



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET
POPULAIRE



وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

Université Frères Mentouri Constantine 1

جامعة الاخوة منتوري قسنطينة 1

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie

كلية علوم الطبيعة و الحياة

Département : Biochimie et Biologie cellulaire et Moléculaire
قسم: الكيمياء الحيوية والبيولوجيا الخلوية والجزيئية

Mémoire présenté en vue de l'obtention du Diplôme de Master 2

Domaine : Sciences de la Nature et de la Vie

Filière : sciences biologiques

Spécialité : Biochimie

Intitulé :

Etude de la stabilité oxydative d'une huile d'olive après enrichissement par les polyphénols des feuilles de lentisque

Présenté par : BENMOUNAH Meroua

le : 15/07/2021

KHADRI Reyane



Jury d'évaluation :

Présidente du jury : MAAMERI ZINEB (MCA – UFM Constantine 1).

Rapporteur : MOUSSAOUI Samira (MCB – UFM Constantine 1).

Examinatrice : GUENDOUZE Assia (MCB – UFM Constantine 1).

2020/2021

Remerciements

*Avant toute chose, nous remercions **ALLAH**, Le tout puissant, pour*

Nous avoir orienté vers le droit chemin, pour nous avoir aidé tout au long de nos années d'étude, ainsi pour nous avoir donné la force, la volonté et la patience dans l'accomplissement de ce travail.

*Nous adressons nos plus sincères remerciements à notre promotrice **M^{me} Moussaoui Samira**, qui nous a dirigées avec une grande rigueur scientifique, sa patience, ses conseils, sa grande disponibilité tout au long de la réalisation de ce mémoire et surtout pour sa bonne humeur, ainsi pour le temps qu'elle nous a consacré et sans elle ce mémoire n'aurait jamais vu le jour.*

Nous exprimons nos profonds remerciements aux membres de jury qui vont juger notre recherche :

***M^{me} Maamri Z**, qui nous fait l'honneur de présider ce jury. Qu'elle trouve ici l'expression de notre profond respect. **M^{me} Guendouz A**, pour l'honneur qu'elle nous a fait en acceptant d'examiner ce mémoire.*

*Ce travail a été réalisé au niveau du laboratoire d'obtention de substances thérapeutiques (LOST, Constantine). Nous tenons à remercier professeur **KABOUCHÉ Z**, Directrice de LOST qui nous a offert l'occasion de réaliser nos travaux de mémoire au niveau de son établissement. Sans oublier tous les enseignants ayant contribué à notre formation durant le cycle d'étude.*

Nous tenons à formuler notre gratitude et nos profondes reconnaissances à l'égard de nos parents pour leurs indéfectibles soutiens durant tout notre cursus.

Une pensée particulière pour l'ensemble des enseignants ayant contribué à notre formation durant notre cycle d'étude et à tous ceux qui nous ont aidés de près ou de loin à l'achèvement de ce travail.



*Avec l'aide d'ALLAH ♥; le tout puissant ; ce travail est achevé ;
Je le dédie :*

*À celle qui m'a donné un sens à mon existence, en m'offrant une
éducation digne de confiance à celle qui a sacrifiée sa vie pour m'offrir
un climat idéal de travail, qui n'a jamais cessé de témoigner son
affection et m'apporter son soutien et encouragement depuis toujours.
Fadila ma mamoune d'amour je t'aime tant ♥*

*A mon très cher père : **Abd el wahab** Autant de phrases et
d'expressions aussi éloquents soit-elles ne sauraient exprimer ma
gratitude et ma reconnaissance. Tu as su m'inculquer le sens de la
responsabilité, de l'optimisme et de la confiance en soi face aux
difficultés de la vie. Tes conseils ont toujours guidé mes pas vers la
réussite. **Je t'aime ♥***

*A ma très chère sœur **Ibtihal** merci de si bien accomplir ton rôle... de
me prêter ton épaule quand j'en ai besoin... Merci de me suivre et de
m'encourager dans mes projets et dans mes rêves les plus fous... **je
t'aime tant ♥***

*A mon très cher cousin **Baha eddine**, je tiens à te remercier pour ton
soutien, Tu as su m'accompagner dans toutes les épreuves, comme tu
l'as fait à chaque étape de ma vie. C'est un peu fou à dire, mais, après
toutes ces années, je réalise vraiment ce que signifie avoir un frère*

*A TOUTE MA FAMILLE Spécialement mes chères tantes **Malika,**
Fatima , **Soulef** et sans oublier mon très cher oncle **Yassir** qui était mon
deuxième papa et mes cousines d'amour **Amina** et **Ilhem** .*

*à mes meilleures amies **Lamia**, **Nesrine** , **Rayene** , **Chama** C'est dans les
moments difficiles que l'on reconnaît ses vraies amies... Vous êtes de
cela! De vraies amies imprégnées d'altruisme. **Je vous aime ♥***

*Je remercie tout particulièrement **Merve**, ma partenaire de mémoire,
mon binôme ...sans qui rien n'aurait été pareil.
Une spéciale dédicace pour mon chat **Philipa** que j'adore ♥*



Reyane ♥



*Avec l'aide de DIEU le tout puissant est achevé le présent travail que
je dédie:*

*A l'homme de ma vie, mon exemple éternel, mon soutien moral et
source de joie et de bonheur, celui qui s'est toujours sacrifié pour me
voir réussir, à toi mon très cher père **Kamel**. Je t'aime ♥*

*A la lumière de mes jours, la source de mes efforts, la flamme de mon
cœur, ma vie et mon bonheur : ma très chère mère **Samira**. lahbibba
que j'adore ♥*

*A mon frère **Abd el djabar***

*Ta bonté, ton précieux soutien, ton encouragement, ton amour et ton
affection, ont été pour moi l'exemple de persévérance. Que ce travail
soit l'expression de mon estime pour toi et que dieu t'accorde santé,
succès et plein de bonheur dans ta vie.*

*A mes chères sœurs **Asma & Hanene**, merci pour m'avoir toujours
supporté dans mes décisions, merci pour tout votre amour et votre
confiance, que dieu vous paye pour tous vos bienfaits. ♥*

*A mes chères nièces : **Hiba, norhane, aridj & amira** qui rendent ma
vie joyeuse.*

*A mon adorable binôme **Reyane** qui a partagée avec moi les moments
difficiles de ce travail. Avec la gentillesse et la politesse. ♥*

*A vous, dont le cœur est plein d'amour: **Zahra, Rania, Abir & Dalia**. Je
vous adore et votre amitié m'est plus précieuse que de l'or.*



Meroua ♥

TABLE DES MATIERES

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction générale

Synthèse bibliographique

Chapitre I : De l'olive à l'huile d'olive

1	Généralités sur l'Olivier	3
1.1	Introduction	3
1.2	Historique de l'olivier.....	3
1.3	Répartition géographique des oliviers	3
1.3.1	Répartition dans le monde.....	3
1.3.2	Répartition en Algérie	4
1.4	Description de l'olive	4
1.5	Composition chimique.....	5
2	Huile d'olive	5
2.1	Définition.....	5
2.2	Composition biochimique de l'huile	5
2.2.1	Fraction saponifiable	5
2.2.2	Fraction insaponifiable	6
2.3	Classification des huiles d'olive	8
3	Procédés d'extraction de l'huile d'olive	9
3.1	Opérations préliminaires	9
3.1.1	Transport des olives	9
3.1.2	Réception des olives.....	9
3.1.3	Stockage des olives	9
3.2	Trituration des olives	10
3.2.1	Lavage	10
3.2.2	Broyage	10
3.2.3	Malaxage	10

3.2.4	Décantation	10
3.2.5	Extraction de l'huile	10
4	Conservation de l'huile d'olive conditionnement, emballage et stockage	11
5	Facteurs influençant sur la qualité de l'huile	12
6	Propriétés biologiques de l'huile d'olive	15
7	Enrichissement de l'huile d'olive	16
7.1	Enrichissement endogène	16
7.1.1	Irrigation avec de l'eau saline	16
7.1.2	Biofertilisation avec le sélénium (Se)	16
7.1.3	Extraction assistée par ultrasons	16
7.1.4	Combinaison des technologies innovantes pendant le processus d'extraction d'huile d'olive.....	17
7.1.5	Ajout des extraits de feuilles d'olivier, des eaux usées du moulin à huile pendant la malaxation	17
7.2	Enrichissement exogène	17

Chapitre II : Généralités sur *Pistacia Lentiscus*

1	Répartition géographique	18
2	Composition chimique	19
3	Propriétés biologiques et pharmacologiques des feuilles de <i>Pistacia lentiscus</i>	19
3.1	Activité antioxydante.....	19
3.2	Activité antivirale	19
3.3	Activité antimutagène.....	19
3.4	Activité antifongique	20
3.5	Activité anti-inflammatoire et anti- ulcéreuse	20

Chapitre III : Oxydation des lipides et antioxydants

1	Oxydation des lipides	21
1.1	Types d'oxydation	21
1.1.1	Auto- oxydation	21
1.1.2	Photo – oxydation	21
1.1.3	Oxydation enzymatique	22
2	Antioxydants	22

2.1	Définition.....	22
2.2	Classes d'antioxydants	22
2.2.1	Antioxydants primaires	22
2.2.2	Antioxydants secondaires ou « préventifs ».....	23
2.2.3	Antioxydants naturels.....	23
2.2.4	Antioxydants synthétiques	23
2.3	Mécanisme d'action des antioxydants.....	23

Matériel et méthodes

1	Matériel végétal	24
1.1	Feuilles de <i>Pistacia Lentiscus</i>	24
1.2	Fruits d' <i>Olea europaea</i>	24
1.2.1	Présentation de la zone d'étude.....	24
1.2.2	Description des cultivars	25
2	Extraction de l'huile.....	25
3	Extraction assistée par macération des polyphénols des feuilles de <i>Pistacia Lentiscus</i>	26
3.1	Feuilles du <i>pistachier</i>	26
4	Dosages des polyphénols totaux	28
4.1	Principe.....	28
4.2	Mode opératoire.....	28
4.3	Procédure	28
4.4	Préparation de la gamme d'étalon d'acide gallique	28
5	Teneur en eau des olives	29
5.1.1	Définition	29
5.1.2	Principe	29
5.1.3	Matériel	30
5.1.4	Protocole expérimental.....	30
6	Indices de qualité de l'huile d'olive.....	30
6.1	Détermination du coefficient d'extinction spécifique dans l'ultraviolet.....	30
6.1.1	Principe	30
6.1.2	Matériel et réactifs utilisés	30
6.1.3	Mode opératoire	31

6.2	Indice de peroxyde	31
6.2.1	Principe	32
6.2.2	Matériel et réactifs.....	32
6.2.3	Mode opératoire	32
6.3	Acidité libre	33
6.3.1	Principe	34
6.3.2	Matériel et réactifs utilisés	34
6.3.3	Mode opératoire	34
7	Procédure d'enrichissement de l'huile d'olive.....	35

Résultats et discussion

1	Dosage des polyphénols totaux des feuilles de lentisque	36
2	Teneur en eau des olives	37
3	Coefficient d'extinction spécifique dans l'ultraviolet.....	38
4	Indice de peroxyde.....	40
5	Acidité libre.....	41
6	Enrichissement de l'huile d'olive	43
6.1	Indice de peroxyde	43
6.2	Acidité libre	45
6.3	Tests d'extinction spécifiques à K_{232} et K_{270}	46
6.3.1	Extinction spécifique à K_{232}	46
6.3.2	Extinction spécifique à K_{270}	48
	Conclusion	51

Références bibliographique

Résumé

Liste des tableaux

Tableau 1: Composition chimique de l'olive (%).	5
Tableau 2: Composition en acides gras de l'huile d'olive	6
Tableau 3: Facteurs influençant la qualité finale de l'huile.	13
Tableau 4: Gamme d'étalon de l'acide gallique.	29
Tableau 8: Moyennes et écarts- type de l'indice de peroxyde obtenu au cours du stockage à 60°C avec les trois traitements.	43
Tableau 9: Moyennes et écarts- type de l'acidité obtenue au cours du stockage à 60°C avec les trois traitements.	45
Tableau 10: Moyennes et écarts- type de l'extinction K_{232} obtenue au cours du stockage à 60°C avec les trois traitements.	47
Tableau 11: Moyennes et écarts- type de l'extinction K_{270} obtenue au cours du stockage à 60°C avec les trois traitements.	49

Liste des figures

Figure 1: Répartition géographique de l'oléiculture .	4
Figure 2 : Différentes parties de l'olive .	4
Figure 3 : Schéma récapitulatif de la classification des huiles d'olive	8
Figure 4 : Principaux processus d'extraction de l'huile d'olive	11
Figure 5: Aire de répartition du genre <i>pistacia</i>	18
Figure 6: Schéma général de l'oxydation des lipides.	22
Figure 7: Neutralisation des radicaux libre par les antioxydants	23
Figure 8: Origines géographiques des échantillons.	24
Figure 9: Etapes d'extraction d'huile au niveau du laboratoire LOST, 2021.	26
Figure 10: Etape de macération des polyphénols au niveau du laboratoire LOST, 2021.	27
Figure 11: Evaporation à l'aide du rotavapor au niveau du laboratoire LOST ,2021.	27
Figure 12: Etapes de l'analyse spectrophotométrique au niveau du laboratoire.	31
Figure 13: Mesure de l'indice de peroxyde au niveau du laboratoire LOST, 2021.	33
Figure 14: Mesure de l'acidité au niveau du laboratoire LOST, 2021.	34
Figure 15: Courbe d'étalonnage de l'acide gallique.	37
Figure 16: Représentation graphique des résultats de la teneur en eau des olives.	37
Figure 17: Représentation graphique des résultats de coefficient d'extinction spécifique K_{232} et K_{270} .	38
Figure 18: Représentation graphique des résultats d'indice de peroxyde.	40
Figure 19: Représentation graphique des valeurs de l'acidité libre.	42
Figure 20: Evolution de l'indice de peroxyde au cours du stockage à 60 °C.	43
Figure 21: Evolution de l'acidité libre des trois type d'huile au cours du stockage à 60°C.	45
Figure 22: Evolution de l'extinction spécifique(K_{232}) en fonction de la durée du stockage.	47
Figure 23: Evolution de l'extinction spécifique (K_{270}) en fonction de la durée du stockage.	49

Liste des abréviations

(%) : pourcentage

(AG) : Les acides gras

(AGMI) : acides gras monoinsaturés

(AGPI) : acides gras polyinsaturés

(AGS) : acides gras saturés

(Ha) : hectare

µg/kg : microgramme/kilogramme

C° : Degré Celsius

COI : **Conseil Oléicole International**

Cu : Cuivre

DPPH : Diphénylpicrylhydrazine

Fe : Fer

G : gramme

H₂O₂ : Peroxyde d'hydrogène.

Kg : kilogramme

mg : milligramme

mg/kg : milligramme/kilogramme

ml : millilitre

OH : Hydroxyle.

P.L : *Pistacia lentiscus. L*

PPM : partie par million

ROS : espèces réactives de l'oxygène ou ERO

Se : Sélinium

T : température

BPF : Bonnes Pratiques de fabrication

BPH : Bonnes Pratique d'Hygiène

µg : microgramme

TNF α : Facteur de nécrose tumorale (Tumor necrosis factor)

IL : interleukine

UV : Ultra-violet

FCR : Folin ciocalteu

Meq :Milliéquivalent

KOH : hydroxyde de potassium

µL : microlitre

IP : indice de peroxyde

BHT : Butylhydroxytoluène

BHA : Terbutylhydroxyanisol

HPLC : Chromatographie liquide haute pression

Introduction

Dans la culture arabo-musulmane, l'olivier est un arbre sacré et particulier. Il fait partie des arbres cités dans le Coran sourate El-Noor (Verset 35). L'olivier *Olea europaea L.* a été cultivé depuis l'antiquité dans la région méditerranéenne où se concentrent 95 % de la production et 85 % de la consommation mondiale (**Meftah H. et al., 2014**). Cette production concerne les olives de table, l'huile d'olive et des extraits des feuilles d'olivier (**Himour S, 2018**).

L'huile d'olive est un produit très polyvalent et une des huiles végétales les plus anciennes, et la seule qui peut être consommée sous la forme brute sans traitement préalable (**Boskou D, 2006**). Elle est considérée comme une source importante de lipides (**Lesage-Meessen L. et al., 2001**). La qualité de l'huile d'olive commence au moment de la plantation d'une variété et continue à travers la conduite culturale de l'olivier à savoir : l'époque et les modalités de récolte, la durée de stockage au niveau de l'olivieraie, les conditions de transport des fruits, la durée du stockage avant transformation, la conduite technologique d'extraction ainsi que les conditions de stockage et de distribution de l'huile (**Pintal C. et al., 2004**).

Au cours du stockage, les huiles subissent de nombreuses transmutations sous l'action de la lumière, de l'oxygène et des températures élevées. Ces changements sont en général provoqués par diverses réactions chimiques notamment l'auto-oxydation. Cette dernière est la cause principale de la détérioration des huiles au cours de leur stockage, elle dépend de plusieurs facteurs comme la composition initiale de l'huile, la présence et la teneur en composés mineurs à l'activité pro ou antioxydante (minéraux, tocophérols, carotènes, chlorophylles) et les conditions de stockage.

Ces dernières années, différents procédés ont été proposés pour l'amélioration de la qualité nutritionnelle de l'huile d'olive, et augmenter sa stabilité lors de la conservation ; entre autres l'enrichissement exogène par l'incorporation d'antioxydants naturels tels que les polyphénols (**Sawadogo I. et al., 2015**). Les plantes représentent une source inépuisable de principes actifs tels que les polyphénols qui sont des antioxydants naturels non agressifs et bien acceptés par l'organisme en comparaison aux antioxydants synthétiques qui sont susceptibles de causer des effets indésirables (**Iserin, 2001 ; Adida H. et al., 2016**).

Notre étude consiste à trouver un moyen pour retarder la vitesse d'oxydation de l'huile d'olive et prolonger sa durabilité. Ceci peut être réalisé par l'incorporation dans l'huile d'olive des composés phénoliques qui se trouvent dans les différentes parties des plantes (fruits, feuilles, pelures, graines...). Ils possèdent une structure chimique ayant une capacité de piéger les radicaux libres, réagir comme donneurs d'électrons ou de protons et chélater des ions métalliques (**Rice E. et al., 1997**).

L'objectif de notre étude consiste à l'analyse de la qualité d'une huile d'olive et sa stabilité oxydative avant et après enrichissement pour mieux valoriser les polyphénols extraits des feuilles de *Pistacia Lentiscus* d'une part, et prolonger la durée de conservation de l'huile en réduisant l'oxydation des lipides d'autre part.

Le présent travail s'articulera en trois parties :

La première partie de ce travail consiste en une synthèse bibliographique qui comprend trois chapitres : le premier chapitre est sur l'huile d'olive, le deuxième porte sur des généralités de *Pistacia Lentiscus*, et le contenu du dernier chapitre entame l'oxydation des lipides et antioxydants.

La deuxième partie expérimentale est consacrée à la détermination des indices de qualité de l'huile brute (teneur en eau des olives, acidité, indice de peroxyde, les coefficients d'extinctions spécifiques K_{232} , K_{270}), le dosage des composés phénoliques des feuilles de lentisque et la détermination de la qualité d'huile d'olive après enrichissement avec la poudre des feuilles de *Pistacia Lentiscus*.

Une partie sera consacrée à l'explication des résultats qui sont discutés avec ceux édités dans la littérature.

Notre travail sera finalisé par une conclusion qui mettra en avant l'essentiel de nos résultats avec des perspectives.

Chapitre I : De l'olive à l'huile d'olive

1 Généralités sur l'Olivier

1.1 Introduction

L'olivier a été cité dans des livres à plusieurs reprises. Dans le coran, l'olive a été mentionné six fois dans différents endroits parmi lesquels un verset coranique cité au début de la sourate « **Al-tine** » (**Labdaoui D., 2017**).

1.2 Historique de l'olivier

La culture des oliviers, ainsi que la production et l'utilisation d'huile d'olive ont été des pratiques bien connues et établies dans la région méditerranéenne il y a plus de 7000 ans (**Tsagaraki E. et al., 2007**).

C'est notamment le cas dans la mythologie grecque où Athéna devint protectrice d'Athènes aux dépens de Poséidon après avoir offert à la ville d'Athènes « un olivier ». Le bois d'olivier servira ensuite pour les gravures de divinités grecques et sera le bois utilisé pour la fabrication de la massue d'Hercule. De tout temps l'olivier a été associé à des vertus telles que la sagesse, la paix, la victoire, la richesse et la fidélité (**Besnard G. et al., 2005**).

Selon la légende, c'est Isis, femme d'Osiris, qui aurait enseigné aux égyptiens la technique d'extraction de l'huile. En Algérie, l'oliveraie n'a pas retrouvé son deuxième souffle d'adaptation aux nouvelles techniques de production, à l'instar de ses deux pays voisins (Tunisie et Maroc) qui ne cessent de renouveler les techniques de plantation sur des nouvelles bases de l'oléiculture ou la rentabilité est prise en considération (**Slam-Gaour M.,2004**).

