins 30 composés phénoliques (Tuck et Hayball, 2002). Les poly phénols sont des composés qui constituent l'une des caractéristiques de l'huile d'olive. Ils contribuent à son goût et à son arôme particulier (Servili et Montedoro, 2002 ; Bendini, 2007). Ces composés phénoliques font partie des antioxydants naturels les plus importants de l'huile d'olive et contribuent pour une grande partie à la stabilité de l'huile en augmentant sa résistance à l'auto oxydation (Morello *et al.*, 2004) Afin de mesurer la teneur en phénols de l'huile d'olive Biskra, des échantillons étudiés ont été analysées. Les huiles testées contiennent des quantités appréciables en composés phénoliques. On note selon l'équation de la courbe d'étalonnage la variété Ségnoise est égale 31.93 (avec teneur 0.44×10^{-5}), la variété Chemlal est égale 14.06 (avec teneur 1.30×10^{-5}) et la variété Limli est égale 12.68 (avec teneur 1.4×10^{-5}).

Nos résultats sont élevés par rapport aux résultats obtenus par Dabbou et *al.*, (2010). En comparant les atteints des recherches de Gherib (2015) et Baccouri et *al.* (2008) sur les huiles d'olive d'oléastre avec les résultats de notre recherche, on trouve que nos teneurs de polyphénols totaux sont inférieurs par rapport les résultats de deux chercheurs (220 ppm et 186-435 ppm) respectivement.

D'après Boskou (1996) les composés phénoliques contribuent à la bonne stabilité d'une huile de deux manières : d'une part ces composés, antioxydants naturels, vont s'oxyder préférentiellement aux acides gras insaturés ; d'autre part, on attribue aux phénols la capacité de piéger les radicaux OH.

La quantité de composés phénoliques dans l'huile d'olive dépend de plusieurs facteurs, y compris le cultivar, le degré de maturation, possibilité d'infestation par la mouche de l'olive, le

système d'extraction, ainsi que les conditions climatiques qui prédominent dans la zone de culture de l'arbre (Guerfel *et al.*, 2009).

4.5 Pigment colorants

La teneur totale en pigment dans l'huile d'olive est un paramètre important de qualité car il est corrélé avec la couleur. C'est un paramètre de base pour l'évaluation de la qualité de l'huile d'olive. Par ailleurs, les chlorophylles sont impliquées dans les mécanismes d'auto-oxydation et photo-oxydation. (Guerfel *et al.*, 2009) .

4.5.1 Détermination de la teneur en caroténoïde

Selon (Lazzeri *et al.*, 2006) les carotènes sont des substances chimiques naturelles impliquées dans les mécanismes d'oxydation de l'huile, leur présence en quantité suffisante dans l'huile permet de retarder le phénomène de la photo oxydation et de préserver les paramètres de qualité de l'huile au cours du stockage. Les carotènes sont des substances chimiques naturelles impliquées dans le mécanisme d'oxydation de l'huile et retardent le phénomène de photo-oxydation (Rahmani, 1989) .Des recherches ont démontré que les pigments caroténoïdes sont facilement dégradés en présence de la lumière et de la température élevé (Marty et Berset, 1988 ; Miguez-Mosquera *et al.*, 1990) et liées au degré de maturité des olives (Tanouti *et al.*, 2011) ; les résultat d'analyse des caroténoïdes sont présentés dans le tableau 11.

Tableau 11. Teneur de caroténoïde exprimé en ppm

Variété de l'huile d'olive	Ségoise	Chemlal	Limli
Carcinoïde (ppm)	3.12	1.65	3.66

Nos résultats montrent que les trois échantillons de l'huile d'olive ont une teneur en caroténoïdes de l'ordre de 3.12mg /kg, 1.65mg /kg, 3.66 mg /kg) de Ségoise, Chemlal et Limli respectivement. Il est inférieur à celle obtenues par Benrachou (2013) soit 13,10 mg/100g pour Bouricha ; 12,82 mg/100g pour Limli et 10 mg/100g pour Blanquette. Et légèrement supérieur à ceux trouvé par Gherib (2015) de l'huile de l'oléastre estimé à (2,2mg/kg).

Cette faible teneur enregistrée en ces pigments est due au fait que les caroténoïdes s'oxydent rapidement à cause de leur degré d'instauration élevé, la longue chaine de doubles liaisons conjuguées (Graille, 2003).

D'après Gimeno *et al.*, (2002), la teneur en caroténoïdes dépend du degré de la maturation. En effet, au cours de la maturation, la teneur en caroténoïdes diminue graduellement. Cette diminution devient prononcée avec l'augmentation de la synthèse des anthocyanes (Roca *et al.*, 2001) .

4.5.2 Détermination de la teneur en chlorophylles

Afin de mesurer la teneur en chlorophylle représentée en (mg/Kg) des l'huiles d'olives Ségoise, Chamlel et Limli, présente dans le tableau 12.

Tableau 12. Teneur de chlorophylle exprimé en ppm

Variété de l'huile d'olive	Segoise	Chemlal	Limli
Chlorophylles (ppm)	3.39	0.156	0.62

Les valeurs varient entre (3.39, 0.156 et 0.62) qui sont inférieures aux résultats trouvés par Nora et Henchiri, (2016), qui a trouvé les teneurs chlorophylliennes suivantes : (Limli 10.03, 11.06 et 13.53 ppm). La concentration en chlorophylles peut dépasser 80mg/kg pour des huiles obtenues à partir d'olives en stade précoce de maturité, pour chuter à des valeurs d'environ 2 mg/kg lorsque le fruit est bien mûr (Tanouti *et al.*, 2011) . Les propriétés thérapeutiques de la chlorophylle et de ses dérivés sont nombreuses parmi lesquelles on peut citer la prévention contre certains cancers, normaliser la pression sanguine, la stimulation du système immunitaire et la détoxification du foie (Mayen *et al.*, 1996).

La teneur en chlorophylle dépend de la zone de production, le sol, les conditions climatiques, le degré de maturation, de type d'olive, et la durée de stockage (Abdelaziz et Djamila, 2016).

Conclusion

Au terme de ce travail qui a porté sur l'étude physico – chimique de l'huile d'olive dans la région de l' Outaya , nous pouvons dire qu'il existe une diversité d'olivier , cette dernière est le résultat de la richesse biologique d'où chaque variété montre les caractéristique propre pour les trois variété d'olive (Ségoise , Chemlal et Limli); qui se répercute sur l'expression des caractère morphologique (qualitatif et quantitatif) et agronomique .