1.3 Répartition géographique des oliviers

1.3.1 Répartition dans le monde

Le nombre mondial d'oliviers est évaluée à 784 millions, dont 754 Millions dans le bassin méditerranéen. L'Europe représente 66% du verger oléicole mondial, l'Asie méditerranéenne (17%), et LE MAGHREB (14%) ; On trouve des oliveraies en Chine, Australie, Etats-Unis, Afrique du sud..., et surtout en Argentine. (**Figure 1**) (**Sidhoum M., 2011**).



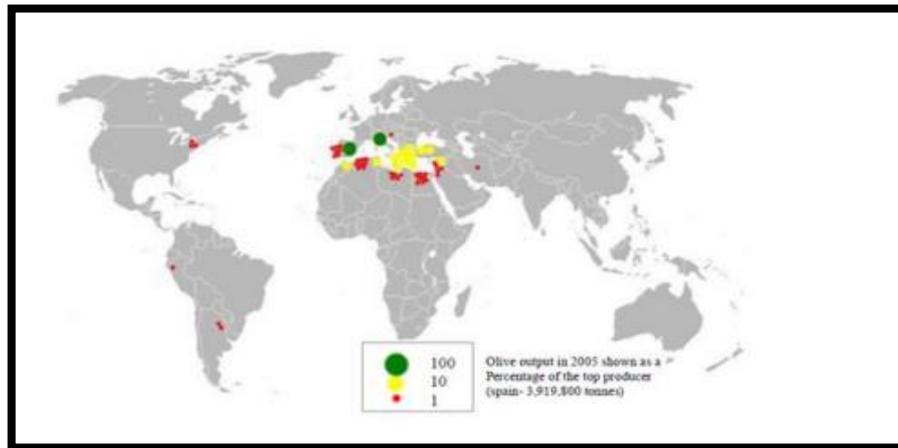


Figure 1: Répartition géographique de l'oléiculture (Bisset S., 2018).

1.3.2 Répartition en Algérie

L'oléiculture est concentrée au niveau de sept principales wilayas (Bejaïa, Tizi-Ouzou, Bouira, Guelma, Jijel, Sétif et Mascara) dont la région centre représente un taux de plus de 75% de la superficie oléicole globale de ces sept wilayas (ANDO, 2018). À noter que la production d'huile d'olive en Algérie est estimée de 80 000 tonnes durant la campagne 2017-2018.

1.4 Description de l'olive

L'olive est une drupe de forme ovale constituée d'un péricarpe (épicarpe et mésocarpe) et d'un endocarpe (noyau) (Ghanbari R. *et al.*, 2012). La paroi du fruit est constituée de l'épicarpe (peau) solidement attaché à la pulpe (Figure 2). A la maturation, l'épicarpe passe de la couleur vert tendre (olive verte), à la couleur violette ou rouge (olive tournante) puis à la coloration noirâtre (olive noire) (Fedeli E., 1997, Bianchi G., 2003).

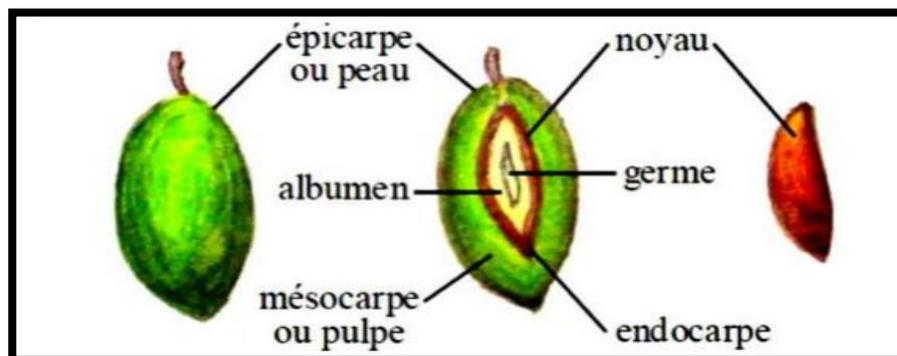


Figure 2 : Différentes parties de l'olive (Amourettim C. *et al.*, 2000).

1.5 Composition chimique

Le fruit d'olive est composé principalement d'eau, d'huile, de protéines, de minéraux (cendres), des composés hydrosolubles (sucres, phénols) et constitué en outre d'une fraction colloïdale insoluble (hémicellulose, celluloses) (**Tableau1**) (**Benlemlih M. et al.,2016**).

Tableau 1: Composition chimique de l'olive (%) (**Benlemlih M. et al., 2016**).

Compositions	Exprimé (%)
Eau	50 (%)
Huiles	22 (%)
Polyphénols	1,5 (%)
Protéines	1,5 (%)
Sucres	18 (%)
Cellulose	5,5 (%)

2 Huile d'olive

2.1 Définition

L'huile d'olive est considérée comme un jus de fruit obtenu à partir des olives, fruits de l'olivier, uniquement par des procédés mécaniques, dans des conditions thermiques notamment qui n'entraînent pas l'altération de l'huile et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration (**Boukroune H., 2018**).

2.2 Composition biochimique de l'huile

L'huile d'olive se compose généralement de 98 % d'une fraction saponifiable et 2 % de substances diverses qui constitue sa fraction insaponifiable et qui lui donnent sa couleur, sa saveur et son aptitude à la conservation (**Agroliva, 2015**).

2.2.1 Fraction saponifiable

La fraction saponifiable est constituée d'acides gras et de leurs dérivés. Elle représente environ 99% de l'huile et lui confère la plupart de ses caractéristiques physiques, chimiques et métaboliques (**Ryan D. et al., 1998**).



2.2.1.1 Acides gras

Les acides gras sont des acides carboxyliques et contiennent une longue chaîne aliphatique non ramifiée. Les acides gras sont classés, en fonction de leurs propriétés structurales et chimiques en (AGS), (AGMI) et (AGPI), selon l'absence ou la présence d'une ou plusieurs doubles liaisons dans leurs chaînes carbonées (**Tableau 2**) (**Lopez S. et al., 2014**).

Tableau 2: Composition en acides gras de l'huile d'olive (**Amanda L. et al., 2010**).

Acide gras	Formule	Pourcentage %
Acide oléique	C18:1 Δ 9	55-83
Acide linoléique	C 18:2 Δ 6	35-21
Acide palmitique	C 16 :0	7,5-20
Acide stéarique	C 18 :0	0,5-5
Acide palmitoléique	C 16:1 Δ 7	0,3-3,5
Acide linoléique	C 18:3 Δ 3	\leq 0,9
Acide arachidique	C 20 :0	\leq 0,6
Acide gadoléique	C 20:1 Δ 9	\leq 0,4
Acide margarique	C 17 :0	\leq 0,3
Acide béhénique	C 22 :0	\leq 0,2
Acide lignocérique	C 24 :0	\leq 0,2
Acide mystérique	C 14 :0	\leq 0,05

2.2.1.2 Triglycérides

Les triglycérides de l'huile d'olive sont caractérisés par leur composition en acides gras et leur structure glycéridique (**Leger C., 2003**), dont la majorité (environ 25 à 51,7%) se présente sous forme de trioléine (**Abaza L. et al., 2002**).

2.2.2 Fraction insaponifiable

Cette fraction représente environ 2 % de la composition totale de l'huile d'olive et comptent plus de 230 composés différents (**Laribi R., 2015**).

2.2.2.1 Hydrocarbures

Ce sont les principaux composants de la fraction insaponifiable. Le composant majeur est le squalène qui constitue 30 à 50 % de cette fraction. C'est un hydrocarbure polyénique dont la teneur est plus élevée que dans n'importe quelle autre huile végétale ou animale. Le squalène est un précurseur métabolique du cholestérol et autres stérols (**Samaniego-Sanchez C. et al., 2010**).



2.2.2.2 Tocophérols

Les tocophérols sont reconnus par leur double action bénéfique. En effet ils ont tout d'abord l'atout d'être une vitamine (vitamine E), et ils ont également une forte activité anti oxygène (**Burton G. et al., 1986**). Les tocophérols communs de l'huile d'olive sont : α , β , γ et δ tocophérols (**Beltrán G. et al., 2005**).

2.2.2.3 Stérols

L'huile d'olive est la seule huile qui contient un taux particulièrement élevé de β -sitostérol, substance qui s'oppose à l'absorption intestinale du cholestérol (**Osland R., 2002**). Les stérols sont des composés importants pour la stabilité de l'huile puisqu'ils agissent comme inhibiteurs des réactions de polymérisation à température élevée et fournissent un important paramètre pour la détection d'adultération des huiles (**Velasco J., 2002. García-González D. et al., 2007**).

2.2.2.4 Pigments colorants

La coloration de l'huile d'olive vierge est due essentiellement à la présence de pigments colorants appartenant à la famille des caroténoïdes et chlorophylle (**Benrachou N., 2013**).

a) Chlorophylles

Les chlorophylles représentent un groupe de tétrapyroles à magnésium, leurs teneurs varient de 0 à 20 ppm et elles sont responsables de la nuance verdâtre de l'huile d'olive (**Gandul-Rojas B. et al., 1996a**).

Ce pigment dont la teneur peut varier en fonction de nombreux facteurs, exerce biologiquement une action d'excitation du métabolisme, de stimulation de la croissance cellulaire, l'hématopoïèse (de la formation des cellules du sang) et d'accélération des processus de cicatrisation (**Nieves Criado M. et al., 2008**).

b) Pigments caroténoïdes

Les pigments caroténoïdes surtout présents dans l'huile d'olive est le β -carotène. (**Nieves Criado M. et al., 2008**), ce sont des inhibiteurs très efficaces de la photo-oxydation induite par les pigments chlorophylliens (**Aparicio-Ruiz R. et al., 2012**) et sont utilisés par ailleurs comme étant des marqueurs pour la différenciation variétale et de l'origine géographique des cultivars (**Giuffrida D. et al., 2007**).



2.2.2.5 Composés phénoliques

Ils sont de puissants antioxydants naturels. Ils sont en effet des pièges à radicaux libres, et bloquent par conséquent les réactions de propagation en chaîne de l'oxydation, les polyphénols peuvent inhiber l'oxydation des lipides de façon indirecte en désactivant l'oxygène singulet, oxydant très puissant des acides gras insaturés, ou en chélatant les métaux de transition (Fe^{+3} , Cu^{2+}) qui accélèrent fortement l'autooxydation des lipides. Certains, enfin, sont des inhibiteurs des enzymes d'oxydation, en particulier la lipoxigénase ou la cyclo-oxygénase (Pokorny J., 2003).

2.3 Classification des huiles d'olive

Les huiles d'olive peuvent être classées selon diverses catégories établies selon les caractéristiques des huiles (Figure 3).

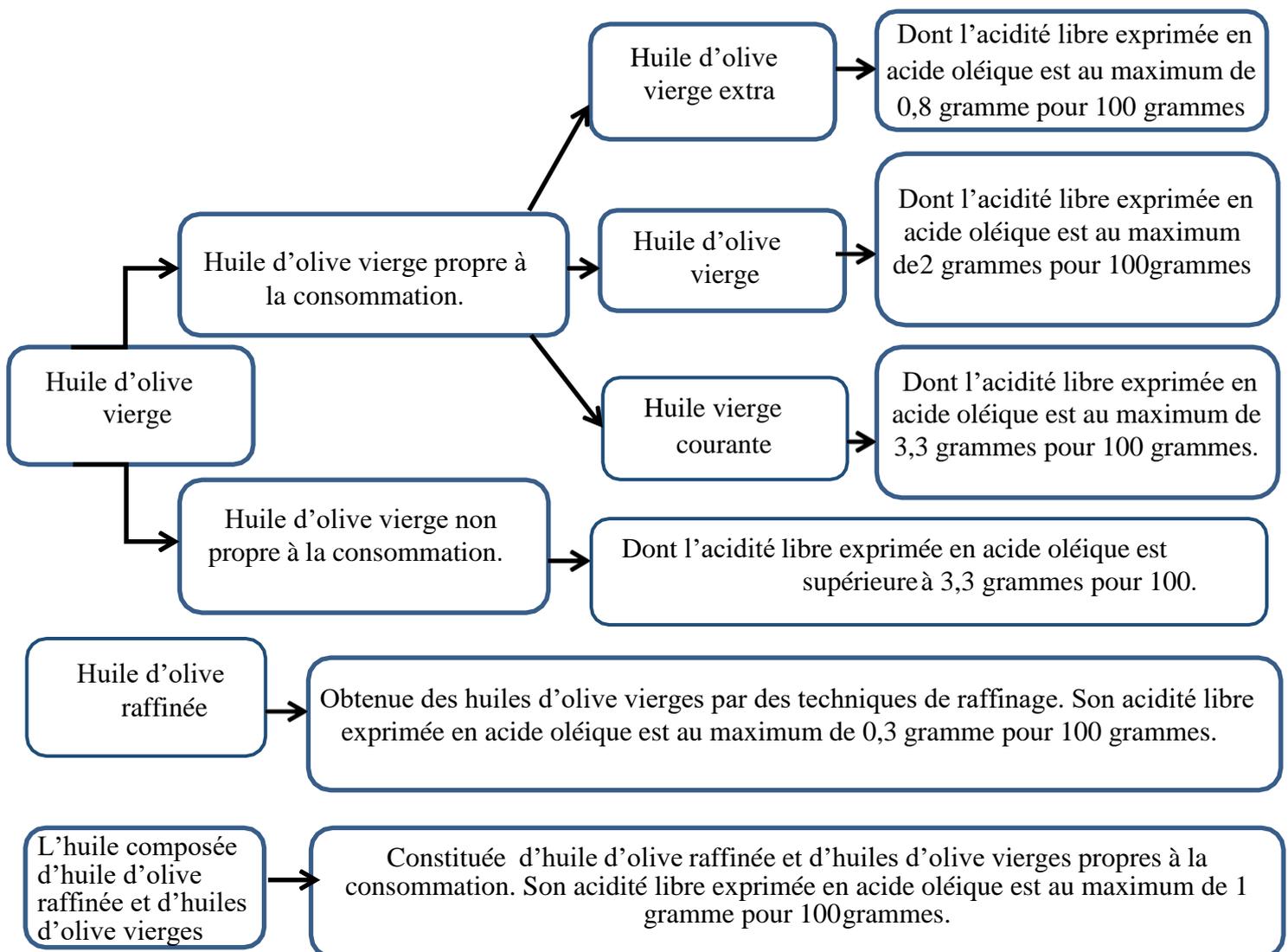


Figure 3 : Schéma récapitulatif de la classification des huiles d'olive (COI, 2019).

3 Procédés d'extraction de l'huile d'olive

3.1 Opérations préliminaires

3.1.1 Transport des olives

Le moyen le plus approprié pour le transport des olives est dans des caisses en plastique permettant la circulation de l'air et évitant des réchauffements préjudiciables causés par l'activité catabolique des fruits. Ces caisses limitent la couche d'olives et réduisent donc le danger d'écrasement. Par contre, le transport des olives dans des sacs en jute est peu rationnel, car cette modalité provoque des lésions aux drupes, surtout si elles sont très mûres (**Ouaouich A., 2007**).

3.1.2 Réception des olives

L'huilerie pouvant traiter la récolte d'un même verger, ou de provenance diverses, l'hétérogénéité des fruits et des conditions dans lesquelles ils y parviennent, donnent des résultats différents (**Loussert R. et al., 1978**).

Les livraisons sont ou devraient être appréciées en tenant compte :

- i. Du taux des impuretés (brindilles, feuilles, pierres, terre, etc.),
- ii. De l'état des olives (état sanitaire, état de maturité et intégrité des olives) et
- iii. De la teneur et de la qualité de l'huile (acidité, degré d'oxydation, etc.). Les olives doivent être pesées et traitées individuellement (**ONUUDI, 2007**).

3.1.3 Stockage des olives

Au cours du stockage, les olives subissent des altérations plus ou moins importantes, selon la durée et les conditions de stockage. Cette durée doit être la plus courte possible, 72 heures au maximum, car un stockage prolongé représente une cause principale de détérioration de la qualité de l'huile, le chôme, le moisi humide et le rance (**Chimi H. et al., 2007**). Ces altérations sont dues à l'activité enzymatique propre à la matière elle-même, (lipolyse), mais également au développement microbien durant la période de stockage (**Ouaouich A., 2007**).



3.2 Trituration des olives

3.2.1 Lavage

Après le défeuillage, les olives sont lavées avec de l'eau froide. Cette opération est fondamentale pour éviter l'interférence des terres (résidus) avec la couleur et les autres propriétés organoleptiques de l'huile (goût terreux) (Iddir A., 2020).

3.2.2 Broyage

Le broyage a pour but de dilacérer les cellules de la pulpe et de faire sortir les gouttelettes d'huile des vacuoles qui vont se séparer (Di Giovacchino L. *et al.*, 1994).

3.2.3 Malaxage

Le malaxage est une opération fondamentale pour augmenter le rendement à l'extraction. Son but est de briser les émulsions huile/eau et ainsi favoriser l'agglomération des gouttelettes d'huile pour former de plus grosses .

3.2.4 Décantation

La pâte se sépare en fonction de sa densité. L'huile, plus légère que la phase aqueuse (les margines) et les matières solides (grignons), se recueille séparément à des autres éléments. La phase supérieure constituée d'huile est récupérée dans un flacon (Ghellouj M., 2019).

3.2.5 Extraction de l'huile

3.2.5.1 Système d'extraction par presse (discontinu)

Ce système d'extraction utilise des presses métalliques à vis ou hydrauliques. La séparation de l'huile des margines se fait par décantation ou par centrifugation (Alba M., 1999, Benyahia N. *et al.*, 2003) (Figure 4). Selon Chimi H. (2006), l'huile extraite par le système par presse présente un degré d'oxydation et une acidité élevée.

3.2.5.2 Système d'extraction par centrifugation (continue)

a. Processus d'extraction par centrifugation à deux phases

Avec ce type de séparateur, une centrifugation suffit pour séparer l'huile du grignon humidifié par les eaux de végétation sans fluidification de la masse d'olive (Koutsaftakis A. *et al.*, 1995, De Stefano G. *et al.*, 1999) (Figure 4).

b. Processus d'extraction par centrifugation à trois phases

Ce système nécessite deux centrifugations : la première vise à séparer les phases solides (grignons) et liquides (huile et margine) et la seconde à séparer les phases liquide-liquide (l'huile des margines). Avec ce système il est nécessaire de fluidifier la masse d'olive par ajout d'une quantité d'eau qui varie selon sa texture (Alba M., 1999 ; Chimi H., 2006, Del Caro A. *et al.*, 2006) (Figure 4).

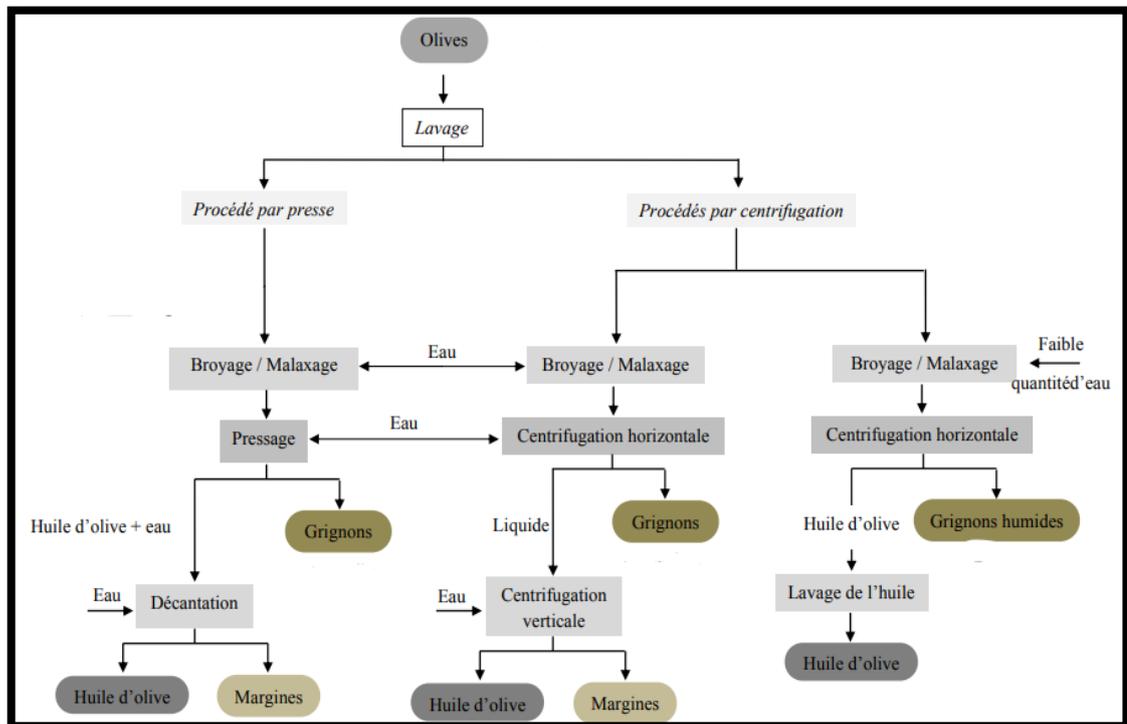


Figure 4 : Principaux processus d'extraction de l'huile d'olive (Aggoun-Arhab M., 2016)

4 Conservation de l'huile d'olive conditionnement, emballage et stockage

Pendant leur conservation, les huiles subissent une altération continue et irréversible. Cette détérioration est due essentiellement aux phénomènes d'oxydation et l'hydrolyse qui altère la qualité de l'huile (Elias L., 2017).