L'étude comparative des variétés de l'huile d'olive pour nous a permis de tirer les conclusions :

L' analyse qualitative sur la pâte du fruit d'olive issue de L'Outaya, elle a montré que notre échantillon contient des substances plus ou moins importantes de Tanins, Anthocyanes, Flavonoïdes, Saponosides, Terpènes et Stérols en quantité importante.

Sur la totalité des variétés d'huiles d'olives étudiées nous avons enregistré une diminution progressive des teneurs en poly phénols totaux.

L'analyse de leurs caractéristiques physico-chimiques a montré qu'elles sont dans les normes internationales.

Les résultats obtenus ont montré que les caractéristiques physicochimiques (l'humidité, l'acidité, l'indice d'iode, l'indice de peroxyde, Extinction à 232 nm et à 270nm) sont conformes aux normes du COI 2015 pour les huiles d'olives. Les indices de peroxydes sont nettement supérieurs à ceux rapportés par (Zegane et *al.*, 2015), (Benrachou et *al.*, 2010), (Dabbou et *al.*, 2010).

Le rendement en huile est comparable aux autres huiles d'olive, la variété Chemlal 62.13% suivi de la variété Ségoise 51,10 % et la variété Limli 26.39% à partir de ce résultat on peut dire que le rendement de l'huile est influencé par la zone d'échantillonnage, d'un autre côté il existe de nombreuses études montrent qu'au cours la période de maturité, le pourcentage de l'huile augmente radicalement au début du stade de maturation et baisse légèrement quand le fruit dépasse la maturité (Salvador et *al.*, 2001).

Le degré de maturité des olives, le système de récolte, le temps s'écoulant entre la récolte et la trituration, la méthode de stockage des olives dans le dépôt, le système d'extraction, le système de conservation sont tous des facteurs qui influencent la qualité de l'huile d'olive (Benrachou, 2013).

Références Bibliographiques

A

- Abdelaziz B. et Djamila S. 2016. Oleiculture: Caractérisation De Six Variétés D'olives Introduites Dans Le Sud-Est Algérien. *European Scientific Journal, ESJ*, 12.
- Adicom S. 1997. L'huile d'olive et la santé. Edition Comité Oléicole International, p 218-292.
- AFNOR (Association Française pour la Normalisation). 1984. Recueil des normes françaises : corps gras, graines oléagineuses et produits dérivés (3ème Ed). AFNOR: Paris; 459.
- Akika F., Bouchebra A., M'hamdioua N., Roula M. E. 2009. *Variété Sigoise Barranco D.*, Rallo L. 2005. Épocas de floraciónmaduración. *Variedades de olivo en España (Libro II: variabilidad y selección)*. (Eds L Rallo, D Barranco, J Caballero, A Martín, C del Río, J Tous, I Trujillo) p 281-292.
- Angerosa F., Mostallino R., Basti C., Vito R. 2001. Influence of malaxation temperature and time on the quality of virgin olive oils. *Food Chemistry*, 72(1) : 19-28.
- Artaud, M. 2008. L'Olivier. *Sa contribution dans la prévention et le traitement du syndrome métabolique*, 06-07.
- Assman A. 2008. Effets des composants mineurs de l'huile d'olive sur la santé. *Food Chemistry*, p 34-37.

B

- Barbehenn R. V., and Constable CP. 2011. Tannins in plant-herbivore interactions. *Phytochemistry* 72:1551-1565.
- Babu P. V. A., Liu D., Gilbert E. R., 2013. Recent advances in understanding the anti-diabetic actions of dietary flavonoids. *The Journal of nutritional biochemistry*, 24(11): 1777-1789.
- Baccouri O., Guerfel M., Baccouri B., Cerretani L., Bendini A., Lercker G., Miled D. D. B. 2008. Chemical composition and oxidative stability of Tunisian monovarietal virgin olive oils with regard to fruit ripening. *Food chemistry*, 109(4) : 743-754.
- Barranco D., Rallo L. 2005. Épocas de floraciónmaduración. *Variedades de olivo en España (Libro II: variabilidad y selección)*. (Eds L Rallo, D Barranco, J Caballero, A Martín, C del Río, J Tous, I Trujillo) pp 281-292.
- Beauchamp, G. K., Keast R. S., Morel, D., Lin, J., Pika J., Han, Q., Breslin P. A. 2005. Ibuprofen-like activity in extra-virgin olive oil. *Nature*, 437(7055): 45-46.

- Beltrán G., Aguilera, M. P., Del Rio C., Sanchez S., Martinez L. 2005. Influence of fruit ripening process on the natural antioxidant content of Hojiblanca virgin olive oils. *Food Chemistry*, 89(2): 207-215.
- Benabid H. 2009. Caractérisation de l'huile d'Olive Algérienne, Apports des méthodes chimiométriques. *INATAA. Université Mentouri De Constantine, Algérie.*
- Benaziza A. et Semad D. 2016. Oleiculture : Caractérisation De Six Variétés D'olives Introduites Dans Le Sud – Est Algérien. *European Scientific* 12(33) : 537-553.
- Bensalem G., 2015. L'huile de lentisque (*Pistacia Lentiscus L*) dans l'Est Algérien : caractéristique physicochimique et composition en acides gras. Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme Magister en Sciences Alimentaires, option de Technologies Alimentaires, Université Constantine 1, p. 78-139.
- Bendini A., Cerretani L., Carrasco-Pancorbo A., Gomez-Caravaca A. M., Segura-Carretero A., Fernandez-Gutiérrez A., Lercker G. 2007. Phenolic molecules in virgin olive oils: a survey of their sensory properties, health effects, antioxidant activity and analytical methods. An overview of the last decade Alessandra. *Molecules*, 12(8) : 1679-1719.
- Benrachou N., Henchiri C., Djeghaba Z. 2010. Caractérisation de trois huiles d'olive issues de trois cultivars de l'Est algérien. *Synthèse: Revue des Sciences et de la Technologie*, 22 : 12-22.
- Benrachou N. 2013. Etude des caractéristiques Physicochimique et de la composition biochimique d'huile d'olive issues de trois cultivars de l'Est Algérien. Biochimie. Badji Mokhtar Annaba. P. 85.
- Benrachou N. (2012). *Etude des caractéristiques physicochimiques et de la composition biochimique d'huiles d'olive issues de trois cultivars de l'Est algérien* (Doctoral dissertation, Annaba).
- Bianchi G. 2003. Lipids and phenols in table olives. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 105(5): 229-242.
- Boizot N., Charpentier J. P. 2006. Méthode rapide d'évaluation du contenu en composés phénoliques des organes d'un arbre forestier. *Cahier des Techniques de l'INRA*, 79-82p.
- Boskou D., Blekas G., Tsimidou M. 2006. Olive Oil Composition. In: *Olive Oil: Chemistry and Technology*. AOACS Press, USA, pp. 52-83.
- Boudibi S., Sakaa B., Zapata-Sierra A. 2019. Ground water quality assessment using GIS, ordinary kriging and WQI in an arid area. *Ponte Int SciRes J*.

- Bougherara S., Boucetta N., Lecheb F., Medjdoub F., Delleci K., Belkhir M. 2021. Characterization and valorization of olive by-products from a traditional oil mill in Béjaia. *Algerian Journal of Environmental Science and Technology*, 7(1).
- Bouhadjra K., 2005. Contribution A l'Etude Chimique Et Biologique De Deux Plantes Médicinales Sahariennes Oudneya Africana R. Br. Et *Aristida Pungens L.* Thèse de Doctorat En Chimie Organique Appliqué. Université Abou Bekr Belkaid, Tlemcen. Algerie. P. 143.
- Bouhadjra K. 2011. *Etude de l'effet des antioxydants naturels et de synthèse sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge* (Doctoral dissertation, UMMTO).P13-15.
- Boulfane S., Maata N., Anouar A., Hilali, S. 2015. Caractérisation physicochimique des huiles d'olive produites dans les huileries traditionnelles de la région de la Chaouia-Maroc. *Journal of Applied Biosciences*, 87 : 8022-8029.
- Bouquet A. 1972. Plante médicinale de Congo Brazzaville Ed : O.R.S.T.O.M. 76-78p.
- Boutelja F., et Kadjoudj Z. 2013. Etude des paramètres physicochimiques de l'huile de fruits de pistachier lentisque : *Pistacia lentiscus L.* (Drou) de Mila e Jijel. Mémoire de fin d'étude en vue de l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Nutrition et en Technologie Agro-alimentaires, INATAA Université Constantine I.
- Boussenadj I. 2005. L'huile d'olive et la santé. Santé plus n° 39-40.
- Brand-Williams, W. 1996. *Activités antioxydante et antiradicalaire de composés phénoliques et d'extraits végétaux en systèmes modèles et en cuisson-extrusion*. Doctoral dissertation. p 29-30.
- Brins N., Boudoukha A. 2011. Classification statistique et hydrochimique des eaux souterraines de la plaine d'El-Outaya (W) de Biskra-Algérie, *Courrier du Savoir scientifique et technique*, 11(11), 41-46.
- Burton G. W., Ingold K. U. 1986. Vitamin E: application of the principles of physical organic chemistry to the exploration of its structure and function. *Accounts of chemical research*, 19(7): 194-201.

C

- Caballero J. M., Eguren J. 1986. Agronomic characteristics of a world collection of olive cultivars. *Olea*, 17: 77-83.

- Cavusoglu A., Oktar A. 1994. Les effets des facteurs agronomiques et des conditions de stockage avant la mouture sur la qualité de l'huile d'olive. *Olivae (Ed. française)*, (52) : 18-24.
- Charef M. 2011. Contribution à l'étude de la composition chimique et étude des propriétés phytochimiques et nutritionnelles des lipides des fruits de *Pistacia lentiscus* et du *Quercus*. Thèse de Doctorat ; Chimie Organique Appliquée. Université Kasdi Merbah-Ouargla, p. 137.
- Chebbah M. 2007. Caractérisation sédimentologique et géochimique du Néogène, de part et d'autre de l'accident sud-atlasique, région de Biskra. Thèse de Doctorat. Université de Mentouri Constantine ,p.40-47.
- Christakis G., Fordyce M.K. et Kurtz C.S. 1983. Aspects biologiques et médicaux de l'huile d'olive. Ed COI, 7 p.
- Cimato A. 1990. Effect of agronomical factors on virgin olive oil quality *gas*, 61, p 7.
- Conseil Oléicole International (COI). 2006. Guide de gestion de la qualité de l'industrie de l'huile d'olive: les moulins. T.33/Doc.no 2-4.p.20.
- COI. 2015. Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive.COI/T.15/NC n°3/Rév8
- Cuvelier M. E., Maillard M. N. 2012. Stabilité des huiles alimentaires au cours de leur stockage. *OCL Oilseeds and fats crops and lipids*, 19(2): 125-132.

D

- Dabbou S., Sifi S., Rjiba I., Esposto S., Taticchi A., Servili M., Hammami M. 2010. Effect of pedoclimatic conditions on the chemical composition of the Sigoise olive cultivar. *Chemistry & biodiversity*, 7(4): 898-908.
- Daoudi A., Hrouk H., Belaidi R., Slimani I., Ibijen J., Nassiri L. 2016. Valorisation de *Ruta Montana* et *Ruta chalepensis*: étude ethnobotanique, screening phytochimique et pouvoir antibactérien. *Journal of Materials and Environmental Science*, 7(3), 685-1063.
- Dettori S., Russo G. 1993. Influenciadel cultivar y delrégimenhídrico sobre el volulmen y la calidadelaceite de oliva. *Olivae: revista oficial del Consejo Oleícola Internacional*, (49) : 36-43.
- Di Giovacchino L. 1991. Situation en Italie de la voie enzymatique pour la production d'huile d'olive: résultats des essais et perspectives. *Revue française des corps gras*, 38(3-4) : 85-94.

•Dohou R., Yamni K., Tahrouch S., Hassani L. I., Badoc A., Gmira N. 2003. Screening phytochimique d'une endémique ibero marocaine, *Thymelaealy throides*. *Bulletin-Société de Pharmacie de Bordeaux*, 142(1/4): 61-78.

E

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

•Euagelia A. 2005. Les huiles végétales pures. De la graine au pot d'échappement : un carburant vert [en ligne]. Edition Tournésol, p. 93.

•Evuti A. M. 2013. A synopsis on biogenic and anthropogenic volatile organic compounds emissions: hazards and control. *Int. J. Eng*, 2(5): 145.

F

•Faghim J., Guasmi F., Ben Mohamed M., Ben Ali S., Triki T., Guesmi A., Zammouri T., Mostfa L., Nagaz K. 2016. Comparaison de la composition physicochimique d'huile d'olive chez la variété Chemlai sous l'effet d'irrigation. *Revue des Régions Arides* n°43: 19-21.

•FAO. 2003. Food and Agriculture Organisation. <http://www.unctad.org/faostat/fr/#data>.

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

•Fedeli E. 1997. Lipides of olives *Prog Chem, Fats other lipids*, 15: 57-74.

•Fourasté I. 2002. Etude botanique "L'Oliver". Faculté des Sciences Pharmaceutiques de Toulouse, p.13.