Il est important de choisir un lieu sombre, à bonne température (entre 8°C et 18°C), sans odeur, aéré et sain afin que l'huile d'olive ne capte pas les odeurs. Son environnement de stockage peut influencer sur sa qualité (Afidol, 2013).

Dans de bonnes conditions de stockage, l'huile se conserve jusqu'à deux ans car elle contient des antioxydants (Martine A., 2011).

Les huiles d'olive destinées au commerce international doivent faire l'objet de conditionnement dans des récipients conformes aux principes généraux d'hygiène alimentaire recommandés par la Commission du Codex Alimentaires. Ces récipients peuvent être :

- Des citernes, containers, cuves, permettant le transport en vrac des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive
- Des fûts métalliques, en bon état, étanches, dont les parois intérieures devraient être recouvertes d'un vernis adéquat
- Des bidons et des boîtes métalliques lithographiés, neufs, étanches, dont les parois intérieures devraient être recouvertes d'un vernis adéquat
- Des bonbonnes, des bouteilles de verre ou de matériau macromoléculaire adéquat (COI, 2015).

5 Facteurs influençant sur la qualité de l'huile

La qualité d'huile d'olive est influencée par plusieurs facteurs climatiques, géographiques, pédologiques et génétiques ainsi par le mode d'extraction, les pratiques culturales et par la suite des différentes étapes qui s'étendent de leur conditionnement à la conservation de l'huile (CA Vusoglu. *et al.*, 1994).

Le Tableau 3 récapitule les facteurs influençant la qualité finale de l'huile (MADRPM, 2006).



Tableau 3: Facteurs influençant la qualité finale de l'huile (MADRPM, 2006).

Facteurs	Leur influence sur la qualité finale de l'huile
Zone de culture	
Température	A basse température ($T^{\circ}=0^{\circ}\text{C}$) → Dommage des fruits → Qualité inférieure de l'huile d'olive.
Attitude basse	Forte teneur de l'olive en polyphénols → Huile de bonne qualité par rapport à celle extraite d'olive cultivée à haute attitude.
Sol pierreux	Huile riche en polyphénols en la comparant avec celle produite à partir d'olive cultivée dans un sol argileux.
Forte irrigation	Huile ayant une faible teneur phénolique.
Variété d'olive	Influence sur la composition chimique de l'huile, son rendement et son arôme.
Degré de maturité de l'olive	Influence sur les caractères sensoriels, la stabilité oxydative et la valeur nutritionnelle.
Olive verte	Produit une huile riche en polyphénols → Effet antioxydant → Faible acidité ($\leq 0.8\text{g}/100\text{ml}$) → huile de bonne qualité. Attributs gustatifs positifs : amer, piquant, fruité.
Olive noire (mûre)	Huile moins riche en polyphénols. Amertume et ardeur moins prononcées → élévation de l'acidité ($> 0.8\text{g} : 100\text{ml}$).
Cueillette non conforme	Blessure des olives → Fermentation des olives → Gout moisi, rance → Huile oxydée, de qualité inférieure.
Transport des fruits entassés dans des sacs en jute	
Stockage en tas et trituration tardive	
Mauvais effeuillage	Huile trop verdâtre, avec excès d'amertume et moindre aptitude de l'huile à la conservation.
Mauvais lavage	Influence sur la couleur de l'huile, son odeur et son goût (terre). Conservation réduite de l'huile (trace métalliques → Catalyseur de l'oxydation de l'huile) → Huile de qualité inférieure.

Système d'extraction	
a) Système discontinu d'extraction à presse	Faible rendement de l'huile (perte de l'huile dans les sous-produits : margines et grignons)
Scourtins mal lavés	Défaut organoleptique dénommé « scourtin »
Opération de broyage et pressage en plein air	Oxydation de l'huile → dégradation des acides gras → rancissement de l'huile.
Contact prolongé de l'huile avec les margines dans les cuves de décantation	Développement de l'acidité. Défauts organoleptiques : « lies », « putride », « margine ».
b) Système continu d'extraction avec centrifugation à trois phases	
Apports élevés en eau chaude	Huile appauvrie en composés aromatiques et phénoliques → huile prédisposée à l'oxydation.
c) Système d'extraction à deux phases	
Capacité de traitement élevé et durée de chaumage des olives réduite	Diminution de l'acidité des huiles produites. Rendement en huile légèrement plus élevé par rapport au système à trois phases. Huile plus riche en poly phénols par rapport à celle obtenue par trois phases → stabilité oxydative. Caractéristiques organoleptiques conforme avec la réglementation en vigueur → Huile de qualité supérieure.
Non-respect des BPF et BPH	Défauts organoleptiques et oxydation de l'huile → huile de qualité inférieure.
Stockage dans des cuves autres que l'inox	
Exposition à la chaleur et l'air	
Conditionnement dans un emballage autre que le verre opaque	

6 Propriétés biologiques de l'huile d'olive

Un proverbe dit : « l'huile d'olive fait fuir tous les maux. »

Différentes études épidémiologiques ont également permis de démontrer que l'huile d'olive a un effet protecteur contre certains types de tumeurs malignes (sein, prostate, endomètre, tractus digestif, etc.) (**Trichopoulou A. *et al.*, 2000, Littman A.J. *et al.*, 2001**). En fait, les principaux effets digestifs de l'huile d'olive portent sur le fonctionnement biliaire : stimulation de la sécrétion hépatique de la bile par le foie (cholérétique) et des propriétés cholagogue (stimule la vésicule biliaire à se contracter et à déverser dans le duodénum la bile indispensable à la digestion des lipides (**Jacotot B., 1997, Charbonier A., 1985**).

L'absorption de l'huile d'olive abaisse considérablement l'acidité gastrique, c'est également un laxatif doux, et présente donc des effets bénéfiques sur les gastrites hyperchlorhydriques et les ulcères gastroduodénaux (**Charbonier A. *et al.*, 1996**).

Il a été démontré que la consommation d'huile d'olive permettait de renforcer le système immunitaire face aux agressions externes causées par des micro-organismes comme les bactéries ou les virus. Les régimes alimentaires riches en huile d'olive peuvent prévenir la perte de mémoire chez les personnes âgées saines (la maladie d'Alzheimer) (**Montpellier C., 2019**).

Selon **Berra G. *et al.*, (1980)**, l'huile d'olive joue aussi un grand rôle dans la prévention et le ralentissement de l'apparition du diabète sucré. La consommation d'huile d'olive prévient la résistance à l'insuline et ses éventuelles conséquences négatives. En outre, l'huile d'olive permet un meilleur contrôle du glucose dans le sang et diminue la pression artérielle. L'huile d'olive améliore de manière significative l'utilisation du glucose par les cellules et réduit les niveaux de triglycérides dans le sang.

Les lipogels à base d'huile d'olive contenant la vitamine E permettraient une meilleure libération de principe actif que les hydrogels à la vitamine E (**Gallardo V., 2005**).

7 Enrichissement de l'huile d'olive

Plusieurs études ont été faites dans le but de l'amélioration de la qualité de l'huile d'olive, elles sont basées sur l'optimisation du processus d'extraction de l'huile d'olive ou sur l'enrichissement post-production (**DAIRI, 2014**).

7.1 Enrichissement endogène

L'huile d'olive vierge est exclusivement extraite de l'olive aux moyens de techniques mécaniques comprenant des étapes de broyage et de malaxage et d'extraction. Chacune de ces opérations technologiques outre les caractéristiques des olives, affecte la qualité du produit (**Clodoveo M., 2012**). En effet, plusieurs études sont portées sur le développement de nouvelles technologies et stratégies pour améliorer la qualité nutritionnelle et organoleptique :

7.1.1 Irrigation avec de l'eau saline

Selon les travaux de **Benbadis G. et al. (2010)**, le traitement d'irrigation des oliviers «*Chemlali*» avec de l'eau saline modérée a affecté positivement le rendement en huile d'olive par arbre, avec une augmentation positive des bénéfices économiques. Il semble que l'irrigation a influencé les teneurs en polyphénols et en chlorophylle. Les plantes irriguées par l'eau saline modérée donnent un meilleur rendement en huile par arbre.

7.1.2 Biofertilisation avec le sélénium (Se)

Sachant que le stress abiotique joue un rôle important dans la teneur en composés phénoliques ; **Reboredo-Rodríguez P. et al. (2017)** se sont intéressés à évaluer l'effet de la fertilisation en Se avant la floraison sur le profil phénolique de l'huile d'olive, et les résultats ont montré que cette fertilisation enrichie l'huile étudiée à la fois en sélénium (jusqu'à 120 µg/kg) et en phénols (jusqu'à 401 mg/kg).

7.1.3 Extraction assistée par ultrasons

L'extraction assistée par ultrasons est une technique innovante appliquée au processus d'extraction de l'huile d'olive vierge, qui est généralement utilisée pour augmenter l'efficacité des plantes et améliorer la qualité des produits (**Taticchi A. et al., 2019**). Le phénomène de cavitation induit par les ultrasons améliore le rendement en huile car il brise la paroi cellulaire primaire des graines et facilite la libération de l'huile (**Mushtaq A. et al., 2020**).

7.1.4 Combinaison des technologies innovantes pendant le processus d'extraction d'huile d'olive

Leone A. et al. (2018) ont examiné les effets du conditionnement de la pâte d'olive à l'aide de micro-ondes, du méga son et de sa combinaison à l'échelle industrielle sur la qualité de l'huile d'olive extra vierge. Les résultats montrent que cette combinaison a augmenté de manière significative le contenu phénolique total et diminué les aldéhydes totaux C₅ et C₆ dans la pâte traitée avec les micro-ondes.

7.1.5 Ajout des extraits de feuilles d'olivier, des eaux usées du moulin à huile pendant la malaxation

Une étude de **Kiritsakis A. et al. (2017)** L'utilisation de l'extrait aqueux de feuille d'olivier ou des eaux usées du moulin à huile a permis d'obtenir des huiles avec un contenu phénolique significatif plus élevé que celui malaxé avec de l'eau. L'activité antioxydante a suivi la même tendance.

7.2 Enrichissement exogène

- **Extraction liquide-liquide** : Dans laquelle l'huile est mise en contact avec un extrait alcoolique des composés phénoliques, ces derniers sont transférés dans la phase huileuse en fonction de leur facteur de distribution, la phase alcoolique est enlevée par centrifugation (**Sanchez V. et al., 2011, Achat S. et al., 2012**).
- **Extraction solide liquide** : Dans laquelle l'extrait phénolique sec est purifié, la pâte obtenue est partiellement dissoute dans l'huile en fonction de la solubilité des composés de la pâte dans la phase huileuse (**Sanchez V. et al., 2011, Achat S. et al., 2012**).
- **Combinaison des deux procédés** : dans laquelle l'extrait alcoolique et l'huile sont mises en contact et les deux phases sont mises dans un rotavapeur pour enlever l'éthanol. Ces dernières peuvent être améliorées par l'utilisation des méthodes technologiques comme ultrasons pour faciliter la procédure et une meilleure dissolution de l'extrait de plante (**Sanchez V. et al., 2011, Achat S. et al., 2012**).

Chapitre II : Généralités sur *Pistacia Lentiscus*

1 Répartition géographique

Pistacia Lentiscus L est un arbrisseau que l'on trouve couramment en sites arides, Asie et région méditerranéenne de l'Europe et d'Afrique, jusqu'aux Canaries (Bellakhdar J., 2003). Selon Belfadel F. (2009), l'aire de répartition de genre de *Pistacia* est illustrée dans la (Figure 5).

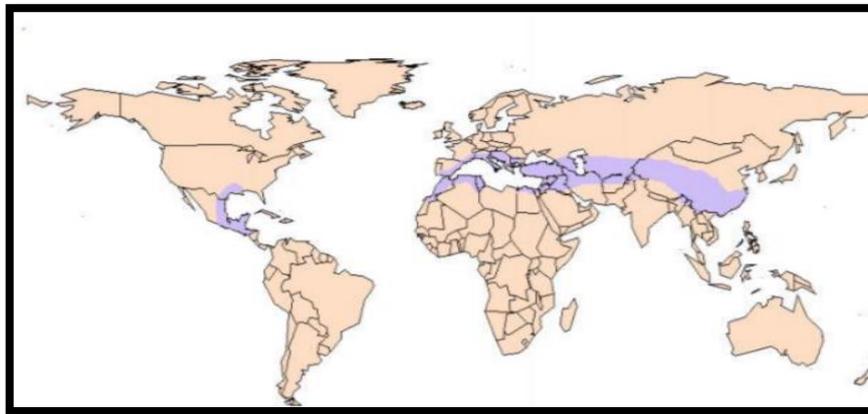


Figure 5: Aire de répartition du genre *pistacia* (Belfadel F., 2009).

Pistacia lentiscus est un arbrisseau dioïque thermophile d'origine méditerranéenne, qui pousse à l'état sauvage dans tout type de sols, subhumide et semi-aride en préférant les terrains siliceux pauvres en potassium et en phosphore (Djerrou Z., 2011).

Il se trouve dans les garrigues, maquis, versants rocaillieux secs, clairières, bois clairs et sur tous types de sol de l'étage thermo-méditerranéen algérien (Polese J., 2010 ; Ait-Saïd S., 2011).

Le pistachier se disperse sur tout le tell Algérien et Tunisien, et existe avec densité dans les zones forestières et champêtres fraîches. Le lentisque préfère une ambiance climatique subhumide, semi-aride et chaude.

2 Composition chimique

La composition chimique des feuilles de *Pistacia lentiscus* est caractérisée par la présence des polyphénols (**Romani P. et al., 2002**), glycosides, flavonols comme la quercétine, myricétine, lutéoline ainsi que l'isoflavone genisteine (**Romani P. et al., 2002, Vaya J. et al., 2006**). Elle contient 6 à 7% du gallotannins de faible poids moléculaire, à savoir l'acide gallique et les dérivés d'acide quinique 5-O-, 3,5-O-di- et 3, 4,5-O-trigalloyl (**Romani P. et al., 2002**).

3 Propriétés biologiques et pharmacologiques des feuilles de *Pistacia lentiscus*

Les activités biologiques et pharmacologiques des feuilles de *Pistacia lentiscus* ont été décrites à travers plusieurs études scientifiques. Ces activités sont aussi en dépendance de la teneur de la substance ou de l'ensemble des substances biologiquement actives. En effet, les feuilles sont pourvues d'action anti-diabétique, hépato protective (**Mehenni C. et al., 2016, Janakat et al., 2002**), anti-inflammatoire, antibactérienne, antifongique, antipyrétique, astringente, expectorante et stimulante (**Villar A. et al., 1987 ; Magiatis P. et al., 1999 ; Kordali S. et al., 2003**).

3.1 Activité antioxydante

(**Atmani D. et al., 2009, Bampouli A. et al., 2015, Goli A. et al., 2005, Gardeli C. et al., 2008**) ont montré que les feuilles de *Pistacia lentiscus* aient un taux élevé en composés phénoliques qui possèdent une très bonne activité antioxydante (anti-radicalaire) contre le DPPH, une élimination du H₂O₂ qui est une source de radicaux libres délétères tels qu'OH et O₂.

3.2 Activité antivirale

Les virus sont généralement fortement sensibles aux molécules aromatiques des extraits telles que les monoterpénols. De nombreuses pathologies virales sévères traitées avec des extraits ont montré des améliorations importantes (**Schuhmacher et al., 2003**).

3.3 Activité antimutagène

L'huile essentielle et les différents extraits des feuilles de *Pistacia lentiscus* présentent un effet inhibiteur sur la mutagénicité, en induisant une activité inhibitrice contre les mutagènes dans des essais *in vitro* (**Bozorgi M., 2013**).

3.4 Activité antifongique

Dans leurs travaux **Kordali S. et al. (2003)** ont démontré la sensibilité de quelques souches fongiques à l'extrait de feuilles de *Pistacia Lentiscus*. Ce dernier est riche en métabolites secondaires qui sont responsables de l'inhibition de la croissance de *Phythiumultimum* et *Rhizoctaniasolani*.

3.5 Activité anti-inflammatoire et anti- ulcéreuse

Les extraits de feuilles de *Pistacia Lentiscus* sont d'excellentes sources de composés bioactifs, comme les flavonoïdes, les tanins et les terpénoïdes (**Romani P. et al., 2002**), qui aient la muqueuse gastrique et aussi sont des composés importants à activité anti-ulcéreuse, anti-inflammatoire, anti sécrétoires, gastro-protectrice, cyto-protectrices, et dans le traitement des ulcères intestinaux (**Dellai et al., 2013 ; Remila S. et al., 2015**).

Le développement de nouveaux agents antioxydants, anti-inflammatoires et anticancéreux peuvent être dues à la présence de composés identifiés qui font de *Pistacia Lentiscus* une source intéressante de ces activités. Le terpinèn-4-ol de l'huile permet d'inhiber les médiateurs de l'inflammation tels que l'IL-1 β , TNF- α et IL-17 (**Remila S. et al., 2015**).

CHAPITRE III : Oxydation des lipides et antioxydants

1 Oxydation des lipides

Est reconnue comme un problème important lors de la conservation ou lors des procédés de transformation des produits carnés (**Sabine J. et al., 2012**). Les dégradations oxydatives affectent les qualités nutritionnelles et sensorielles des aliments et peuvent avoir des répercussions sur la santé du consommateur (**Figure 6**) (**Berset C., 2006**).

1.1 Types d'oxydation

D'après **Rahmani N. (2007)**, les altérations conduisant au rancissement oxydatif sont :

1.1.1 Auto- oxydation

Catalysée par la température, les ions métalliques, les radicaux libres. L'auto oxydation semble donc être un mécanisme principal dans l'oxydation des lipides. Elle produit principalement des hydroperoxydes et des composés volatils, généralement par un processus triphasé (initiation, propagation et terminaison) (**Marc F., 2004**).

- **Initiation** : Cette étape est initiée par la chaleur, la lumière ou les ions métalliques et aboutit à la formation des espèces très réactives : ROO* et R*.
- **Propagation** : Les espèces réactives formées s'attaquent aux molécules lipidiques d'où la formation des hydroperoxydes et la destruction de ces derniers donnent naissance à des composés responsables des goûts et odeur de rance par rupture des liaisons O-O.
- **Terminaison** : Apparition de nouvelles espèces moléculaires non radicalaires (formation des polymères entre espèces réactives) (**Rolland Y., 2004**).

1.1.2 Photo – oxydation

Initiée par la lumière en présence de photo sensibilisateurs qui sont de deux types. Le type I, telle que la riboflavine agissant comme les radicaux libres initiateurs et molécules photosensibles. Le type II, telle que la chlorophylle et l'érythrocyne qui réagissent dans leur état excité avec l'oxygène triplet ($3O_2$) pour donner de l'oxygène singulet (O_2) (**Frankel E., 1998**).

1.1.3 Oxydation enzymatique

Catalysée par la lipoxigénase et la cyclooxygénase, en présence d'oxygène, ces dernières peuvent oxyder les restes d'acides gras insaturés (Fuhrer F. *et al.*, 2005).

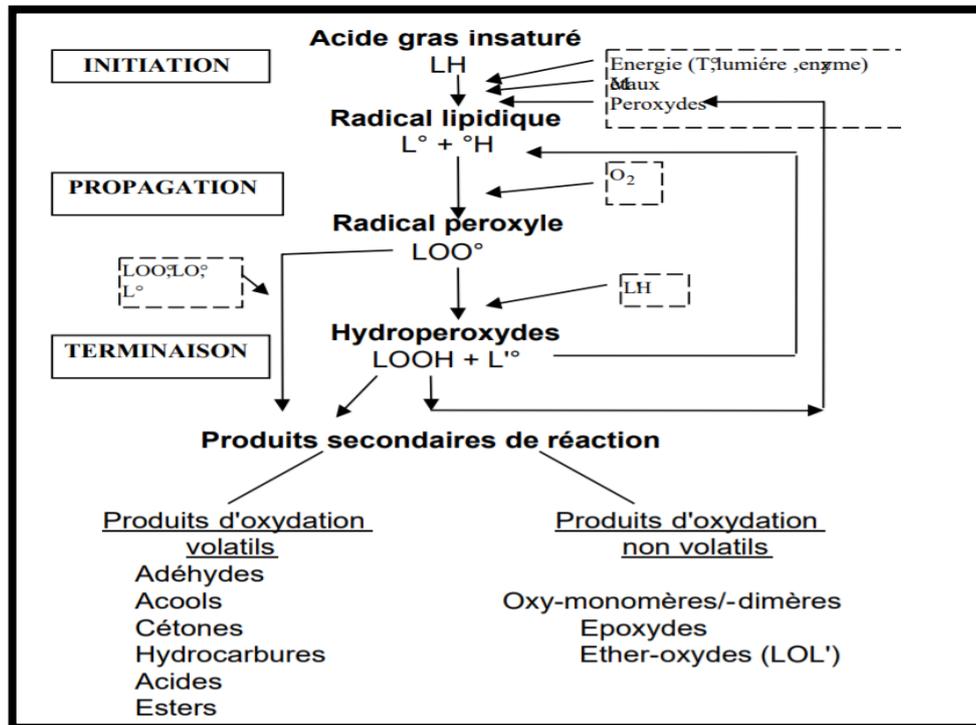


Figure 6: Schéma général de l'oxydation des lipides. (Eymard S., 2003).