G

- Gallina-Toschi T., Cerretani L., Bendini A., Bonoli-Carbognin M., Lercker G. 2005. Oxidative stability and phenolic content of virgin olive oil: an analytical approach by traditional and high resolution techniques. *Journal of Separation Science*, 28(9-10): 859-870.
- García-González D. L., Aparicio-Ruiz R., Aparicio, R. 2008. Virgin olive oil-Chemical implications on quality and health. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 110(7) : 602-607.
- Gerib A. 2015. *Caractérisation physicochimique et biochimique d'un extrait d'Olea europea var. oleaster et détermination de ses effets sur certains paramètres biologiques* (Doctoral dissertation, Université Badji Mokhtar).
- Ghalmi R. 2012. *Effet de facteurs agronomiques et technologiques sur le rendement et la qualité de l'huile d'olive* .Doctoral dissertation.
- Gharby S., Harhar H., Guillaume D., Haddad A., Matthäus B., Charrouf Z. 2011. Oxidative stability of edible argan oil: A two-year study. *LWT-Food Science and Technology*, 44(1): 1-8.
- Ghedira K. 2008. L'olivier. *Phytothérapie*, 6(2) : 83-89.
- Gigon F., et Le Jeune R. 2010. Huile d'olive, *Olea europaea L.* *Phytothérapie*, 8(2) : 129-135.
- Graille, J. (2003). *Lipides et corps gras alimentaires*. Lavoisier Tec et Doc.
- Granier G. 2006. Obtention d'une huile d'olive vierge extra de hautes qualités nutritionnelle et organoleptiques. *Domaine de Pierredon*, 42: 1-14.
- Grati-Kamoun N. 2007. Étude de la diversité génétique de l'olivier cultivé en Tunisie: approche pomologique, chimique et moléculaire. *Sfax, Tunisia, Universidad de Sfax*.
- Green P.S. 2002. A revision of *Olea L (Oleaceae)*. *Kew Bulletin*, 57 (1): 91-140.
- Guerfel M., Ouni Y., Taamalli A., Boujnah D., Stefanoudaki E., Zarrouk M. 2009. Effect of location on virgin olive oils of the two main Tunisian olive cultivars. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 111(9), 926-932.

- Haddam M., Chimi H., Amine A. 2014. Formulation d'une huile d'olive de bonne qualité. *OCL*, 21(5): 507.
- Hamadou H. H., Kallo M. S., Manzo L. M., Moussa I., Adamou R., Ikhiri K. 2018. Criblage phytochimique et dosage des polyphénols du *Detarium micro carpum* Guill et Perr utilisé dans le traitement des maladies parasitaires au Niger. *Afrique science*, 14(5): 390-399.
- Harborne J.B. 1967. *Comparative biochemistry of flavonoids*. New York: Academic Press, p. 1-130.
- Haroun Y 2009. *Les miracles du Coran*, ED : IQRA, Paris, P410.
- Harper A.H. 1977. *Précis de Biochimie*. Les Presses de l'Université de Laval, Québec. (4eme Ed), p. 26.
- Hartmut K. Lichtnetharler. 1987. *Chlorophylls and Carotenoids: Pigments of photosynthetic*. *Methods in Enzymology*.148, pp. 350-382.
- Hartmann T., and Witte L. 1995. *Chemistry, Biology and chemo ecology of the pyrrolizidine alkaloids*. In *Alkaloids: chemical and biological perspectives*. Pergamum vol 9:155-233.
- Harwood J. 2000. *Handbook of olive oil: Analysis and properties*. R. Aparicio (Ed.). Gaithersburg, MD: Aspen. P 620.
- Hauville A., 1963. La reparation des varietes d'olivier en Algerie et ses consequences pratique. *Bulletin de la Societe Agricole d'Algerie*, 580 : 1-8.
- Henry S. 2003. *L'huile d'olive: son intérêt nutritionnel, ses utilisations en pharmacie et en cosmétique*. Doctoral dissertation, UHP-Université Henri Poincaré.
- Houmba G. N. R., Gandonou C. B., Houssou A. P., Capo-Chichi M., Houngbeme A., Gbaguidi F. 2016. Evolution des caractéristiques physico-chimiques de la graine et de l'huile de pour ghère (*Jatropha curcas*) en fonction du degré de maturité des fruits. *International Journal of Biological and Chemical Sciences*, 10(2): 599-608.

I

- ISO 3966, 2007.
- ISO 3960. 2001. *Corps gras d'origines animale et végétale, détermination de L'indice de peroxyde*.
- ISO 659-1988 (E), International Organization for Standardization (ISO), Geneva, 1988.

- ISO 663. 1996. Corps gras d'origines animale et végétale, détermination de la teneur en impuretés insolubles.

- ISO 660. 2003. Corps gras d'origines animale et végétale, détermination de L'indice d'acide et de l'acidité.

- ITFA: Brochure ITAFV. Projet CFC/IOOC/04. 2006. Les sous-produits de l'olivier et la fertilisation des cultures fruitières et de la vigne.

J

- Journal Officiel de la République Algérienne (JORA). 2011. Méthode de détermination de l'indice de saponification des corps gras d'origine animale et végétale, N°64.p. 26-27.

K

- Kanji N. A. 2001. Etude de la composition

- Karumi Y. 2004. Identification of Active Principles of *M. balsamina* (Balsam Apple) Leaf Extract Karumi Y. PA. Onyeyili and VO Ogugbuaja. *Journal of Medical Sciences*, 4(3): 179-182.

- Kiritsakis A., Aspris P., Markakis P. 1990. Trans isomerization of certain vegetable oils during frying. *Developments in food science*.N.

L

- Lacoste F. 2014. Undesirable substances in vegetable oils: anything to declare?. *Ocl* 21(1): 103.

- Laincer F., Laribi R., Tamendjari A., Arrar L., Rovellini P., Venturini, S. 2014. Olive oils from Algeria: Phenolic compound, antioxydant and antibacterial activities. *Grasas y Aceites*, 65(1), 001.

- Laribi R., Laincer F., Tamendjari A., Rovellini P., Venturini S., Keciri S., Arrar, L. 2011. Caracterisation de dix varietes d'huile d'olive algerienne: etude du profil en composés phenoliques par HPLC. *La Rivista Italiana Delle Sostanze Grasse*, 88, 161-171.

- Lazzeri Y. 2009. Les défis de la mondialisation pour l'oléiculture méditerranéenne. In *Conférence Centre Culturel Français de Tlemcen Algérie (Novembre 2009)*. Institut Français à Tlemcen. p. 24.

- Lion PH. 1955. Travaux pratiques de chimie organique. Ed. Dunod, Paris.

•Liphschitz N., Gophna R., Hartman M., Biger G. 1991. The beginning of olive (*Olea europaea*) cultivation in the Old World: are assessments. *Journal of Archaeological Science*, 18(4): 441-453.