2 Antioxydants

2.1 Définition

Un antioxydant par définition est toute substance capable de retarder ou de prévenir de manière significative l'oxydation du substrat par neutralisation ou réduction des dommages causés par les radicaux libres dans l'organisme et de maintenir un niveau non cytotoxique de ROS (Basharat S., 2015).

2.2 Classes d'antioxydants

2.2.1 Antioxydants primaires

Les antioxydants primaires (AH) agissent en principe avec les radicaux peroxydes ou alkoxydes stoppant ainsi la réaction de propagation de la peroxydation par moyen d'antioxydants dits sacrifiés (Cillard J. *et al.*, 2006) ou par des donneurs d'hydrogène (Rolland Y., 2004).

2.2.2 Antioxydants secondaires ou « préventifs »

Ils diminuent la vitesse de l'auto oxydation par différents mécanismes. Ils peuvent chélater les métaux et les désactiver, régénérer les antioxydants primaires, décomposer les radicaux peroxydes, désactiver l'oxygène singulet, absorber les radiations UV ou agir comme des « scavengers » de l'oxygène. (Helme J., 1990 ; Pokorny J., 2003).

2.2.3 Antioxydants naturels

La quasi-totalité des huiles, des graisses et produits alimentaires contient un certain nombre d'antioxydants naturels. Les pigments caroténoïdes et les tocophérols sont présents dans toutes les huiles. D'autres antioxydants de nature phénolique sont présents uniquement dans une minorité d'huiles (Schmidt S. *et al.*, 2005).

2.2.4 Antioxydants synthétiques

Les antioxydants synthétiques utilisés dans l'industrie alimentaire sont : le butylhydroxyanisole (BHA), le butylhydroxytoluène (BHT), le gallate propylée (PG) et le tétrabutylhydroquinone (TBHQ). Ces produits sont moins efficaces et moins chers que les antioxydants naturels (Guo L. *et al.*, 2006).

2.3 Mécanisme d'action des antioxydants

Les antioxydants peuvent, en fait, inhiber l'oxydation en bloquant l'initiation de l'oxydation réagissant avec les radicaux libres de l'oxygène (Figure 7). Ils génèrent ainsi des produits finis non radicalaires. D'autres en interrompant la réaction en chaîne de peroxydation, en réagissant rapidement avec un radical d'acide gras avant que celui-ci ne puisse réagir avec un autre acide gras. D'autres antioxydants absorbent l'énergie excédentaire de l'oxygène singulet pour la transformer en chaleur (Hellal Z., 2011).

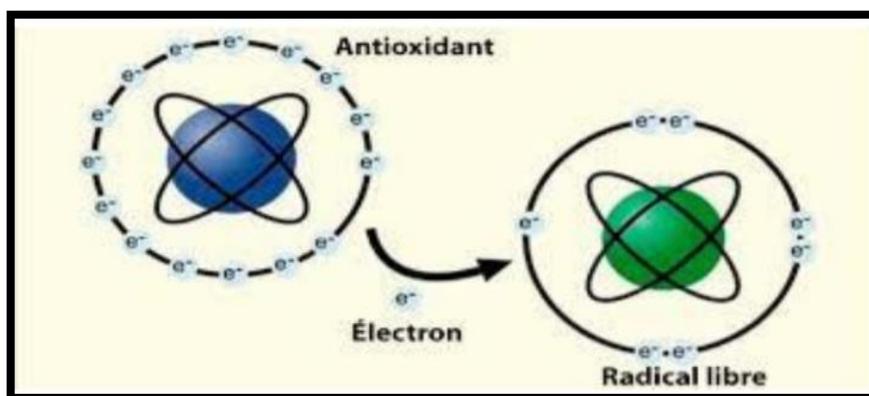


Figure 7: Neutralisation des radicaux libre par les antioxydants (Hellal Z., 2011)

Le présent travail a été réalisé au laboratoire de biochimie (RDC) du département de biologie, faculté des sciences de la nature et de la vie et au niveau du laboratoire d'obtention de substances thérapeutiques (LOST) à l'université Frères Mentouri (Constantine1).

1 Matériel végétal

1.1 Feuilles de *Pistacia Lentiscus*

Les feuilles de *Pistacia Lentiscus* ont été récoltées au mois de novembre et, Décembre 2020. De Filfila commune de la Daïra de Skikda de la wilaya de Skikda, et de la Daïra D'El Milia de la wilaya de Jijel.

Le séchage a été réalisé à l'air libre dans un endroit à l'abri de la lumière et l'humidité. Une fois la plante séchée, les feuilles sont broyées à l'aide d'un moulin à café ensuite tamisées afin d'obtenir une poudre fine. Enfin, cette dernière est conservée dans des bocaux en verre, fermés, étiquetés et stockés à l'abri de la lumière jusqu'à son utilisation.

1.2 Fruits d'*Olea europaea*

1.2.1 Présentation de la zone d'étude

Les olives ayant servi pour cette étude sont issues de deux variétés d'oliviers de l'Est-Algérien, à savoir *limli* de Jijel et *blanquette* de Guelma (**Figure 8**).

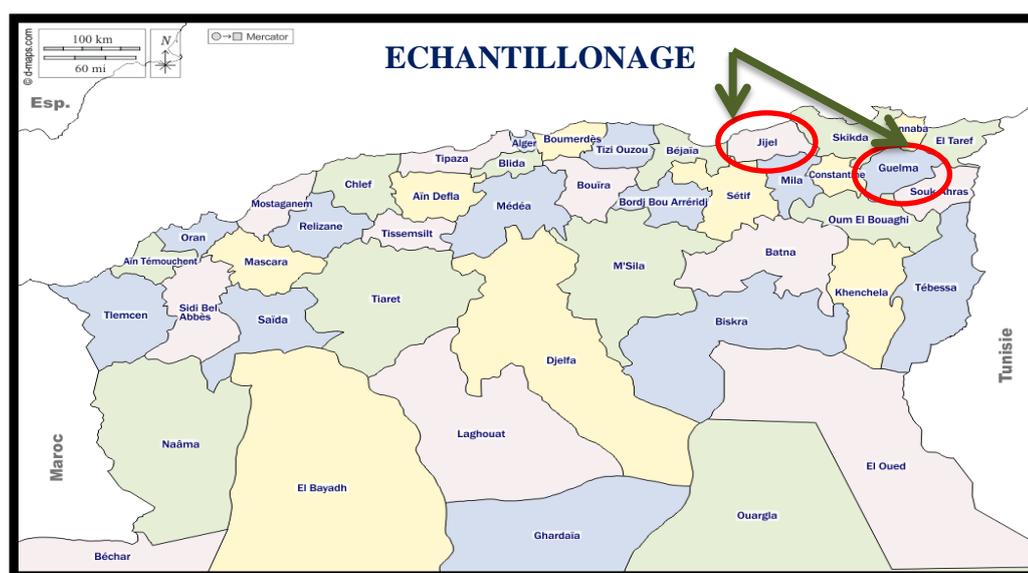


Figure 8: Origines géographiques des échantillons.

1.2.2 Description des cultivars

La variété *Limli* s'étend de l'oued Soummam, Sidi-Aich, Kseur, Akbou jusqu'à Jijel à une altitude de 300 à 400 mètres environ et représente près de 8 % du verger oléicole algérien. Les fruits sont petits de forme ovoïde et ont une teneur en huile de 15 à 16 %. C'est une variété peu tolérante au froid mais résistante à la sécheresse. Elle est caractérisée par une entrée en production précoce (**Benrachou N., 2013**).

La variété *Blanquette* représente environ 20 % du verger oléicole de l'Est-Algérien. Elle est localisée surtout dans la région de Guelma et s'étend de l'oued El Kebir à la Tunisie. Les types de *Blanquettes* se confondent par des caractères constants avec la variété *Chetoui* du nord de la Tunisie. Leur teneur en huile est réduite, leur taille varie fortement et leur pulpe se sépare difficilement du noyau. C'est une variété résistante au froid et moyennement tolérante à la sécheresse (**Benrachou N., 2013**).

2 Extraction de l'huile

Les échantillons d'olive de deux variétés ont été récoltés à la main durant la saison de récolte 2020/2021. Après la cueillette, les olives ont été nettoyées de toutes impuretés et ensuite transportées au laboratoire, elles ont subi l'extraction afin de récupérer l'huile, en suivant les étapes citées ci- après (**Figure 9**) :

- ✓ Ecrasement à l'aide d'un mortier traditionnel.
- ✓ Malaxage réalisé en deux temps successifs dans des bacs à inox :
 - 15 minutes sans eau.
 - 15 minutes après ajout de 50 ml d'eau tiède ($30 \pm 1^\circ\text{C}$) pour 920 g de la pâte d'olive.
- ✓ Centrifugation de la pâte à 4845 tours/min via une centrifugeuse verticale.
- ✓ Séparation de l'huile par décantation.

Après décantation, les huiles ont été recueillies dans des flacons en verre fumé remplis, étiquetés et mis au réfrigérateur (4°C) en attendant d'être analysées.



Figure 9: Etapes d'extraction d'huile au niveau du laboratoire LOST, 2021.

3 Extraction assistée par macération des polyphénols des feuilles de *Pistacia Lentiscus*

C'est une méthode conventionnelle, qui consiste à laisser séjourner la matière végétale dans le solvant (avec ou sans agitation) pour extraire les principes actifs, à température ambiante ou à température élevée pour une durée déterminée. Elle est basée sur la solubilité des composés bioactifs dans un solvant d'extraction et elle est influencée par une série de facteurs à savoir : la nature de la matière végétale, la concentration en solutés de l'échantillon, la nature du solvant, la durée d'extraction...etc. (Budic-letoc I. *et al.*, 2005 ; Spigno G. *et al.*, 2007).

3.1 Feuilles du pistachier

L'extraction a été réalisée selon le protocole décrit par Diallo D. *et al.* (2004). 50g de la poudre des feuilles ont été mises à macérer dans 250 ml du solvant (méthanol) sous agitation magnétique pendant 24 h à l'abri de la lumière pour extraire les principes actifs, ensuite filtré sous vide.

Le filtrat est récupéré alors que le précipité subi une deuxième et une troisième macération dans les mêmes conditions pour extraire le maximum des principes actifs (polyphénols) (**Figure 10**).



Figure 10: Etape de macération des polyphénols au niveau du laboratoire LOST, 2021.

Les trois filtrats sont regroupés et évaporés à l'aide du rotavapor à une température de 40°C. L'extrait obtenu est récupéré sous forme d'une pâte dans une boîte de pétri en verre, qui sera placée sous la hotte à l'air libre et à l'abri de la lumière pour bien s'assurer que les résidus du solvant vont s'évaporer (**Figure 11**).

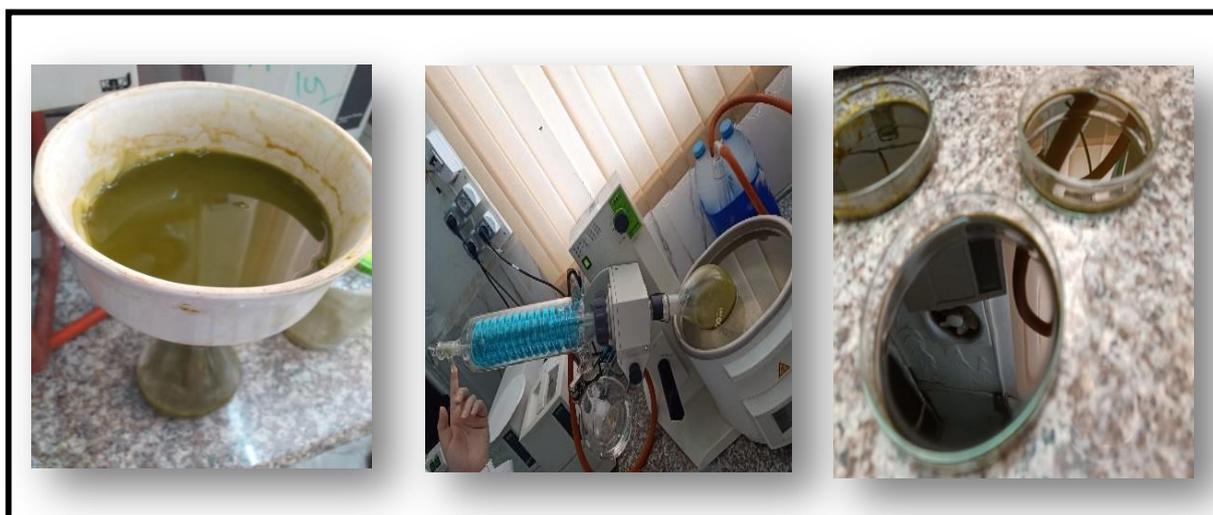


Figure 11: Evaporation à l'aide du rotavapor au niveau du laboratoire LOST ,2021.

4 Dosages des polyphénols totaux

4.1 Principe

Le réactif de Folin-Ciocalteu est de couleur jaune. Il est composé d'acide phosphotungstique (H₃PW₁₂O₄₀) et d'acide phosphomolybdique (H₃PMo₁₂O₄₀). Il est réduit, lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxyde bleu de tungstène et de molybdène (Li H.B. *et al.*, 2007).

4.2 Mode opératoire

Le dosage des polyphénols totaux est réalisé en suivant la méthode décrite par Muller L. *et al.* (2010), qui possède une absorption maximale aux environs de 750-765nm.

4.3 Procédure

- ✓ Prendre 400 µl de chaque échantillon.
- ✓ Ajouter 2000µl du réactif de Folin-Ciocalteu 0,2 N.
- ✓ Ajouter 1,5ml de la solution de Na₂CO₃ (20%).
- ✓ Incuber à l'obscurité pendant 2 heures à température ambiante, l'intensité de la coloration évolue lentement avec le temps. C'est pour cette raison qu'on laisse le mélange reposer, jusqu'à ce que l'oxydation de tous les composés phénoliques soit complétée.
- ✓ Lire à 765 nm.

4.4 Préparation de la gamme d'étalon d'acide gallique

On prend 0,5 mg de l'acide gallique et on le dissout dans 5 ml de méthanol pour obtenir la solution S1 (0,2mg/ml). Les dilutions sont préparées dans des Eppendorfs comme la suite (**Tableau 4**) :

Tableau 4: Gamme d'étalon de l'acide gallique.

Concentrations de la solution étalon (l'acide gallique)	Dilutions de la solution S1
25µg/ml	25µl de S1+ 175µl de MeOH
50µg /ml	50µl de S1+ 150µl de MeOH
75µg/ml	75µl de S1+ 125µl de MeOH
100µg/ml	100µl de S1+ 100µl de MeOH
125µg /ml	125µl de S1+ 75µl de MeOH
150µg /ml	150µl de S1+ 50µl de MeOH
175 µg /ml	175µl de S1+ 25µl de MeOH
200µg /ml	200µl de S1

10 µl de chaque dilution sont transférés dans une microplaque + 25 µl FCR (1 : 10) + 25µl de Na₂CO₃ (20%) +140 µl d'eau distillée + incubation 2h + lecture à 765 nm.

5 Teneur en eau des olives

5.1.1 Définition

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

5.1.2 Principe

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

5.1.3 Matériel

Balance analytique, étuve et boîtes de pétri.

5.1.4 Protocole expérimental

Un échantillon de 70 g a été séché à l'étuve à 105°C pendant 48 h, celui-ci a été régulièrement pesé après refroidissement au dessiccateur jusqu'à l'obtention d'un poids constant, la teneur en eau a été déterminée au moyen de la formule ci-après :

$$H\% = [(P - P_S) / (P - P_0)] * 100.$$

H : Humidité des fruits exprimée en pourcentage.

P et P_S : Poids du creuset plus la prise d'essai avant et après séchage, respectivement.

P₀ : Poids du creuset vide.

6 Indices de qualité de l'huile d'olive

6.1 Détermination du coefficient d'extinction spécifique dans l'ultraviolet

6.1.1 Principe

Cet examen spectrophotométrique dans l'ultraviolet peut fournir des indications sur la qualité d'une matière grasse (**Benabid H., 2009**), ainsi le coefficient d'extinction à K₂₇₀ est un bon révélateur de la teneur de l'huile en peroxyde.

La détermination de l'absorbance à 232 nm et au voisinage de 270 nm permet la détection des produits d'oxydation des acides gras insaturés. Le principe consiste à dissoudre la matière grasse dans le solvant requis, puis déterminer l'extinction de la solution à la longueur d'onde prescrite, par rapport au solvant pur.

Les extinctions spécifiques sont déterminées à partir des lectures spectrophotométriques (**Bouhadjra K., 2011**).

6.1.2 Matériel et réactifs utilisés

Le matériel et les réactifs utilisés pour réaliser ce test sont : Spectrophotomètre *nicolet evolution 100*, Cuvette de quartz 1 cm, Cyclohexane.

6.1.3 Mode opératoire

Une prise de 0,25 g de l'huile est dissoute dans 25 ml de cyclohexane. Après homogénéisation, l'absorbance de la solution de la matière grasse est mesurée dans une cuve de quartz par rapport à celle du solvant utilisé à l'aide d'un spectrophotomètre visible à des longueurs d'onde spécifiques de 232 et 270 nm (**Figure 12**).

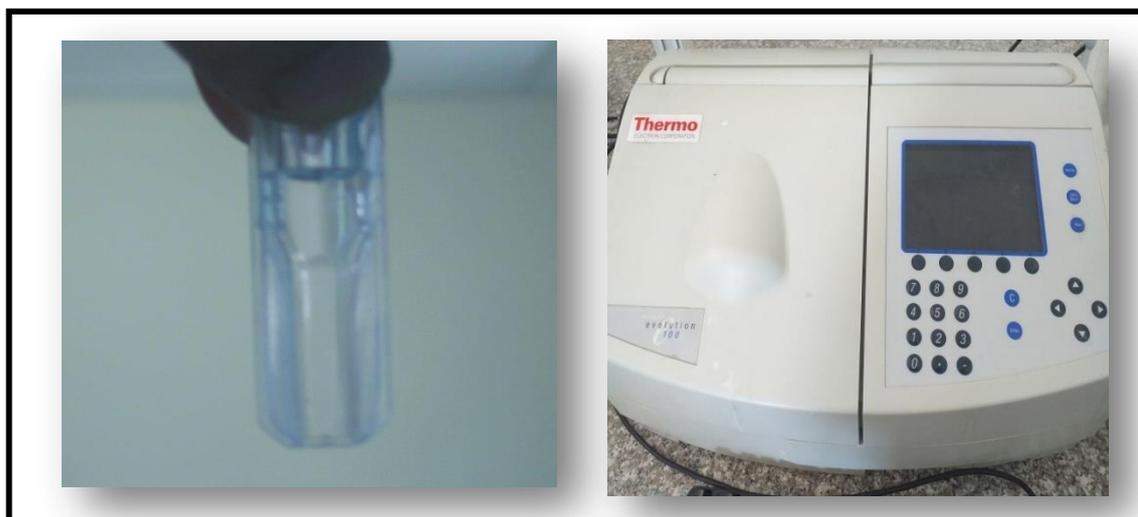


Figure 12:Etapes de l'analyse spectrophotométrique au niveau du laboratoire
LOST, 2021.

Les extinctions spécifiques rapportées aux différentes longueurs d'onde sont calculées comme suit :

$$E = A\lambda / C * l$$

E : Extinction spécifique à la longueur d'onde λ .

$A\lambda$: Absorbance mesurée à la longueur d'onde λ .

C : Concentration de la solution en gramme par 100 millilitres.

l : Epaisseur de la cuve en centimètre (1cm).

6.2 Indice de peroxyde

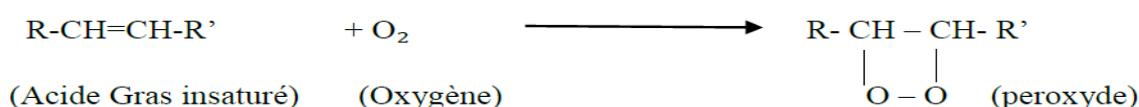
L'indice de peroxyde est le nombre de milliéquivalents d'oxygène actif par un kilogramme de corps gras (meq O₂ kg⁻¹ d'huile) (**AFNOR, 2015**). Il est déterminé par le dosage avec une solution d'iodure de potassium (**Gharby S. et al., 2013**).