•Llor X., Pons E., Roca A., Alvarez M., Mane J., Fernandez-Banares F., Gassull M. A. 2003. The effects of fish oil, olive oil, oleic acid and linoleic acid on colorectal neoplastic processes. *Clinical Nutrition*, 22(1): 71-79.

•Lomenech H. 2010. *L'olivier: Intéret dans les produits cosmétiques*, p. 97.

•Loussert R., Brousse G., 1978. L'olivier. Techniques agricoles et production méditerranéenne. Ed. Maisonneuve et Larousse, Paris, p .447

M

•Mahdi S. 2016. Indices lipides et dosage des polyphénols dans différents échantillons d'huile d'olive. Mémoire de master en Biologie. Université Abou bekr Belkaid-Telemcen. P. 34.

•Mannllah A. 2012. Activité antioxydante et anticoagulante des polyphénols de la pulpe d'olive *Olea europaea L*, Faculté des sciences de la nature et de la vie. *Université Ferhat Abbas-Setif*, p. 85.

•Mansouri S. 2011. Etude de l'aspect reproducteur de l'olivier (*Olea europea L*. variété Chemlal) dans la région Berriche willaya d'Oum El Bouaghi. Mémoire d'ingénieur. Université El Hadj Lakhdar-Batna. P.8-10.

•Mayne S. T. 1996. Beta-carotene, carotenoids, and disease prevention in humans. *The FASEB Journal*, 10(7) : 690-701.

•M'baye B. K., Alouemine S. O., Lô B., Bassene E. 2012. Etude de l'effet de la température sur les huiles alimentaires en mauritanie: Dosage des indices de peroxyde. *Revue Ivoirienne des Sciences et Technologie*, 19 : 26-33.

•McDowell L. R. (2000). *Vitamins in Animal and Human Nutrition*. Ames: Iowa State University Press.

•Mendil M., Sebai, A. 2006. L'olivier en Algérie : Aperçu sur le patrimoine génétique autochtone. *ITAF*, Algérie, p. 99.

•Mida K. G. R., Chtistelle A. N. T., Akhanovna M. B. J., Yves-Alain B. 2012. Phenols et flavonoïdes totaux dans les extraits organiques de dix Plantes utilisées dans la tradithérapie du cancer du sein en Côte d'Ivoire. *European journal of scientific research*, 68(2) : 182-190.

- Miguez –Mosquera M.I., Gandul-Rojas B., Garrido –Fernandez J., Gallardo Guerrero L.1990. Pigments present in virgin olive oil. *Journal of American oil chemist's Society*, 67(3):192-196.
- Min K. and Ebeler S. E. 2008. Flavonoid effects on DNA oxidation at low concentrations relevant to physiological levels. *Food and Chemical Toxicology* 46(1):96-104.
- Mordret F. 1999. Conférence Chevreul: évolution des critères de qualité des huiles d'olive vierges: perspectives. *OCL. Oléagineux, corps gras, lipids*, 6(1): 69-76.
- Morello J. R., Motilva M. J., Tovar M. J., Romero M., P. 2004. Changes in commercial virgin olive oil (CV Arbequina) during storage, with special emphasis on the phenolic fraction. *Food Chemistry*, 85(3):357-364.
- Moussouni I. 2016. Contribution à l'étude physico-chimique des échantillon d'huile des échantillon d'huile d'olive et leur mélange.

N

- Niaounakis M., Halvadakis C. P. 2004. Olive processing waste management literature review and patent survey. *Waste management series*, 1st ed, sl, p. 498
- Nora B., Henchiri, C. 2016. Analysis of bioactive minor compounds in three olive oils from varieties of olive tree eastern Algerian (Bouricha, Limli and Blanquette). *Journal of Natural Remedies*, 16(4), 153-164.
- Novidzro K. M., Wokpor K., Fagla B. A., Koudouvo K., Dotse K., Osseyi E., Koumaglo K. H. 2019. Etude de quelques paramètres physicochimiques et analyse des éléments minéraux, des pigments chlorophylliens et caroténoïdes de l'huile de grains de *Griffonia simplicifolia*. *International Journal of Biological and Chemical sciences* 13(4) : 2360-2373.

O

- Okmu D.E. 2005. Phytochemicals, vitamins and mineral contents of two Nigerian medicinal plants. *International Journal of Molecular Advance Sciences*.1 (14): 375-381.
- Ollivier D., Boubault E., Pinatel C., Souillol S., Guère M., Artaud J. 2004. Analyse des fractions phénoliques des huiles d'olive vierges.
- Oreggia M., 2017. FLOS OLEI. Del tribunal Di Roma. Italie.
- Oudan L., Mahjoubi M., Zair T., Alistiqsa F.2019. Etude phytochimique et ethnobotanique, dosage des polyphénols totaux de l'huile essentielle et des extraits du thymus capitatus.

• Ouedraogo R. A., Koala, M., Dabire C., Hema A., Bazie V. B. E. J. T., Outtara L. P., Nebie R. H. 2015. Teneur en phénols totaux et activité antioxydante des extraits des trois principales variétés d'oignons (*Allium cepa L.*) cultivées dans la région du Centre-Nord du Burkina Faso. *International Journal of Biological and Chemical Sciences*, 9(1): 281-291.

P

• Plard J. 2014. *Apport de la chimométrie et des plans d'expériences pour l'évaluation de la qualité de l'huile d'olive au cours de différents processus de vieillissement*. Doctoral dissertation, Aix-Marseille, p.23-28.

R

• Rahmani M. 1989. Mise au point sur le rôle des pigments chlorophylliens dans la photo-oxydation de l'huile d'olive vierge. *Olivae*.26 :30-32.

• Ribéreau-Gayon P 1968. Les composés phénoliques des végétaux. Editions Dunod, Paris. P.254.

• Roca M., 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.

• Rowan K. S. 1989. The carotenoids. *Photosynthetic pigments of algae*, 1: 112-166.

• Roiaini M., Ardiannie T., Norhayati H. 2015. Physicochemical properties of canola oil, olive oil and palm oil in blends. *International Food Research Journal* 22(33):1227-1233.

• Ruby, J. (1916). Recherches morphologiques et biologiques sur l'olivier et ses variétés cultivées en France. *Ann. Sci. Nat. Bot.*, 20, 1-286.

S

• Salvador M. D., Aranda F., Fregapane G. 2001. Influence of fruit ripening on Cornicabra virgin olive oil quality a study of four successive crop seasons. *Food Chemistry* 73(1) :45-53.

• Sekour B. 2012. *Phytoprotection de l'huile d'olive vierge (H.O.V) par ajout des plantes végétales (thym, ail, romarin)*. Mémoire de magistère en Génie-Alimentaire, Université M'Hamed Bougara-Boumerdes, Algérie, p 125.

• Servili M., et Montedoro G. 2002. Contribution of phenolic compounds to virgin olive oil quality. *European Journal of Lipid Science and Technology* 104(9-10): 602-613.

• Solfo R. 1973. Etude d'une plante médicinale Malgache *Baxusma dagascarica* Bail et ses variétés Ed : O.R.S.T.O.M, PP. 123-12.

• Soualeh N., Soulimani R. 2016. Huiles essentielles et composés organiques volatils, rôles et intérêts. *Phytothérapie*, 14(1) : 44-57.

T

• Tan Y et al. 1994. Rapid determination of olive oil carotenoids by HPLC. *J. Micronutr Anal.* N°3. P.97-106.

• Takuo O. 2005. Systematics and health effects of chemically distinct tannins in medicinal plants. *Phytochemistry* 66:2012-2031.

• Tanouti K., Elamrani A., Serghini-Caid, H., Tahani N. 2011. Quality of olive oils produced in east of Morocco. *Electronic Journal of Environmental, Agricultural & Food Chemistry*, 10(7).

• Tanouti K., Serghini-Caid H., Chaib E., Benali A., Harkous M., Elamrani A. 2011. Amélioration qualitative d'huiles d'olive produites dans le Maroc oriental. *Les technologies de laboratoire* 6(22).

•

• Tuck K. L et Hayball P. T. 2002. Major phenolic compounds in olive oil: metabolism and health effect. *Journal of Nutritional Biochemistry* 13:636-644.

U

• Uzzan A. 1992. L'huile d'olive. *Manuel des corps gras*, p.8- 221.

V

• Van den berg H., Faulks R., Grando., Hirschberg J., Olmedilla B., Sandmann G., Southon S., Stahl W. 2000. The potential for improvement of carotenoid levels in food and likely systemic effects. *Journal of food Agriculture* 80:880-912.

• Veillet S. 2010. Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive: Entre Tradition et Innovation. Doctoral dissertation, Université d'Avignon.

• Velasco J., Dobarganes C. 2002. Oxidative stability of virgin olive oil. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 104(9-10), 661-676.

• Villa P. 2003. La culture de l'olivier. DE. vithi. pp 95.

W

- Weil J.P. 2005. Biochimie générale. Edition: Masson. p.273.
- Wendy BW. 1996. Activités antioxydants et anti radicalaire de composés phénoliques et d'extraits végétaux en systèmes modèles et en cuisson-extrusion. Thèse de Docteur en Sciences, Spécialité Science Alimentaires, E.N.S.I.A, Massy. P. 112.
- Wolff J.P. 1968. Manuel d'analyse des corps gras. Edition Azoulay-Paris, p. 245.

Z

- Zegane O., Keciri S., Louaileche H. 2015. Physicochemical characteristics and pigment content of Algerian olive oils: Effect of olive cultivar and geographical origin. *International Journal of Chemical and Biomolecular Science*, 1(3): 153-157.
- Zimmer N., Cordesse R. 1996. Influence des tanins sur la valeur nutritive des aliments des ruminants. *Productions animales*, 9(3): 167-179.
- Zychowski L. M., Logan A., Augustin M. A., Kelly A. L., O'Mahony J. A., Conn C. E., Auty M. A. 2018. Phytosterol crystallisation within bulk and dispersed triacylglycerol matrices as influenced by oil droplet size and low molecular weight surfactant addition. *Food chemistry*. 264 :24-33.

Annexes

Annexe 1

Tableau 1. Principales variétés d'olivier cultivées dans le monde (Grati-Kamoun, 2007).

Pays	Variétés	Utilisation	Distribution en hectares
Argentine	Arauco Arbequina	Huile+Table Huile	28 .670
Espagne	Picual Hojiblanca Cornicabra Lechin Manzanilla Verdal de Badajoz Empeltre Arbequina Cacerena	Huile Huile+ Table Huile Huile Table+Table Huile Huile Huile Huile +Table	2.127 000
Etats –Unis	Manzanilla Mission	Table Table	12 150
France	Picholine Tanche Aglандаu	Table Table Huile	20. 000
Italie	Frontoio Moraiolo Leccino Coratina Carolea Noccellara Belice Itrana Ascolana tenera	Huile Huile Huile Huile Huile Huile + Table Table Table Table	1.140 685
Liban	Soury	Huile +Table	32.000
Maroc	Picholine marocaine	Huile +Table	412 000
Portugal	Galega Carrasquenha Redondil	Huile +Table Huile +Table Huile +Table	316 000
Syrie	Al –Zeiti Al –Sorani Al – Doebly	Huile Huile Huile +Table	405 000

Tunisie	Chemlali Chetoui Meski	Huile Huile Table	1.538 000
Turquie	Ayvalik Cakir Gemlik Memecik Dornat	Huile Huile Table Table Table	877 700
Ancienne Yougoslavie	Oblica Zutica	Huile +Table Huile+ Table	29 960

Annexe 2

Tableau 3. Composition en acide gras d'une huile d'olive (veillet, 2010)

Acides gras	Formule brute	Olivier et al (2003) (%)	Codex alimentarius (2003) (%)
Acide myristique	C ₁₄ :0	Traces	< 0,1
Acide palmitique	C ₁₆ :0	7,5-15,6	7,5- 20
Acide palmitoléique	C ₁₆ :1 ω7	0,3-1,9	0,3- 3,5
Acide margarique	C ₁₇ :0	< 0,3	< 0,5
Acide margaroléique	C ₁₇ :1 ω8	< 0,5	< 0,6
Acide stéarique	C ₁₈ :0	1,4-3,4	0,5- 5
Acide oléique	C ₁₈ :1 ω9	60,9 - 82,1	55- 83
Acide vaccinique	C ₁₈ :1 ω7	0,7-3,6	-
Acide linoléique	C ₁₈ :2 ω6	4,5-16,1	3,5- 21
Acide α-linolénique	C ₁₈ :3 ω3	0,4-1,2	< 1,5
Acide arachidonique	C ₂₀ :0	0,3-0,5	< 0,8
Acide gadoléique	C ₂₀ :1 ω9	0,2-0,5	-
Acide béhénique	C ₂₂ :0	< 0,2	< 0,2
Acide lignocérique	C ₂₄ :0	< 0,1	< 1

Annexe 3 :