6.2.1 Principe

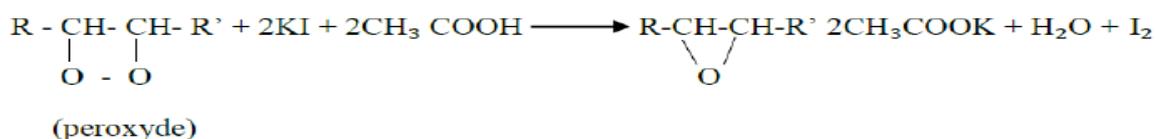
Le principe de cette méthode repose sur le traitement d'une prise d'essai en solution dans un mélange d'acide acétique et le chloroforme puis l'ajout d'une solution d'iodure de potassium.

L'iode libéré par les peroxydes est déterminé visuellement à l'aide d'un indicateur « l'amidon » et d'une solution étalon de thiosulfate de sodium (**Essiari M. et al., 2014**).

Les acides gras insaturés s'oxydent 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 capable d'oxyder les iodures selon la réaction suivante :



6.2.2 Matériel et réactifs

Le matériel et les réactifs utilisés pour réaliser ce test sont : Balance analytique, Burette Erlenmeyer de 250ml, Pipette, Eau distillée, Chloroforme, Acide acétique, Empois d'amidon, Solution aqueuse saturée d'iodure de potassium, Solution aqueuse de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 0.01N.

6.2.3 Mode opératoire

- 2g d'huile d'olive est pesé dans une fiole.
- Mélangé avec 10ml de chloroforme ; le tout est agité.
- 15 ml d'acide acétique glacial ainsi que 1ml d'Iodure de potassium (KI) sont ajoutés.
- Le mélange est agité pendant 1 minute et laissé reposer pendant 5 minute à l'abri de la lumière et à une température de 15 à 25°C.

- 75 ml d'eau distillée sont additionnés suivi d'un titrage de l'iode libéré avec une solution de thiosulfate de sodium $C(Na_2S_2O_3)$ à 0.01 N en agitant vigoureusement et en employant la solution d'amidon (1g/100 ml) comme indicateur jusqu'à disparition de la couleur **Figure 13**. Un essai à blanc est effectué simultanément.

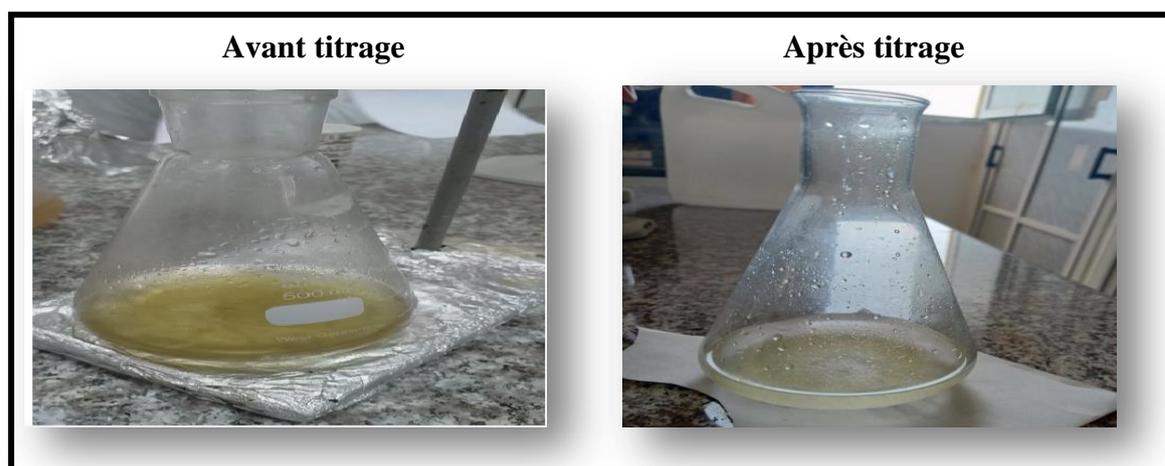


Figure 13: Mesure de l'indice de peroxyde au niveau du laboratoire LOST, 2021.

L'indice de peroxyde en milliéquivalent d' O_2 /kg est calculé selon l'équation :

$$\text{Indice de peroxyde} = (V - V') \times N \times 1000 / m \quad (\text{még d}'O_2/\text{Kg})$$

V : Le volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour la prise d'essai.

V' : Le volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc.

N : La normalité de la solution de thiosulfate de sodium utilisé.

m : La masse de la prise d'essai en grammes.

NB : Chaque essai est répété 2 fois.

6.3 Acidité libre

L'acidité (**A**) est le principal indicateur chimique de la qualité des huiles d'olive, aussi le plus anciennement utilisé dans les transactions (**Pinatel C. et al., 2014**). Elle correspond à la teneur en pourcentage d'acide gras (exprimée en acide oléique). L'acidité est mesurée selon la méthode (**ISO 660, 2009**), elle permet de contrôler le niveau de dégradation hydrolytique, enzymatique ou chimique, des chaînes d'acides gras des triglycérides. Ceci est à l'origine d'acides gras libres et de glycérides partiels (mono et di glycérides) (**Orwa et al., 2014**).

6.3.1 Principe

Il consiste à neutraliser les acides libres par une solution alcoolique d'hydroxyde de potassium de normalité 0.1 N (Essiari M.*et al.*, 2014).

Pour donner des savons selon la réaction suivante :



6.3.2 Matériel et réactifs utilisés

Balance analytique, Erlenmeyer, Pipettes, Burette, Solution d'éthanol / toluène, Solution de phénolphtaléine à 1%, Solution d'hydroxyde de potassium **KOH**.

6.3.3 Mode opératoire

6g d'huile d'olive sont dissout dans 100 ml du mélange éthanol/toluène (V/V), puis titré en agitant, avec la solution d'hydroxyde de potassium (KOH) à 0.1 N en présence de 0.3 ml de la solution de phénolphthaléine à 1% dans l'éthanol, jusqu'à virage de l'indicateur (coloration rose) (Figure 14).

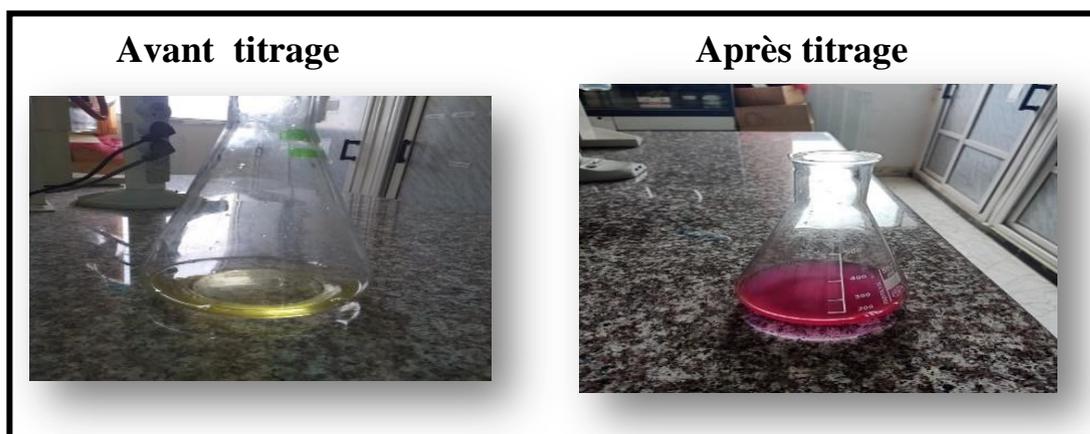


Figure 14: Mesure de l'acidité au niveau du laboratoire LOST, 2021.

L'acidité, exprimée en pourcentage est égale à :

$$\% \text{ Ac.oléique} = (V \text{ KOH} \times C \times M) / 10 \times m_{\text{huile}}$$

V : est le volume en ml de la solution titrée de KOH utilisé.

C : est la concentration exacte, en moles /litre, de la solution titrée de KOH utilisé.

M : est le poids molaire, en g/mole, de l'acide adopté pour l'expression du résultat (=282).

m : est la prise d'essai en grammes.

NB : Chaque essai est répété 2 fois.

7 Procédure d'enrichissement de l'huile d'olive

La qualité d'huile d'olive est affectée par plusieurs facteurs comme la variété, les conditions de stockage, les pertes subies par l'huile d'olive au cours de sa fabrication d'où son enrichissement par des composés bioactifs est un outil pour conserver et améliorer sa qualité. La procédure d'enrichissement de l'huile d'olive est réalisée suivant la méthode décrite par **Bouaziz M. et al. (2008)**.

Quelques modifications sont apportées sur cette méthode concernant les quantités de l'extrait, la quantité de l'huile et le standard utilisés pour l'enrichissement.

Une quantité d'extrait des feuilles a été pesée puis dissoute dans un volume approprié d'environ 200 μ l d'éthanol pur afin d'obtenir la concentration de l'huile en extrait désiré. Dans notre étude l'huile est enrichie à une concentration de 100 ppm. Après l'ajout de l'extrait, les huiles sont agitées pendant 30 min, ensuite on a procédé à la sonication des mélanges pour une dissolution complète des extraits dans l'huile. La même procédure est suivie pour l' α -tocophérol utilisé comme standard à une concentration de 100 ppm. Les échantillons préparés sont conservés à l'abri de la lumière dans l'étuve à 60°C pendant 28 jours.

Les graisses et les huiles ont tendance à subir une détérioration oxydative entraînant le développement d'un goût et d'une odeur désagréables. La prévention de cette oxydation dépend essentiellement de la présence d'inhibiteurs naturels qui sont les composés phénoliques. C'est dans ce contexte que nous avons entrepris de faire des essais de mise en évidence du pouvoir antioxydant de ces composés phénoliques provenant des feuilles de pistachier sur l'huile d'olive à différentes durées de stockage à une température de 60°C. L'effet de ces antioxydants est comparé à celui de l'acide gallique utilisé comme antioxydant de référence.

Dans ce contexte, cette partie sera dédiée à l'analyse des résultats obtenus à partir du traitement des différents échantillons d'huile d'olive en se basant sur les tests suivants : indice d'acidité, indice de peroxyde, et les coefficients d'extinction (K_{232} , K_{270}).

1 Dosage des polyphénols totaux des feuilles de lentisque

En se basant sur la courbe d'étalonnage de l'acide gallique comme composé de référence (**Figure 15**), on a pu déterminer la teneur en polyphénols totaux qui est de l'ordre de 147,52 $\mu\text{g.EAG/mg}$ d'extrait.

Le résultat de notre étude est supérieur à ceux obtenus par **Mahdi S. et al. (2016)** qui ont enregistré des résultats variant de 0,32 mg EAG/ g à 0,56 mg EAG/ g des échantillons collectés près de la coopérative agricole de services spécialisés en oléiculture de Chetouane (Tlemcen), et inférieur à celui de **Lasmar M. et al. (2020)** ; qui ont enregistré une valeur de $155,27 \pm 5,59$ mg/g d'extrait.

Cette différence des résultats peut être expliquée par l'influence de plusieurs facteurs tels que : la méthode, les conditions d'extraction, le solvant utilisé, la variété, le stade de maturation, le sol et les conditions climatiques.

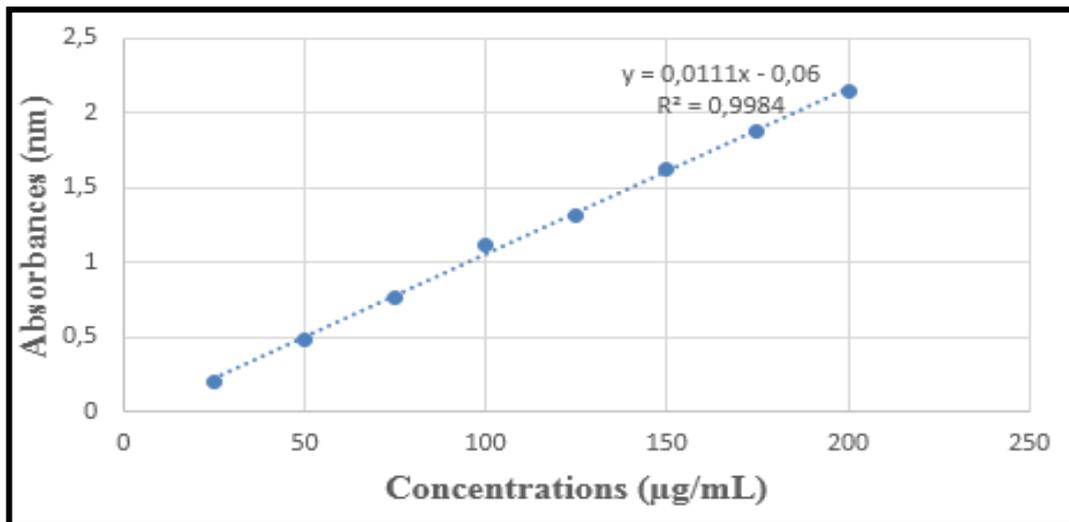


Figure 15: Courbe d'étalonnage de l'acide gallique.

2 Teneur en eau des olives

La teneur en eau des olives est une mesure à suivre au cours de la maturité, en effet, les oléiculteurs utilisent ce paramètre comme un critère de choix du stade optimal de la cueillette (Gharsallaoui M. *et al.*, 2018). Les résultats relatifs à la teneur en eau des olives sont présentés dans la Figure suivante :

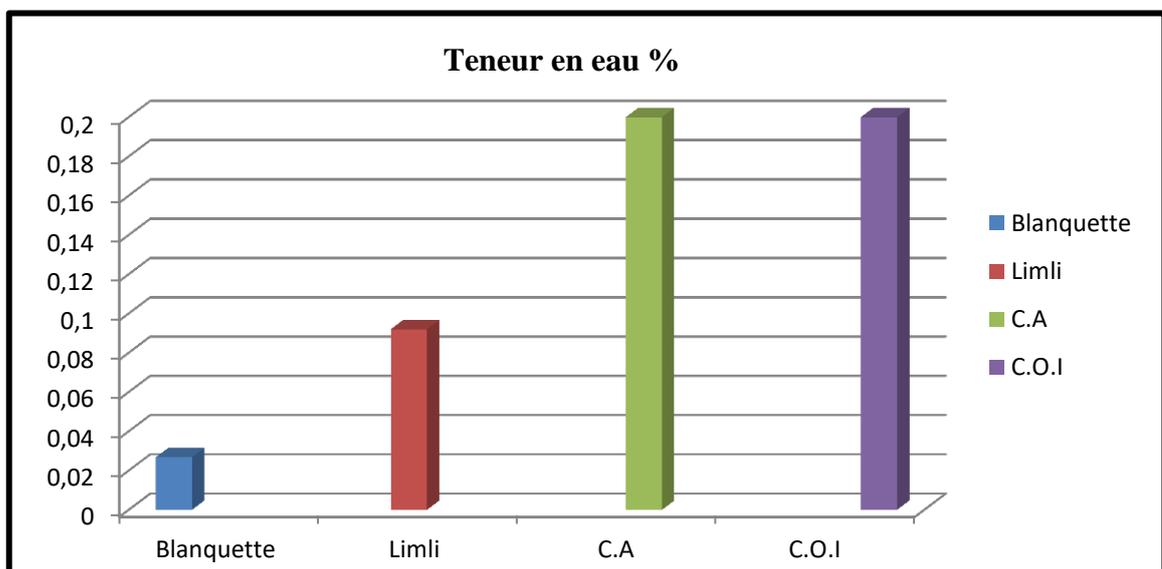


Figure 16: Représentation graphique des résultats de la teneur en eau des olives.

D'après les résultats obtenus, nous avons remarqué que la totalité des échantillons analysés sont conformes à la norme fixée par le COI (2019) ($\leq 0,2$).

Il est remarquable que les olives de la variété *Limli* ont enregistré une légère augmentation de la teneur en eau (0,092%), en comparaison à ceux de la variété *Blanquette* (0,0268%).

Nos résultats sont inférieurs à ceux trouvés par **Maatki N. et al. (2016)** avec un taux variant de 0,19 à 0,22% pour la variété *Chemlal*.

La teneur en eau diminue avec la progression de la date de récolte des olives. La différence en humidité des deux variétés est tributaire des conditions environnementales dominantes, dont la pluviosité, l'irrigation et la zone géographique (**Alves M. et al., 1995**).

3 Coefficient d'extinction spécifique dans l'ultraviolet

La détermination des coefficients (K_{232} , K_{270}) d'absorbances dans l'ultraviolet, renseigne sur la présence ou l'absence de produits d'oxydation secondaires dans l'huile. Les hydroperoxydes des premiers stades d'oxydation absorbent à 232 nm, alors que les produits d'oxydation secondaires tels que les cétones insaturées-dicétones absorbent au voisinage de 270 nm (**Jeantet R. et al., 2006 ; Ben Temime S. et al., 2000; Ollé M, 2002**). Les données recueillis par les coefficients d'extinction spécifiques sont consignées dans la **Figure** suivante :

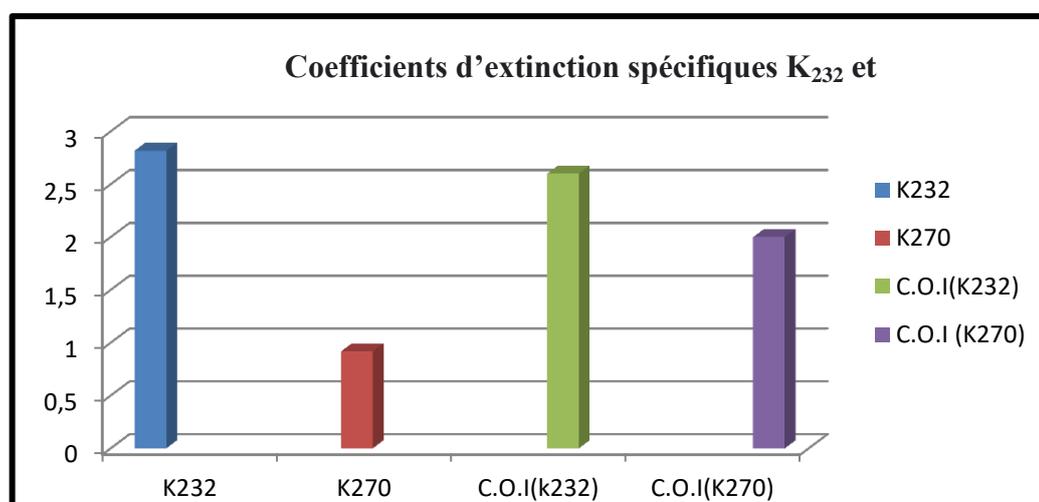


Figure 17: Représentation graphique des résultats de coefficient d'extinction spécifique K_{232} et K_{270} .

D'après les résultats obtenus au tableau, nous remarquons que les valeurs du coefficient K_{270} sont conformes à la norme du **COI 2019 ($\leq 2,00$)**.

En ce qui concerne le coefficient d'extinction spécifique K_{232} , on remarque qu'il est sensiblement plus élevé et dépassant les limites établies par le **COI (2019)**.

Selon **Tanoutiet K. et al. (2011)**, l'oxydation de l'huile d'olive commence après que les olives soient cueillies de l'arbre, et continue pendant le stockage des fruits et leur traitement. Cette oxydation peut être liée aux conditions inadaptées du stockage et à plusieurs facteurs tels que : la récolte tardive des olives, une exposition excessive des olives et de l'huile extraite à l'oxygène de l'air et à la lumière, voire aussi à un réchauffement de la pâte lors de la trituration.

En effet, l'extinction spécifique à K_{232} et à K_{270} d'une huile peut être considérée comme une image de son état d'oxydation. Plus son extinction à K_{232} est forte, plus elle est peroxydée. De même plus l'extinction à K_{270} est forte, plus elle est riche en produits d'oxydation secondaires et traduit une faible aptitude à la conservation (**Boulfane S. et al, 2015**). La valeur d'extinction spécifique en UV à K_{232} de notre échantillon étudié est supérieure à celle de **Meftah H. et al. (2014)**, qui représente des résultats variant entre (1 et 1,89) pour des huiles issues de cinq différentes zones de la région Tadla Azilal (Maroc). Notre résultat est parfaitement supérieur à celui trouvé par **Boulfane S. et al, (2015)** qui représente des valeurs d'extinction spécifiques variant entre 0.9 et 2.4 de huit variétés d'huile d'olive de la région El Chaouia au Maroc.

Pour l'extinction spécifique K_{270} notre résultat est plus élevé que les résultats rapportés par l'équipe de **Benrachou N. (2013)**, qui a présenté des valeurs variantes entre 0,18 et 0,24 pour les huiles issues de trois variétés d'olivier (*Limli, Bouricha et Blanquette*) de l'Est-Algérien (Jijel, Bejaia, Guelma). Les résultats obtenus par **Meftah H. et al. (2014)**, sont inférieurs à celui de notre étude, les auteurs ont marqué des valeurs variantes entre (0,11 et 0,16) pour des huiles issues de cinq différentes zones de la région Tadla Azilal (Maroc).