Les résultats observé de Screening phytochimique des fruits du l'olivier



Figure 8. Résultats des tannins cathéchiques et le tannin gallique

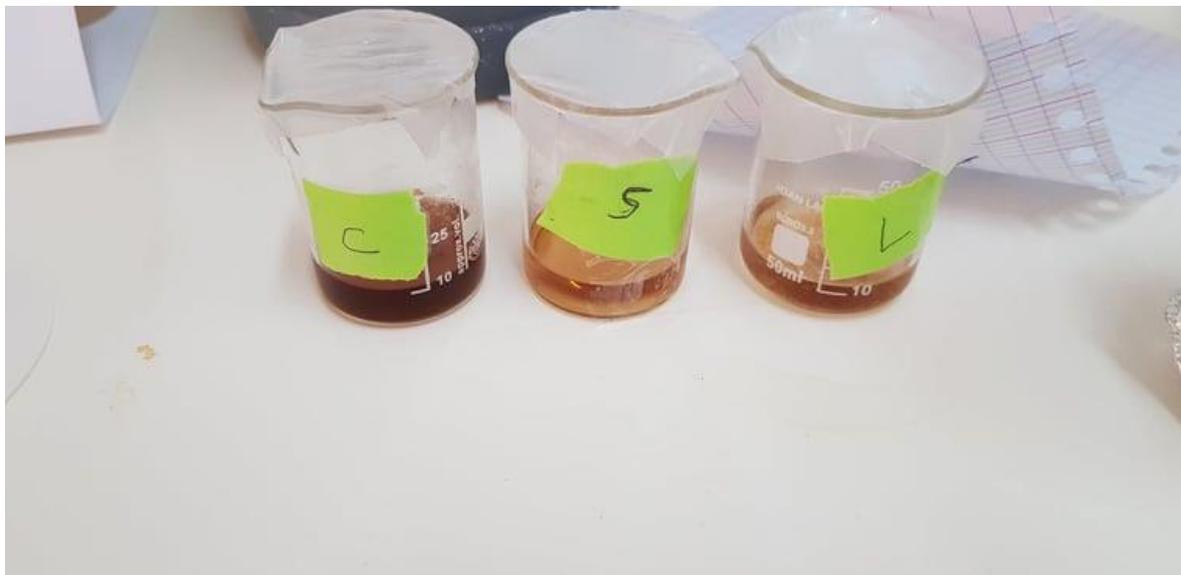


Figure 9. Résultats des alcaloïdes

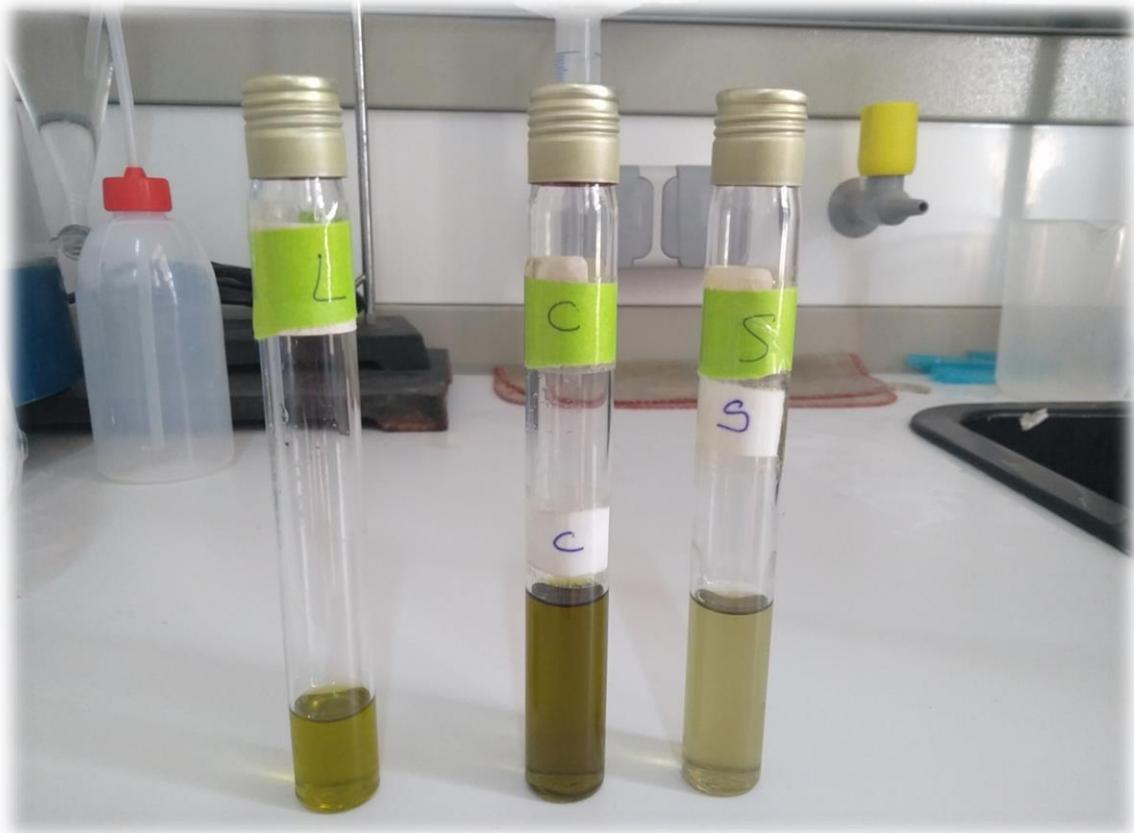


Figure 10. Résultats des teneurs en huiles

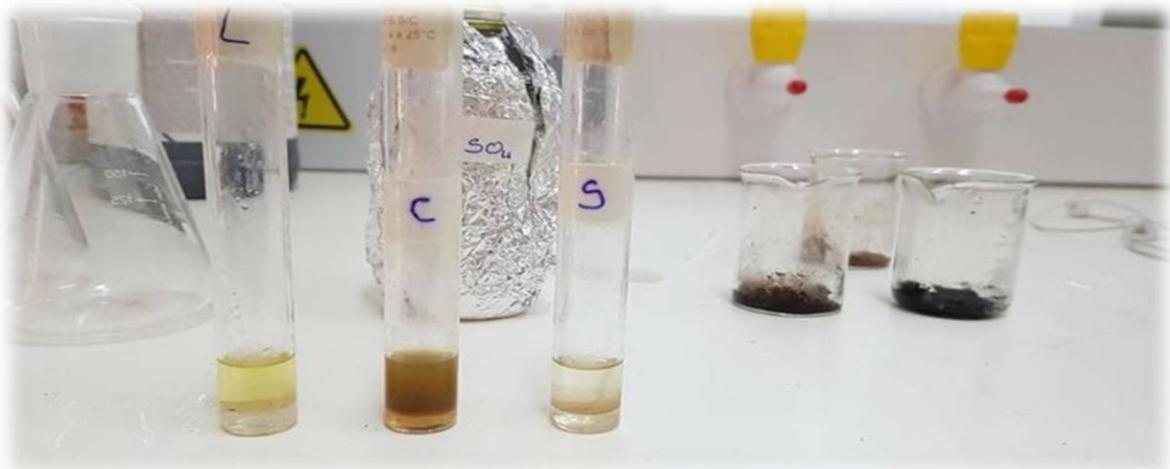


Figure 11. Résultats des terpènes et stéroïdes



Figure 12. Résultats des Anthocyanes

Annexe 4 :