4 Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde détermine la quantité d'hydroperoxydes présents dans l'huile d'olive, ce qui permet de mesurer l'auto-oxydation des lipides (**Haddada F. et al., 2008**), La **Figure** ci-dessous présente les résultats de l'indice de peroxyde de l'huile analysée :

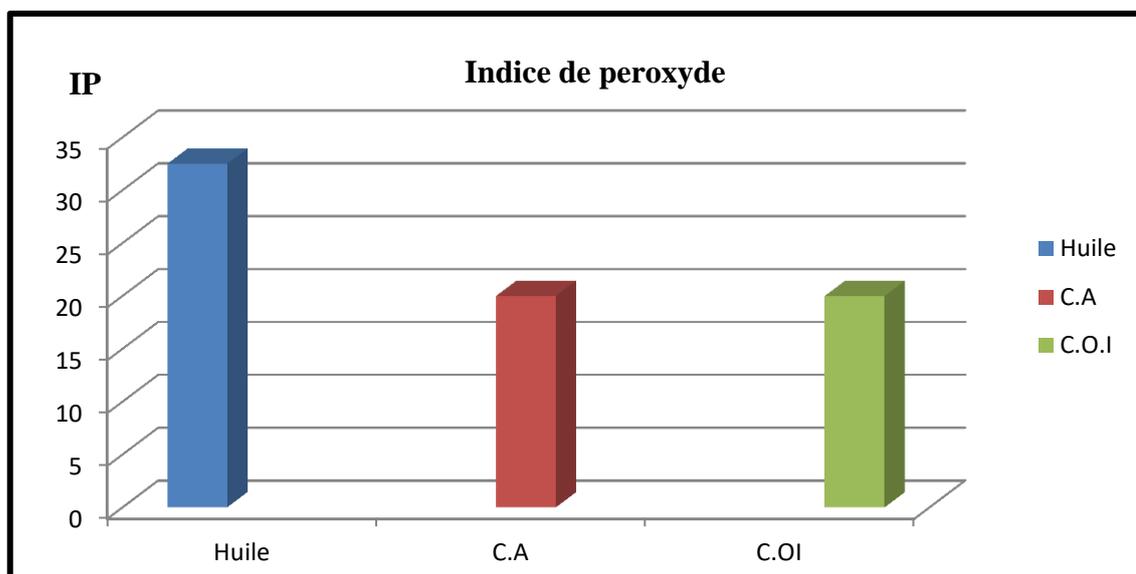


Figure 18: Représentation graphique des résultats d'indice de peroxyde.

Les normes de C.A et de C.O.I classent toutes les huiles vierges à un indice de peroxyde inférieur ou égal à 20 milliéquivalents d'oxygène peroxydique /Kg d'huile comme étant bonnes, et celles dont l'indice de peroxyde est supérieur à 20 milliéquivalents d'oxygène peroxydique /Kg d'huile comme étant des huiles lampantes (**Kiritsakis A ., 1998**).

La valeur obtenue est supérieure à celles de la norme commerciale du **COI (2019)**, ce qui permet de classer notre huile dans la catégorie des huiles d'olive vierge lampante : non limitée.

L'indice de peroxyde augmente avec la maturité des olives, et surtout à la suite d'un choc thermique, consécutivement à un gel ou à un processus de fabrication défectueux. Le stockage inadapté ou prolongé, est également une des causes d'augmentation de ce paramètre (**Afidol, 2013**).

Un indice de peroxyde élevé est le résultat d'une oxydation poussée, qui se traduit par un rancissement de l'huile et qui est due à la dégradation des acides gras insaturés (acide oléique et linoléique) et à la production de composés secondaires d'oxydation dont certains ont été prouvés nuisibles à la santé (aldéhydes, cétones, radicaux libres, hydroperoxydes) (**Chimi H., 2001**).

Notre résultat est plus élevé à celui rapporté par **Salvador M.D. et al. (2003)** qui ont obtenu des valeurs de 7,8 et 12,9 meqO₂/kg pour des huiles d'olives de différentes régions oléicoles au centre de l'Espagne. **Mahdi S. (2016)** a trouvé une valeur supérieure à celle de notre étude (69meqO₂/kg) pour un échantillon collecté près de la coopérative agricole de services spécialisée en oléiculture de Chetouane à Tlemcen.

Une étude a révélé que les procédés technologiques adoptés durant le broyage des olives issues aussi bien d'une seule variété que d'un mélange de variétés n'avaient pas une grande influence sur l'augmentation de l'indice de peroxyde (**Cecchi T. et al., 2006**). De plus, il a été démontré dans d'autres études, qu'il n'y a aucune différence entre les huiles d'olive extraites par les procédés de centrifugation et de presse (**Caponino F. et al., 1999; Gimeno E. et al., 2002; Salvador M. et al., 2003**).

5 Acidité libre

L'acidité est un critère de qualité important qui permet de classer l'huile d'olive en différentes catégories en fonction de leur teneur en acide gras libres (**Manai H., 2006**). L'acidité libre permet de contrôler le niveau de dégradation hydrolytique, enzymatique ou chimique, des chaînes d'acide gras des triglycérides. Ceci est à l'origine d'acides gras libres et de glycérides partiels (mono et di glycérides) (**Tanouti K. et al., 2011**).

Le résultat de la teneur en acidité libre contenus dans notre échantillon est résumé dans **la Figure** suivante :

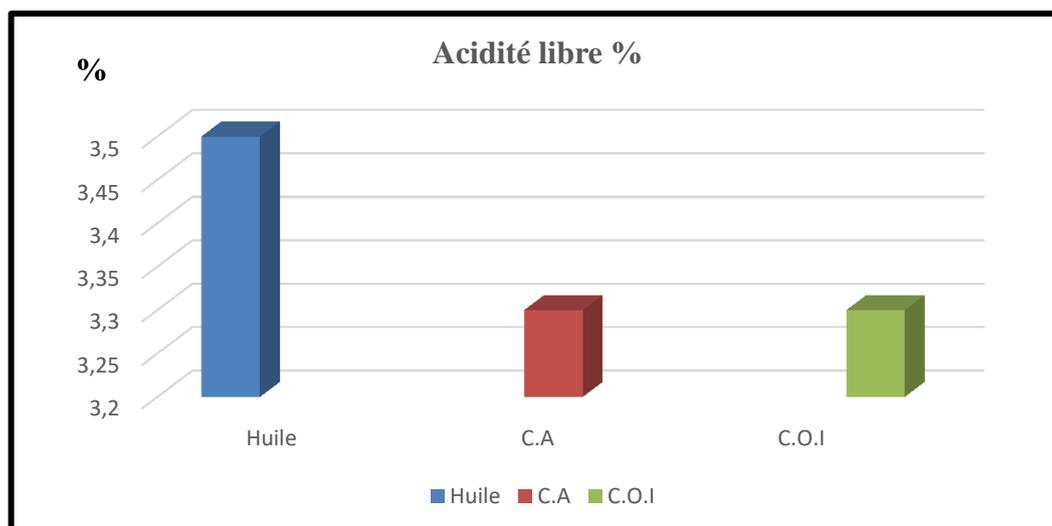


Figure 19: Représentation graphique des valeurs de l'acidité libre.

La **Figure 19** montre que le pourcentage d'acidité d'huile d'olive étudiée est supérieur aux normes (> **3.3%**). Cela nous permet de classer cet échantillon d'huile étudiée dans la classe de l'huile lampante.

Ce paramètre est un critère de qualité de l'huile d'olive et ne devrait guère dépasser 3,3% lorsque l'huile est obtenue à partir d'olives récoltées à la main et transformées rapidement avec peu ou sans temps de stockage et à un stade de maturité approprié (pas très avancé) (**Grati-Kamoun N., 2001**).

Un taux d'acidité supérieur à **3,3%** indique que cet échantillon est dans un état dégradé, son altération peut être due au : système d'extraction, récolte tardive des olives, mixage des olives fraîches avec des olives tombées sur le sol, ...etc.

Le résultat obtenu peut-être dû aussi aux micro-organismes qui se développent dans le fruit notamment après l'attaque d'insectes et les enzymes telles que les lipases qui sont les principaux facteurs responsables de l'augmentation d'acidité (**Martinez S., 1973**).

Cette acidité ne se perçoit jamais sous forme de goût acide, mais sous la forme de telle sensation organoleptique, qui traduit le fait que les olives ont subi des altérations. Par exemple, un goût de moisi trahira une acidité élevée car les moisissures font augmenter l'acidité. Il est nécessaire de triturer les olives saines, rapidement après récolte (**Afidol, 2019**).

Le résultat de l'acidité libre est supérieur à celui de **Mezaour K. (2018)** qui a marqué des taux variants entre 0,2 % et 1,69% et à celui des travaux d'**Azzouni M. et al. (2017)** ayant obtenu des valeurs qui oscillent entre 1,29% et 2,09 pour des olives dérivées de quatre différentes régions : Benisenousse ; Maghnia ; Sabra et Sebdou.

6 Enrichissement de l'huile d'olive

6.1 Indice de peroxyde

L'IP constitue l'un des critères utilisé dans l'appréciation de la qualité des huiles. Il sert à évaluer l'état d'oxydation d'une huile au cours du stockage (**SNIMA, 2003**). Les résultats obtenus sont présentés dans la **Figure 20** et le **Tableau 8**.

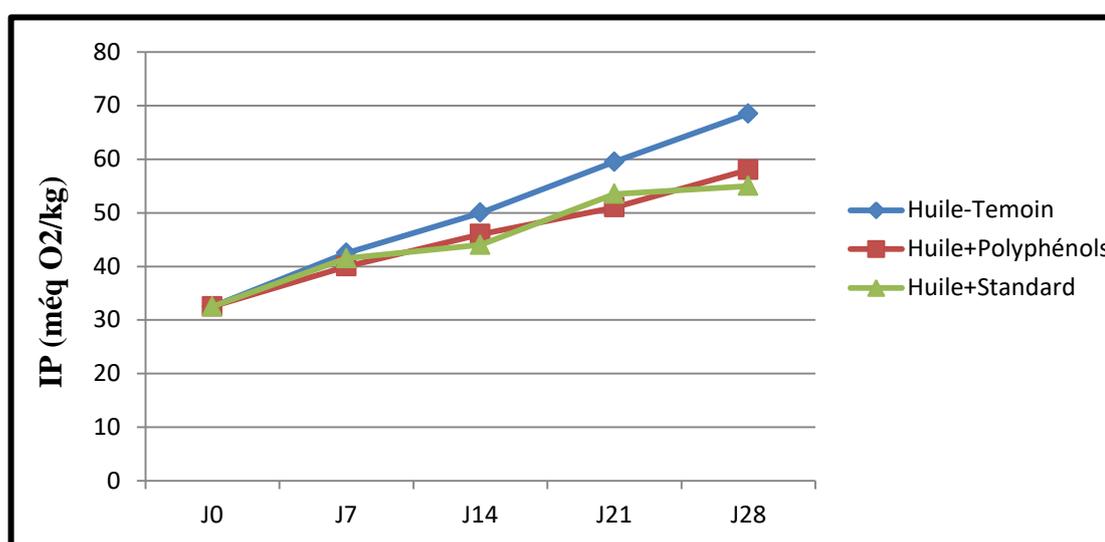


Figure 20: Evolution de l'indice de peroxyde au cours du stockage à 60 °C.

Tableau 5: Moyennes et écarts- type de l'indice de peroxyde obtenu au cours du stockage à 60°C avec les trois traitements.

Indice de peroxyde						
Jours	Huile-temoin		Huile+Polyphénol		Huile+standard	
	moyenne	écart-type	moyenne	écart-type	moyenne	écart-type
0	32,5	2,828	32,5	2,828	32,5	2,828
7	42,5	1,414	40	1,414	41,5	1,414
14	50	0,707	46	2,12	44	1,414
21	59,5	1,414	51	1,414	53,5	2,828
28	68,5	2,828	58	2,121	55	2,121

La valeur initiale de l'IP de l'huile-Témoin et des huiles enrichies est de 32,5 (meq O₂/Kg). L'huile d'olive-témoin signale une augmentation nettement plus rapide de l'indice de peroxyde lors du stockage par rapport aux autres huiles enrichies.

L'huile d'olive sans additifs (témoin) présente le plus haut indice de peroxyde parmi les autres huiles. En effet, son indice de peroxyde était de 32,5 Meq O₂/kg avant d'être soumis à la température de l'étuve (60 °C) et après 28 jours de stockage, il atteint 68,5 MeqO₂/kg.

L'évolution de cet indice pour les huiles contenant des antioxydants suit relativement un rythme moins accentué que celle du témoin.

Après 7 jours de stockage, l'IP des huiles enrichies évolue de la même manière, l'huile la plus performante est l'huile enrichie en polyphénols ; elle donne la valeur la plus faible (40 méq O₂/kg) qui est légèrement inférieure à celle de l'huile enrichie au standard (41,5méq O₂/kg). Après 14 jours de stockage, on constate une élévation importante de l'IP de l'huile enrichie en polyphénols qui passe de 40 à 46 (méq O₂/kg) également pour l'huile enrichie au standard qui passe de 41,5 à 44 méq O₂/kg.

Au cours de 21^{ème} et 28^{ème} jour de stockage ; on remarque une augmentation accentuée de la valeur d'IP des huiles enrichies. L'huile enrichie en polyphénols donne une valeur supérieure à celle de l'huile enrichie au standard (58 méq O₂/kg > 53 méq O₂/kg). Ceci signale une auto-oxydation de l'huile favorisée par le stockage en présence d'O₂ et à une température élevée (60°C). Toutes les huiles enrichies enregistrent des valeurs d'IP inférieurs à celle de l'huile témoin. En effet, plus l'IP est faible, meilleure est la stabilité oxydative de l'huile au cours du stockage.

Ces résultats démontrent que l'enrichissement de l'huile végétale par les polyphénols semble améliorer la stabilité oxydative de l'huile d'olive.

Les résultats obtenus sont comparables voire plus élevés à ceux de **Bouhadjra K. (2011)** et **Gharby S. et al., (2014)** qui ont trouvé que la stabilité des huiles est bien corrélée avec la teneur en phénols totaux et à la présence d'un taux élevé d'antioxydants naturels, dont les plus importants sont les tocophérols. L'étude de l'effet des extraits phénoliques des feuilles et des fruits d'olivier sur la stabilité oxydative des échantillons d'huile d'olive de variétés différentes ont montré la même tendance (**Bouaziz M. et al., 2008 ; Kahouli I, 2010 ; Aouidi, 2012 ; Gharby S. et al., 2014**).

6.2 Acidité libre

L'acidité libre est un facteur qui renseigne sur l'altération de l'huile par hydrolyse (Gharby S. *et al.*, 2011). En effet, dans les huiles végétales, les acides gras naturels sont essentiellement présents sous forme de triglycérides 98-99% (Lecerf J., 2011). L'hydrolyse de ces derniers libère des acides gras dont le dosage permet d'avoir une idée sur l'état d'avancement de la dégradation d'huile (Gharby S. *et al.*, 2011).

La Figure 21 et le Tableau 9 présentent les résultats d'acidité libre durant un stockage de 28 jours à 60°C dans l'étuve.

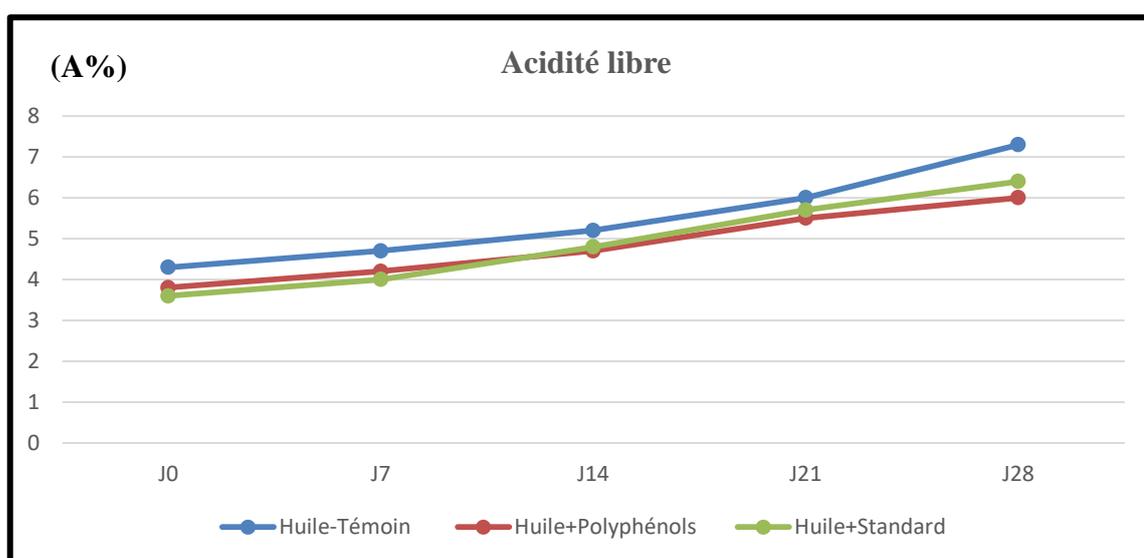


Figure 21: Evolution de l'acidité libre des trois type d'huile au cours du stockage à 60°C.

Tableau 6: Moyennes et écarts- type de l'acidité obtenue au cours du stockage à 60°C avec les trois traitements.

Acidité %						
Jours	Huile-temoin		Huile+Polyphénol		Huile+standard	
	moyenne	écart-type	moyenne	écart-type	moyenne	écart-type
0	3,5	0,565	3,5	0,565	3,5	0,565
7	4,7	0,282	4,2	0,282	4	0,141
14	5,2	0,141	4,7	0,424	4,8	0,282
21	6	0,282	5,5	0,141	5,7	0
28	7,3	0,282	6	0,565	6,4	0,565

La valeur initiale de l'acidité libre de l'huile témoin est plus élevée (4,3%) par rapport aux huiles enrichies (huile + polyphénols) $J_0 = 3,8\%$, (huile + standard) $J_0=3,6\%$. Après 28 jours de stockage, l'acidité libre de l'huile témoin augmente rapidement et atteint 7,3%.

Au 7^{ème} jour on observe une légère différence entre l'huile enrichie en polyphénols ($J_7 = 4,2 \%$) et l'huile enrichie au standard ($J_7 = 4\%$). Les résultats obtenus au 14^{ème} et 21^{ème} jour ne montrent pas de grandes différences entre l'huile + polyphénols ($J_{14} =4,7 \%$, $J_{21} =5,5\%$) et l'huile + standard ($J_{14} =4,8\%$, $J_{21} = 5,7\%$). Après 28 jours de stockage l'acidité libre des huiles enrichies atteint une valeur accentuée estimée à 6,4% pour l'huile enrichie au standard et 6% pour l'huile enrichie en polyphénols.

La présence ou l'ajout d'antioxydant se marque par un effet-retard ou un ralentissement dans l'apparition de l'oxydation, cet effet étant fonction de la nature de l'antioxydant et de sa concentration.

Plusieurs facteurs vont intervenir pour favoriser ou au contraire freiner les réactions d'oxydation de l'huile. Les conditions du stockage telles que la chaleur vont augmenter la vitesse d'auto-oxydation.

L'oxydation est réduite en présence de tocophérols ou autres composés phénoliques antioxydants. Ainsi, les huiles végétales naturellement riches en tocophérols et les huiles peu ou pas raffinées telles que l'huile d'olive riche en divers composés phénoliques sont naturellement protégées par les antioxydants endogènes (OCL, 2012).

Les résultats obtenus sont comparables voire supérieurs à ceux trouvés par Hebbache A. *et al.* (2019) qui ont pu conclure que l'huile enrichie par l' α -tocophérol et les graines de raisin ont la meilleure stabilité.

6.3 Tests d'extinction spécifiques à K_{232} et K_{270}

6.3.1 Extinction spécifique à K_{232}

Le spectre UV fournit des informations sur l'état d'oxydation des huiles. En effet, les produits d'oxydation des huiles ayant un spectre caractéristique dans l'UV, en effet les hydroperoxydes linoléiques et les acides gras oxydés qui sont des diènes

résultant de la décomposition des peroxydes présentent une bande d'absorption au voisinage de 232 nm (Gharby S. *et al.*, 2015).

Les valeurs des extinctions spécifiques obtenues pour les échantillons étudiés en ultra-violet à 232 nm sont présentées sur la Figure 22 et le Tableau 10.

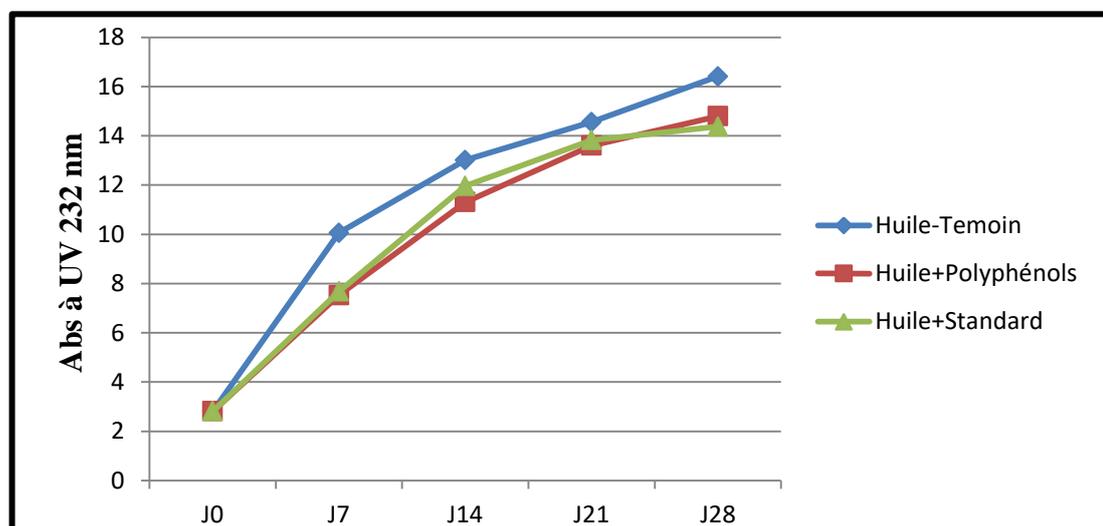


Figure 22: Evolution de l'extinction spécifique (K_{232}) en fonction de la durée du stockage.

Tableau 7: Moyennes et écarts-type de l'extinction K_{232} obtenue au cours du stockage à 60°C avec les trois traitements.

coefficient d'extinction K_{232}						
Jours	Huile-témoin		Huile+Polyphénol		Huile+standard	
	moyenne	écart-type	moyenne	écart-type	moyenne	écart-type
0	2,817	0	2,817	0	2,817	0
7	10,056	0,534	7,531	0,852	7,675	0,305
14	13,017	0,242	11,311	0,953	11,961	1,434
21	14,556	0,375	13,605	0,340	13,826	0,428
28	16,415	0,767	14,8	0,107	14,376	0,028

D'après les valeurs illustrées dans le Tableau 10, l'absorbance initiale (J_0) à 232 de tous les échantillons est à 2,817. Après 7 jours de stockage les absorbances à 232 nm de tous les échantillons évoluent de la même cadence.

Celles-ci oscillent entre 7,531 pour l'huile enrichie par les polyphénols et 7,675 pour l'huile enrichie par le standard. La valeur la plus élevée est accordée à l'huile témoin (10,056).

Par ailleurs, après 14 jours de stockage tous les échantillons ont tendance à augmenter, celle de l'huile enrichie par les polyphénols est à 11,311 et celle de l'huile standard est à 11,961. Ces échantillons ont donné des valeurs inférieures à celle du témoin qui est estimée à 13,017.

Au cours du 21^{ème} jour de stockage, on constate une légère augmentation continue des valeurs d'absorbances de l'huile enrichie par les polyphénols (13,605), et l'huile enrichie au standard (13,826). L'huile-Témoin donne une valeur supérieure à celle des huiles enrichies estimée à 14,556.

La valeur enregistrée pour l'huile-Témoin marque une augmentation accrue durant les 28 jours du stockage avec la valeur du coefficient d'extinction la plus importante au dernier jour de stockage soit 16,401. L'huile enrichie par les polyphénols signale une augmentation qui passe de 13,605 à 14,8 également pour l'huile + Standard qui passe de 13,826 à 14,376. Elles sont donc à la première étape de la propagation qui correspond à la formation des peroxydes mais pas des hydroperoxydes.

Les huiles enrichies à une concentration de 100 ppm ont donné des valeurs inférieures à celle du témoin. Cela peut s'expliquer par l'effet antioxydant des polyphénols sur la formation des composés primaires d'oxydation.

Nos résultats sont supérieurs de ceux de **Kebbi Y. et al. (2018)** et **Hebbache A et al. (2019)**. **Farmer et Sutton (2002)** ont indiqué que l'augmentation de l'absorbance due à la formation des diènes conjugués est proportionnelle à la prise de l'oxygène et à la formation des peroxydes pendant la première étape d'oxydation.

6.3.2 Extinction spécifique à K_{270}

Après la formation des hydro peroxydes dans les premières étapes de l'oxydation qui sont des produits instables, ils se transforment rapidement en des produits secondaires d'oxydation en particulier dicétones et cétones insaturées qui absorbent la lumière au voisinage de 270nm (**Gharby S. et al., 2012**). L'absorption spécifique à K_{270} est donc un marqueur pour de la formation des produits secondaires

d'oxydation (Harhar H. *et al.*, 2010), les résultats sont dressés dans la Figure 23 et le Tableau 11.

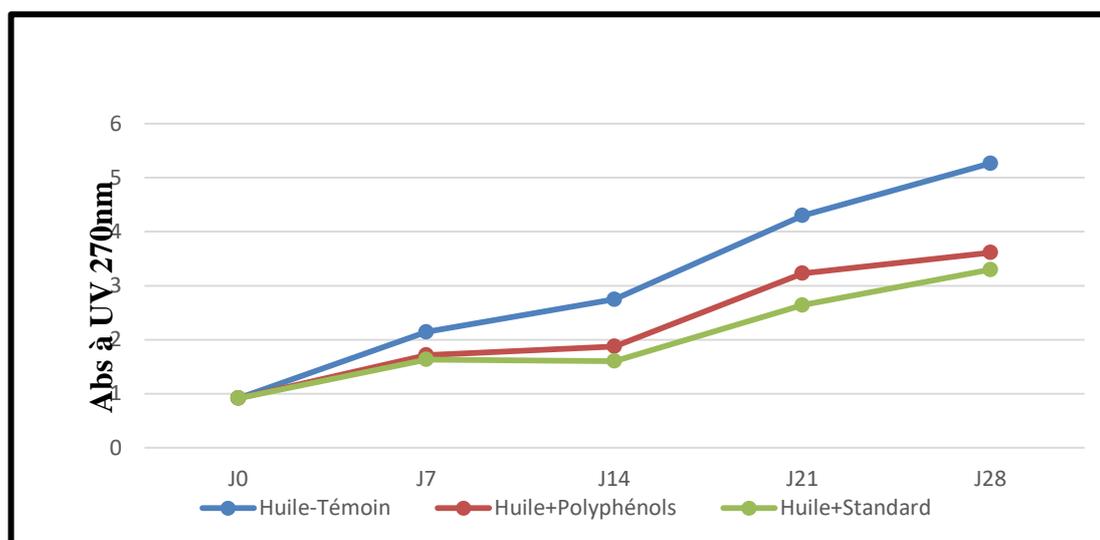


Figure 23: Evolution de l’extinction spécifique (K_{270}) en fonction de la durée du stockage.

Tableau 8: Moyennes et écarts- type de l’extinction K_{270} obtenue au cours du stockage à 60°C avec les trois traitements.

coefficient d’extinction K_{270}						
Jours	Huile-témoin		Huile+Polyphénol		Huile+standard	
	moyenne	écart-type	moyenne	écart-type	moyenne	écart-type
0	0,917	0	0,917	0	0,917	0
7	2,144	2,103	1,715	0,315	1,634	0,490
14	2,746	0,073	1,876	0,424	1,605	0,061
21	4,3	0,451	3,230	0,661	2,642	0,486
28	5,267	0,511	3,613	0,427	3,298	0,267

D’après les résultats présentés dans le tableau, toutes les huiles présentent des valeurs initiales d’absorption K_{270} estimées à 0,917. On observe une augmentation du coefficient d’extinction durant la période de stockage à 60°C pour toutes les huiles étudiées. Cette évolution reflète la formation des produits secondaires d’oxydation et elle dépend de la nature de l’extrait et des coproduits ajoutés.

Après 7 jours de stockage, le coefficient K_{270} passe de 0,917 à 2,144 ; 1,715 et 1,634 respectivement pour les échantillons : Huile-Témoin, Huile+Polyphénols et Huile+Standard.

Au 14^{ème} jour de stockage, on constate qu'il y a une évolution lente et progressive des valeurs de l'indice d'extinction (K_{270}) pour les deux huiles étudiées (Huile+Polyphénols = 1,876 et Huile+Standard = 1,605) par rapport à (l'huile-témoin = 2,746).

Après 21 jours de stockage, les résultats obtenus ne montrent pas de grandes différences entre l'huile enrichie par les polyphénols et l'huile enrichie par le standard qui sont estimés à 3,230 et 2,642 respectivement. L'huile-Témoin signale une augmentation nettement plus rapide que les autres huiles enrichies avec une valeur de 4,3.

Après 28 jours de stockage, les huiles enrichies par les polyphénols et le standard ont atteint les valeurs de 3,613 et 3,298 respectivement. L'évolution la plus intense a été enregistrée pour l'huile-témoin, qui est passée de 4,3 à 5,267.

Les résultats de l'extinction spécifique des huiles enrichies par les composés phénoliques montrent que ces extraits augmentent la stabilité des huiles vis-à-vis de l'oxydation et réduisent la formation des produits secondaires de l'oxydation par rapport à l'huile non traitée. Nos résultats sont légèrement élevés par rapport aux résultats donnés par **Abdelaziz L. et al. (2015)**.

On peut conclure que notre étude confirme les résultats d'autres études ayant opté pour l'utilisation des antioxydants naturels à pouvoir antioxydant remarquable afin de mener une meilleure stabilisation des huiles végétales dont l'oxydation mène à la réduction de la qualité des huiles (**Gertz C et al., 2000 ; Warner K., 2002**). Ceci permet de mieux valoriser les produits d'origine naturelle et réduire l'utilisation des antioxydants synthétiques comme le butylhydroxytoluène (BHT) et tertbutylhydroxyanisole (BHA) ayant des effets négatifs sur la santé humaine (**Farag A.M. et al., 2003**).

Conclusion

L'huile d'olive est parmi les huiles les mieux appréciées grâce à sa valeur nutritionnelle et surtout ses effets bénéfiques pour la santé. La qualité d'huile d'olive est affectée par plusieurs facteurs comme la variété, les conditions de stockage, les pertes subies par l'huile d'olive au cours de sa fabrication d'où son enrichissement par des composés bioactifs des matrices végétales pour conserver et améliorer sa qualité.

Dans la présente étude, l'intérêt est donné à l'huile d'olive en étudiant d'une part ses paramètres de qualité et d'autre part sa stabilité oxydative durant le stockage après enrichissement par des polyphénols naturels.

A la lumière des résultats obtenus, il est possible de tirer les observations suivantes :

- ✚ La quantification des polyphénols totaux des feuilles de *Pistacia lentiscus* a révélé sa richesse en composés phénoliques.
- ✚ L'huile étudiée présente une acidité élevée qui ne respecte pas les normes établies par le C.O.I.
- ✚ L'huile analysée a un taux élevé de peroxyde qui n'est pas compris dans l'intervalle donné par le C.O.I
- ✚ Les résultats d'absorbances en UV (K_{270}) respectent les valeurs préconisées par la norme du C.O.I
- ✚ Les résultats d'absorbances en UV K_{232} ne sont pas conformes aux normes établies par le C.O.I

Malheureusement, nos résultats ont abouti à classer les huiles analysées en une mauvaise catégorie à savoir : lampante. Cette dégradation peut être expliquée par la qualité des olives (trop mûres, à cause d'une cueillette tardive, et sont souvent moisies, rances, à cause du non-respect de l'itinéraire de production approprié).

Cette étude a été une bonne occasion d'observer les modifications des paramètres de qualité d'huile pendant le stockage et d'évaluer leur utilité pour la détermination de la qualité de l'huile d'olive. Tous les paramètres (acidité, indice de peroxyde et K_{232} et K_{270}) semblent évoluer de manière positive en présence d'antioxydants par rapport à ceux de l'échantillon témoin.

Ces résultats permettent de conclure que l'enrichissement de l'huile d'olive avec la poudre des feuilles de *Pistacia Lentiscus* a relativement augmenté sa composition en antioxydants. Par conséquent, cette huile produite peut constituer un aliment fonctionnel potentiel par sa richesse en molécules bioactives naturelles.

Pour compléter notre étude il serait intéressant d'envisager d'autres aspects à savoir :

- ✚ Quantifier et identifier les composés phénoliques par des méthodes précises : HPLC...
- ✚ Améliorer sans cesse les conditions de production et de veiller à la qualité de l'huile d'olive pour une valorisation indispensable de celle-ci et pour une meilleure rentabilité de la production.
- ✚ Faire un enrichissement par d'autres méthodes innovantes à savoir les micro-ondes et méthodes conventionnelles pour s'assurer de la meilleure technique pouvant donner une meilleure qualité d'huile d'olive.
- ✚ Augmenter le nombre d'échantillon en effectuant des enrichissements avec d'autres concentrations (150 PPM, 200 PPM,... etc).

A

Abaza L, Msalem M, Daoud D, Zarrouk M. Caractérisation des huiles de sept variétés d'olivier tunisiennes. *Oléagineux Corps gras Lipides*. 2002; 9 (2): 9-174.

Abdelaziz L, Patrick M. Effets des polyphénols extraits à partir des tourteaux et feuilles de l'olivier (*Olea europaea L*) sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive. Université d'Artois. 2015 ; P7.

Achat S , Tomao V , Madani K , Chibane M , Elmaataoui M , Dangles O, Chemat F. Direct enrichment of olive oil in oleuropein by ultrasound-assisted maceration at laboratory and pilot plant scale. *Ultra sonicsson chemistry*. 2012 ; 19: 777-786.

Adida H, Benariba N, Bechiri A, Chekroun E, Djaziri R. Étude phytochimique et évaluation du pouvoir antiradicalaire des extraits de *Pituranthos scoparius*. *Phytothérapie*. 2016 ; 14(4), 207-212.

Afidol 2019 association Française Interprofessionnelle de l'Olive
<https://afidol.org/commercant/acidite-de-lhuile-dolive/>

AFIDOL. Association Française interprofessionnelle de l'olive. 2013
<http://www.huiletolive.fr> / [http:// www.afidol.org](http://www.afidol.org)

AFNOR Association Française de Normalisation. Corps gras d'origine animale et végétale. Détermination de l'indice de peroxyde. 2015 ; norme ISO 18321.

Aggoun-Arhab M. Caractérisation de la composition en micro-constituants des margines issues de la production oléicole et utilisabilité comme complément dans la ration chez la vache laitière. Thèse de doctorat. Université Frères Mentouri-Constantine. 2016 ; 209p.

AGROLIVA. Laboratoire international. Sfax, Tunisie, brochure. 2015.

Ahmidou O, Hammadi C. Guide du producteur de l'huile d'olive. Projet de développement du petit entrepreneuriat agro-industriel dans les zones périurbaines et rurales des régions prioritaires avec un accent sur les femmes au Maroc. 2007 ; 13-18.

Ait Saïd S. Stratégies adaptatives de deux espèces du genre *Pistacia* (*P. Lentiscus L.* et *P. Atlantica Desf.*) Aux conditions d'altitude, de salinité et d'aridité : approches morpho anatomiques, phytochimiques et ecophysiologiques. Doctorat en sciences biologiques, Université Mouloud Mammeri de TiziOuzou, Algérie. 2013 ; 160p.

Alba-Mendoza J. Séparation des phases solides et liquides (Analyse des différentes méthodes). Séminaire international sur les innovations scientifiques et leurs applications en oléiculture et oleotechnique, Florence, Conseil Oléicole International. 1999; 1-20.

Alves M P, Fernanda Q, Norberrto A.R.C, Morias. Rapport entre l'indice de maturation et les processus chimiques détermination des rendements et de la qualité de l'huile d'olive chez les variétés « Conserva De Elvas » et « Bial de Castelo Branco » *Olivae* 57. 1995.

Amanda L, Clark K. Effect of unsaturation in fatty acids on the binding and oxidation by myeloperoxidase: Ramifications for the initiation of atherosclerosis. *Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters*. 2010; 20: 5643–5648.

Amourettim C, Comet G. Le livre de l'olivier. Edisud. 2000; 191.

ANDO. Association nationale de la promotion et du développement de la filière oléiculture 2018.

Aouidi. Etude et valorisation des feuilles d'olivier *Olea europaea* dans l'industrie agroalimentaire. Thèse de doctorat en génie biologique. Université de Carthage (Tunisie). 2012 p 213.

Aparicio-Ruiz R, Gandul-Rojas B. Thermal degradation kinetics of neoxanthin, violaxanthin, and antheraxanthin in virgin olive oils. *Journal of agricultural and food chemistry*. 2012; 60(20): 5180-5191.

Atmani D ,Chaher N , Berboucha M , Ayouni K , Lounis H , Boudaoud H , Debbache N , Atmani D. Antioxydant Capacity and Phenol Content of Selecte Algerian Medicinal Plants, *J.Elsevier, Food Chemistry* . 2009; 112: 303–309.

B

Bampouli A ,Kyriakopoulou k, Papaefstathioub G ,Loulia V , Nektarios A ,Krokidaa M , Magoulas K. Evaluation of total antioxidant potential of *Pistacia lentiscus* var. chia leaves extracts using UHPLC-HRMS. *Journal of Food Engineering.* 2015; 167: PP. 25-31.

Basharat S. Le pouvoir antioxydant des additifs phytogéniques. BIOMIN Holding GmbH. Austria. 2015 ; pp 1-5.

Belfadel F. Huile de fruits de *Pistacia lentiscus*- Caractéristiques physicochimiques et effets biologiques (Effet cicatrisant chez le rat). Mémoire Magistère en chimie organique. 2009 ; 19-139.

Bellakhdar J. Le Maghreb à travers ses plantes: plantes, productions végétales et traditions au Maghreb. Editions le Fennec. Casablanca.2003.

Beltrán G, Aguilera MP, Del Rio C, Sanchez S, Martinez L. Influence of fruit ripening process on the natural antioxidant content of Hojiblanca virgin olive oils. *Food Chemistry.* 2005; 89: 207-215.

Ben Temime S, Taamalli W, Baccouri B, Abaza L, Daoud D, Zarrouk M. Changes in olive oil quality of chétoui variety according to origin of plantation. *Journal of Food Lipids* 2000 ; 13 88–99.

Benabid H. Caractérisation de l'huile d'olive algérienne apports des méthodes chimio métriques. (Institut de la nutrition, de l'alimentation et des technologies agro-alimentaires, inataa).2009.

Benbabis S, Clodoveo M, Rouina B, Boukhris M. Influence of irrigation with moderate saline water on “chemlali” extra virgin olive oil composition and quality. *Journal of food quality.* 2010; 33(2): 228-247.

Benlemlih M, Ghanam J. Polyphénols de l'huile d'olive trésors sante! 2éme édition augmenté imprimé en France (Nouvelle Imprimerie Laballery),1ER partie, chapitre1. Page 48. 2016 ; ISBN 978-2-87211-159-6.

Benosman R, Mamchaoui. Contribution au contrôle de qualité physicochimique d'échantillons d'huiles d'olives. Mémoire ing Bio. Université de Tlemcen.2005 ; p103.

Benrachou N. Etude des caractéristiques physicochimiques et de la composition biochimique d'huiles d'olive issues de trois cultivars de l'Est algérien. Thèse de doctorat. Université d'Annaba. 2013 ; 57-112 p.

Benyahia N, Zein K. Analyse des problèmes de l'industrie de l'huile d'olive et solutions récemment développées. Contribution spéciale de Sustainable Business Associates. 2003 ; 1-8.

Berra G, De Gasperi R. Qualité nutritionnelle de l'huile d'olive. En Congrès international sur la valeur biologique de l'huile d'olive - La Conea, Crète (Grèce), 8-12 septembre. 1980 ; p. 427.

Berset C. Antioxydants phénoliques, structure, propriétés et sources végétales, 265-290 in Sarni-Manchado P., Cheyner V. 2006. Les polyphénols en agroalimentaire, Lavoisier (Paris), Editions Tec et Doc. 2006 ; 398.

Besnard G, Berville A. Les Origines de l'Olivier (*Olea europaea* L.) et des oléastres. Ed. AITAE, AEP. 2005.

Bianchi G. Lipides and phenols in table olive. Journal Lipid Science Technology. 2003 ; 105 : 229-242.

Bisset S. Activité antioxydante et inhibitrice vis-à-vis de l'élastase d'extrait de polyphénols d'olive (*Olea europaea* L.) (Doctoral dissertation, Université de Setif). 2018.

Boskou D, Blekas G, Tsimidou M. Olive oil composition Dans Boskou D. Olive oil, chemistry and technology (2nd edition). Champaign Illinois: American oil chemists society 2006 ; p41-72.

Bouaziz M, Fki I, Jemai H, Ayadi M, Sayadi S. Effect of storage on refined and husk olive oils composition: Stabilization by addition of natural antioxidants from Chemlali olive leaves. *Food Chemistry*.2008 ; 108:253-262.