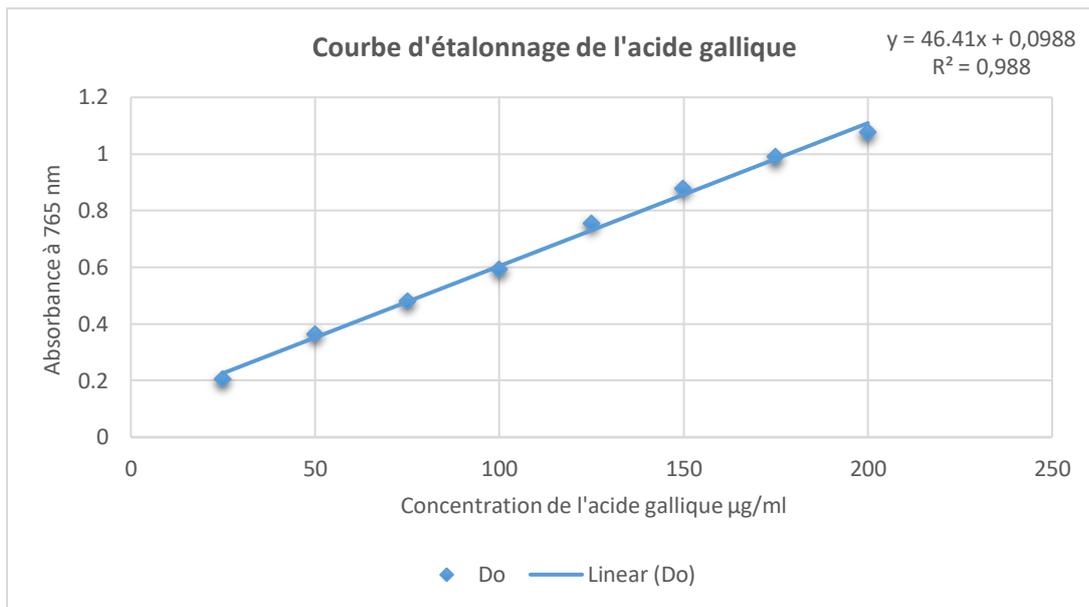


Figure 13 : courbe d'étalonnage de phénols totaux

ملخص

الهدف من هذه الدراسة هو المقارنة بين ثلاثة أنواع من زيوت الزيتون من نفس منطقة الدراسة لوطاية ولاية بسكرة جنوب شرق الجزائر " سجواز وشملال وليملي"؛ من وجهة نظر كيميائية فيزيائية نباتية أظهرت نتائج التحليل الكيميائية النباتية للأصناف الثلاثة وجود المواد الفعالة بكميات كبيرة مثل الثانبات القثاطية (شملال وليملي)، العفص الغالي (سجواز) الانتوسيانين الفلافونويد الصابونوسيدات و التربينات في الأصناف الثلاثة و عدم وجود فلوبرات في جميع الأصناف الثلاثة. الخصائص الفيزيائية و الكيميائية هي محتوى الزيت في الأصناف الثلاثة غني نسبيا بالزيت ذو المحتوى العالي(شملال) المتوسط (سجواز) و المنخفض (ليملي). أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها ان تنوع زيت الزيتون عامل يؤثر على المحصول و كمية الزيت و مجموع البوليفينول . ارقام الحمض و البيروكسيد هيا (8.6 و 8.0 لسجواز. 1.12 و 5.0 لشملال. 2.3 و 10.0 لليملي). هذه الخصائص الفيزيائية و الكيميائية التي تم الحصول عليها تصنف زيوت الزيتون الثلاثة في فئة زيوت الزيتون البكر وفقا للمعايير الدولية (COI, 2015).

الكلمات المفتاحية: زيوت الزيتون، النضج، الأصناف، البوليفينول، معايير الدولية

Résumé

Le but de cette étude est de comparer entre trois variétés des huiles d'olive issues à la même région d'étude "L'Outaya de wilaya de Biskra sud-est algérien" Ségoise, Chemlal et Limli"; d'un point de vue phytochimique, physicochimique.

Les résultats des analyses phytochimiques des trois variétés ont montré la présence des substances actifs en quantité importante tel que: Tanins cathechique (Chemlal et Limli), Tanins gallique (Ségoise), Anthocyanes, Flavonoïdes, Saponosides et Terpènes, dans les trois variétés et l'absence des alcaloïdes chez les trois variétés. Les caractéristiques physicochimiques sont: la teneur en huile dans les trois variétés sont relativement riches en huile avec une teneur élevée (Chemlal), moyenne(Ségoise) et faible (Limli). Les résultats obtenus ont montré que la variété de l'huile d'olive est un facteurs affectant le rendement et la quantité des polyphénols totaux. Les indices d'acide et peroxyde sont (8.6 et 8.0 pour Ségoise ; 1.12 et 5.0 pour Chemlal ; 2.3 et 10.0 pour Limli). Ces caractères physicochimiques obtenus classent les trois huiles d'olive dans la catégorie des huiles d'olive vierges selon la norme internationales (COI, 2015).

Mots clés : Huiles d'olives, maturité, variétés, polyphénols, la norme internationales.

Abstract

The aim of this study is to compare between three varieties of olive oils from the varieties of olive oils from the same study region l'Outaya of the state of Biskra south-eastern Algeria" Ségoise, Chemlal and Limli"; from a phytochemical, physicochemical point of view.

The results of the phytochemical analyzes of the three varieties showed the presence of active substances in large quantities such as: catechic tannins (Chemlal and Limli), gallic tannins (Ségoise), Anthocyanins, Flavonoids, Saponosides and Terpènes, in the three varieties and the absence of Alkaloids in all three varieties.

The physicochemical characteristics are: the oil content in the three varieties are relatively rich in oil with a high (Chemlal), medium (Ségoise) and low (Limli) content. The results obtained showed that the variety of olive oil and the degree of ripeness are two factors affecting the yield and the amount of total polyphenols. Acid and peroxide numbers are (8.6 and 8.0 for Ségoise; 1.12 and 5.0 for Chemlal; 2.3 and 10.0 for Limli).

These physicochemical characteristics obtained classify the three olive oils in the category of olive oils blank according to international standards (COI, 2015).

Keywords: olive oils, maturity, varieties, polyphenols, international standards.