Bouhadjra K. Etude de l'effet des antioxydants naturels et de synthèse sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge. Thèse pour l'obtention du diplôme de magister. Université Mouloud Mammeri. Tizi-Ouzou. 2011.

Boulfane S, Maata N, Anouar A, Hilali S. Caractérisation physicochimique des huiles d'olive produites dans les huileries traditionnelles de la région de la Chaouia-Maroc. *Journal of Applied Biosciences*. 2015 ; 87 (1) : 8022–8029.

Boulkroune H. L'oléiculture en petite kabylie : améliorer la qualité du produit participe au développement durable de la filière. Thèse université Sétif. 2018; 14p.

Bozorgi M , Memariani Z, Mobli M, Salehi S, Shams-Ardekani M ,Rahimi R. Five *Pistacia* species (*P. vera*, *P. atlantica*, *P. terebinthus*, *P. khinjuk*, and *P. lentiscus*): a review of their traditional uses, phytochemistry, and pharmacology. *The Scientific World Journal*. 2013; P 33.

Budic-letoc I, Lovric T, Pezo I, Klujuzuric J.G. Study of dynamics of polyphenol extraction during traditional and advanced maceration processes of the basic grape variety. *Food Technology and Biotechnology*. (2005); 43(1): 47-53.

Burton G, Ingold K. Vitamin E: Application of the principles of physical organic Chemistry to the exploration of its structure and function. *Accounts of Chemical Research*. 1986 ; 19 pp 194-201.

C

ÇA Vusoglu A, Oktar A. les effets des facteurs agronomiques et des conditions de stockage avant la mouture sur la qualité de l'huile d'olive. *Olivae*. 1994 ; 52 :18-24.

Caponino F, Allogio V, Gomes T. Phenolic compounds of virgin olive oil: influence of paste preparation techniques. *Food Chemistry*.1999; 64: 203-209.

Cecchi T, De Marco C, Passamonti P, Pucciarelli F. Analytical definition of the quality of extra-virgin olive oil stored in polyethylene terephthalate bottles. *Journal of Food Lipid*.2006; 13: 251-258.

Charbonier A, Richard J. L'huile d'olive, aliment –santé, Ed, FrisonRoche, France. 1996 ; p 1000.

Charbonier A. Acquisitions récentes sur la valeur biologique de l'huile d'olive en France. In: 1° Congr.Nazionale di Terapia, 8-12 décembre, Rome, Italie. 1985; 27.

Charef M , Yousfi M, Saidi M , Stocker P. Determination of the Fatty Acid Composition of Acorn (*Quercus*), *Pistacia lentiscus* Seeds Growing in Algeria, Springerlink. 2008.

Chimi H, Ouaouich A. Guide du producteur de l'huile d'olive (Projet de développement du petit entrepreneuriat Agro-Industriel dans les zones périurbaines et rurale des régions prioritaires avec un accent sur les femmes au Maroc). 2007; UNIDO, PP 1-29.

Chimi H. Qualité des huiles d'olive au Maroc, enquête national et analyses au laboratoire. Transfert de technologie en agriculture. Bulletin mensuel d'information et de liaison du PNTTA. Département des sciences alimentaires et nutritionnelles IAV Hassan II, Rabat 2001.

Chimi H. Technologies d'extraction de l'huile d'olive et gestion de sa qualité. Bulletin mensuel d'information et de liaison du Programme National de Transfert de Technologie en Agriculture. 2006 ; 141: 1-4.

Cillard J, Cillard P. Mécanismes de la peroxydation lipidique et des anti-Oxydations. *Oleagineux, corps gras, lipides*. 2006 ; 13 (1), 24-29.

COI. Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. COI/T. 15 /NC n°3/Rév.8. 2015.

COI. CONSEIL OLÉICOLE INTERNATIONAL COI/T.15/NC N° 3/Rév. 14 Novembre 2019 <http://www.internationaloliveoil.org/>

De Stefano G , Piacquadio P , Servili M , Di Giovacchino L, Sciancalepore V. Effect of extraction systems on the phenolic composition of virgin olive oils. *Fett/Lipid*. 1999; 101 (9): 328-332.

Del Caro A , Vacca V , Poiana M , Fenu P, Piga A. Influence of technology, storage and exposure on components of extra virgin olive oil (Bosana cv) from whole and destined fruits. *Food chemistry*. 2006; 98: 311-316.

Dhifi W, Jelali N, Chaabani E. Chemical composition of Lentisk (*Pistacia lentiscus L.*) seed oil. *African Journal of Agricultural Research*. 2013; 8(16):1395-1400.

Di giovacchino L, Solinas M, Mccoli M. Effect of extractions ystem's on the quality of virgin olive oil. *Journal of American Oil Chemist's Society*. 1994 ; 71 (11) : 1189-1194.

Diallo D ,Sanogo R, Yasambou H, Traoré A, Coulibaly K, Maïga A. Étude des constituants des feuilles de *Ziziphus mauritiana* Lam. (Rhamnaceae), utilisées traditionnellement dans le traitement du diabète au Mali. *Comptes Rendus Chimie - C R CHIM*, 7.2004 ; 1073–1080.

Djerrou Z. Etude des effets pharmaco-toxicologique de plante médicinales d'Algérie : l'activité cicatrisante et innocuité de l'huile végétale de *Pistacia lentiscus L.* Thèse de Doctorat en sciences. Université Mentouri, Faculté des sciences de la nature et de la vie, Constantine. 2011 ; 156 p.

E

Elias L, Lezoul N. Impact de la durée du stockage des olives sur la qualité d'huile. Mémoire de fin d'étude. Université de Tizi-Ouzoup. 2017 ; 22.

Essiari M.R, Zouhair H. Contribution à l'étude de la typicité des huiles d'olive vierges produites dans la région de Sais (Maroc). *Journal officiel du Conseil oléicole international*. 2014 Édition française ; N° 119.

Eymard S. Mise en évidence et suivi de l'oxydation des lipides au cours de la conservation et de la transformation du chinchard (*Trachurus trachurus*) : choix des procédés. Thèse de DOCTORAT, UNIVERSITE DE NANTES. 2003 ; 30p.

F

Farag A.M, Skaar D, Nimick DA, Maconnell E, Hogstrand C. Characterizing aquatic health using salmonid mortality, physiology, and biomass estimates in streams with elevated concentrations of arsenic, cadmium, copper, lead, and zinc in the Boulder River watershed, Montana. *Transactions of the American Fisheries Society*. 2003; 132:450-467.

Farmer, Sutton. Peroxidation in relation to oleifenic structure. In: *Foods lipids chemistry, Nutrition and Biotechnology*. 2002; pp 470.

Fedli E. Technologie de production et de conservation de l'huile, encyclopédie mondiale de l'olivier. 1997; P 253-283.

Frankel E. Methode to determine extent of oxidation. *Lipid oxidation*. 1998 ; 79-98.

Fuhrer F, Limacher A, Mikle H, Truttmann M, Friedli R, Pasquier M, Pfefferli H, Schneller R, Gremaud G. Graisses comestibles, huiles comestibles et graisses émulsionnées. In : *Manuel suisse des denrées alimentaires*. 2005 ; 27 p.

G

Gallardo V, Munoz M, Ruiz M. Formulation of hydrogels and lipogels with vitamin E. *J. cosmet. Dermatol*. 2005 ; 4 :187-192.

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

Garcia-González D, Viera M, Tena N, Aparicio R. Evaluation of the methods based on triglycerides and sterols for the detection of hazelnut oil in olive oil. *Grasas y Aceites*. 2007; 58 (4): 344-350.

Gardeli C, Vassiliki P, Athanasios M, Theodosios T. Essential oil composition of *Pistacia lentiscus L.* and *Myrtus communis L.* Evaluation of antioxidant capacity of methanolic extracts. *Food Chemistry*. 2008; 107: 1120– 1130.

Gertz C, Klostermann S, Kochhar S. P. Testing and comparing oxidative stability of vegetable oil and fats at frying temperature. *European Journal of Lipid Science and Technology*. 2002 ; 102, 543-551.

Ghanbari R, Anwar F, Alkharfy K.M, Gilani A, Saari N. Valuable Nutrients and Functional Bioactive in Different Parts of Olive (*Olea europaea L.*). ISSN 1422-0067. *Int.J. Mol.Sci*, 2012 ; 13: 3291-3340p.

Gharby S, Harhar H, Bouzoubaâ Z, Elmadani N, Charrouf Z. The Effect of Storage Conditions and Roasting Kernels on Extra Virgin Argan Oil Quality. *J.Mater. Environ. Sci.*2015; 6. p254-263.

Gharby S, Harhar H, El Monfalouti H, Kartah BE, Maata N, Guillaume D, Charrouf Z, Med. J. Nutr. Metab. 5 (2012) 31–38.

Gharby S, Harhar H, Kartah B, Chafchaoui I, Bouzoubaâ Z, Guillaume D, Charrouf Z. Contrôle de la qualité de l'huile d'argan, Maroc. Actes du 2ème Congrès international de l'Arganier .Agadir, 9 - 11 décembre 2013.

Gharby S, Harhar H, Kartah B, El Monfalouti H, Haddad H, Charrouf Z. Les Technologies des Laboratoires.2011 ; 22 13-23.

Gharsallaoui M, Zaanouni N, Gasbi S. Study of variations in pomological characteristics of olive fruits following irrigation by treated wastewater (EUT) 2018; volume 52 page 6.

Ghelloudj M. Eude des Caractéristiques Physicochimiques de deux variétés de l'huile d'olive (*Chemlal* et *Tabelout*) Issue de la région de Biskra et l'évaluation de ses effets sur l'activité antibactériennes, mémoire master université de biskra. 2019; P16.

Gimeno E, Castellote A.I, Lamuela-Raventós R.M, De la Torre M.C, López-Sabater M.C. The effects of harvest and extraction methods on the antioxidant content (phenolics, atocopherol and b-carotent) in virgin olive oil. *Food Chemistry*. 2002; 78: 207-211.

Giuffrida D , Salvo F, Salvo A, La Pera L, Dugo G. Pigments composition in monovarietal virgin olive oils from various Sicilian olive varieties. *Food chemistry*. 2007; 101 (2):833-837.

Goli A, Barzeger M, sahari M. Antioxidant activity and total phenolic compounds of pistachio (*Pistachia vera*) hull extracts. *Food Chemistry*. 2005; 92:521-525.

Grati-Kamoun N, Khlif M. Caractérisation technologique des variétés d'olivier cultivées en Tunisie. *Revue Ezzaitouna*. 2001 ; Tunis page 54 / ISSN -0330-6828.

Guo L , Xie M , Yan A , Wan Y, Wu Y. Simultaneous determination of five synthetic antioxidants in edible vegetable oil by GC- MS analytical and bioanalytical and bioanalytical. *Chemistry*. 2006; 386(6): 1881-1887.

H

Haddada F.M, Krichène D, Manai H, Oueslati I, Daoud D, Zarrouk M. 2008. Analytical evaluation of six monovarietal virgin olive oils from Northern Tunisia. *European Journal of Lipid Science and Technology*. 2008; 110: 905-913.

Harhar H, Gharby S, Guillaume D, Charrouf Z. Eur. J. Lipid Sci. Technol. 112 (2010) 915-920.

Hasan H, Ibrahim H, Habib, Mariam H, Gonaïd I, Mojahidul. Comparative phytochemical and antimicrobial investigation of some plants growing in Al Jabal Al-Akhdar. *Journal of Natural Product and Plant Resources*. 2011 ; 1 (1):15-23.

Hebbache A, khireddine K. Etude de la stabilité oxydative de l'huile de table additionnée d'extraits phénoliques d'écorces de grenade et grains de raisins. Université A. MIRA – Bejaïa.2019. P33-38.

Hellal Z. Contribution à l'étude des propriétés antibactériennes et antioxydantes de certaines huiles essentielles extraites des Citrus. Application sur la sardine (*Sardina pilchardus*). Mémoire de Magister. Université Mouloud Mammeri De Tizi-Ouzou. 2011

Helme J, Chazon J, Perrin J. Les antioxydants, In : « Actifs et additifs en cosmétologie ». Technique & documentation. 1990.

Himour ép Cherrier S, Yahia A. Comportements biologique, physiologique, biochimique et l'activité biologique de quatre variétés d'olivier (*Olea europae L.*) dans l'Est Algérien (Doctoral dissertation, Université de Constantine).2018.

I

Iddir A. Etude comparative du comportement des huiles d'olive durant leur stockage. Influence du climat, l'altitude et la date de récolte. Thèse Université Mostaganem. 2020 ; p19.

Iserin P. Larousse Encyclopédie des plantes médicinales, Identification, Préparation, Soins. Dorling Kindersley Limited 2ème édition, Londres. 2001;p:10.

J

Jacotot B. Intérêt nutritionnel de la consommation de l'huile d'olive. OCL 4(5), 373-374. 1997.

Jeantet R, Croguennec T, Schuck P, Brulé G. Science des aliments. Ed. Tec & Doc. 2006, Vol.1, ISBN. 2-7430-0833- 4.p:197-223.

K

Kahouli I. Effet antioxydant d'extraits de plantes (*Laurus nobilis L.*, *Rosmarinus officinalis*, *Origanum majorana*, *Oléa Europea L.*) dans l'huile de canola chauffée. Maîtrise en génie agroalimentaire ; 2010.Université Laval, p 111.

Kebbi Y, Kadi M. Enrichissement de l'huile d'olive par les extraits de pelures de quelques légumes. Université A. MIRA – Béjaia. 2018 ; P43.

Kiritsakis A.K. Flavor Components of Olive Oil. Journal of American Oil Chemist's Society.1998; 75 (6): 673–681.

Kiritsakis K, Rodríguez-Pérez C, Gerasopoulos D, Segura-Carretero A. Olive oil enrichment in phenolic compounds during malaxation in the presence of olive leaves or olive mill wastewater extracts. European Journal of Lipid Science and Technology. 2017; 119(9): 1600425.

Koechlin RC. Oxygen, oxidative stress and antioxidant supplementation, or another way for nutrition in respiratory diseases. Nutr Clin Métabol. 2006; 20 :165-77.

Kordali S, Cakir A , Zengin H , Duru M. Antifungal activities of the leaves of three Pistacia species grown in turkey. Fitoterapia . 2003 ; 74 : PP.164-167.

Koutsaftakis A, Stefanoudaki E. L'extraction de l'huile par un décanteur à deux phases : résultats obtenus. Olivae. 1995 ; 56: 44-47.

L

Labdaoui D. impact socio-économique et environnemental du modèle d'extraction des huiles d'olives à deux phases et possibilité de sa diffusion dans la région de Bouira (Algérie) Thèse de magistère, université de Mostghanem. 2017 ; 161p

Labdaoui D. Impact socio-économique et environnemental du modèle d'extraction des huiles d'olives à deux phases et possibilités de sa diffusion dans la région de Bouira. 2016.

Laribi R. les composés phénoliques de quelque variété de l'huile d'olive algérienne : identification et propriétés. Thèse de doctorat en biochimie. 2015.

Lasmer M, Laribi A. Etude de l'activité antioxydante et enzymatique des extraits de la plante médicinale *Pistacia lentiscus*. Université Frères Mentouri Constantine 1. 2020 P43.

Lecerf, J.-M. Médecine des maladies Métaboliques 3(2011) 257-262.

Leger L. L'huile d'olive : sa place dans l'alimentation humaine. In : Lipides et corpsgras alimentaires. Ed. Technique et Documents. 2003 ; p.81-101.

Leone A, Romaniello R , Tamborrino A , Urbani S, Servili M , Amarillo M, Juliano P. Application of microwaves and megasonnd to olive paste in an industrial olive oil extraction plant: impact on virgin olive oil quality and composition. European Journal of Lipid Science and Technology. 2018; 120(1): 1700261.

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

Li H.B., Cheng K.W, Wong C.C, Fan K.W, Chen F, Tian Y. Evaluation of antioxidant capacity and total phenolic content of different fraction of selected microalgae. Food Chemistry.2007; 102, p771-776.

Littman A, Beresford S, White E. The association of dietary fat and plant foods with endometrial cancer (United States).Cancer Causes Control. 2001; 12(8): 691-702.

Lopez S, Bermudez B , Montserrat-de la Paz S, Jaramillo S, Varela L, Ortega-Gomez A, Muriana F. Membrane composition and dynamics: a target of bioactive virgin olive oil constituents. Biochimica et Biophysica Acta (BBA) Biomembranes. 2014 ; 1838(6) : 1638-1656.

Loussert R, Brousse G. L'olivier technique agricole et production méditerranéenne. Ed. Maisonneuve et larose, Paris. 1978; P 462.

M

Maatki N, Belkalem L, Hedjal M. Effet du mode d'extraction et de la date de récolte sur les caractéristiques de l'huile d'olive de la région de Drâa-El-Mizane. Université Mouloud MAMMARI de Tizi-Ouzou.2016 ; P52.

MADRPM. Ministère de l'Agriculture du Développement rural et des Pêches Maritimes 2006. Transfert de technologie en agriculture, technologie d'extraction de l'huile d'olive.

Magiatis P, Melliou E , Skaltsounis A, Chinou I , Mitaku S. Chemical composition and antimicrobial activity of the essential oils of *Pistacia lentiscus* var.chia. *Planta Med.* 1999; 65:749-751.

Mahdi S. Indices lipides et dosage des polyphénols dans différents échantillons d'huile d'olive.Université Abou-Bekr belkaid de tlemcen 2016.

Mania H. Variation de la composition de l'huile d'olive de quelques hybrides obtenus par croissance dirigés, économie. Ed science et techniques, olivae. 2006 ; N° 106. Pp17-31.

Manian R, Anusuya N, Siddhuraju P, Manian S. The antioxidant activity and free radical scavenging potential of two different solvent extracts of *Camellia sinensis* (L.) O. Kuntz, *Ficus bengalensis* L. and *Ficus racemosa* L. *Food Chemistry.* 2008 ; 107:1000-7.

Marc F. Méthodes d'évaluation du potentiel antioxydant dans les aliments. *Médecine / Science.* 2004 ; 20.

Martine A. Petit traité de l'huile d'olive. Edition Le Sureau. ISBN. 2011 ; 978-911328-67-1 : 85.

Martinez Suarez J M. Recientes estudios de la almazara experimental del instituto de la grasa. *Riv Ital delle Sostanze Grasse.*1973 ; 50: 325 330.

Meftah H, Laitrache H , Hamadi F , Hanine H, Zahir H , EL Louali I M. Comparaison des caractéristiques physicochimiques des huiles d'olives issus de différentes zones de la région Tadla Azilal (Maroc). Journal of Materials and Environmental Science.2014 ; 5 (2): 641-646.

Mehenni C , Atmani-Kilani D , Dumarcay S , Perrin D , Gérardin P, Atmani D . Hepatoprotective and antidiabetic effects of *Pistacia lentiscus* leaf and fruit extracts. Journal of food and drug analysis. 2016 ; 24: 653- 669.

Mezaour K. Evaluation de la qualité physico-chimique et organoleptique d'huiles d'olives vierges extra produites en Algérie durant la campagne oléicole 2017/2018.université mouloud mammeri tizi ouzou.2018 ;P48.

Mezni A, Khaldi A, Maaroufi L, Hamrouni M, Msallem M, Boussaid M, Khouja L. composition en acides gras et propriétés biologique de l'huile fixe des fruits de *pistacia lentiscus L.* 2012 ;

Mohagheghi-Samarin A, Poorazarang H, Hematyar N, Elhamirad A. Phenolics in Potato Peels. Extraction and Utilization as Natural Antioxidants.World Applied Sciences Journal.2012; 18 (2): 191-195.

Montpellier C. L'huile d'olive : intérêts alimentaire et cosmétique. Thèse université Aix marceille pharmacie 2019; P32.

Müller L, Gnoyke S, Popken A.M. V, Böhm V. Antioxidant capacity and related parameters of different fruit formulations. LWT - Food Science and Technology.2010 ; 43: 992-999.

Mushtaq A, Roobab U, Denoya G, Inam-Ur-Raheem M, Gullón B, Lorenzo J, Aadil R. Advances in green processing of seed oils using ultrasound-assisted extraction: A review. Journal of FoodProcessing and Preservation. 2020; e14740.

Nieves Criado M, Paz Romero M, Casanovas M, Motilva M. Pigment profile and color of monovarietal virgin olive oils from Arbequina cultivar obtained during two consecutive crop seasons *Food Chemistry*. 2008; 110: 873–880.

O

OCL .Oilseeds and fats, Crops and Lipids, Stabilité des huiles alimentaires au cours de leur stockage. 2012 ; 19(2) : 125–132.

https://www.ocljournal.org/articles/ocl/full_html/2012/02/ocl2012192p125/ocl2012192p125.html

Ollé M.Analyse des corps gras DGCCRF, Laboratoire interrégional de Montpellier France, Techniques de l'ingénieur. 2002 ; pp3325.

Osland R. Phytosterols in human nutrition. *Annual Review of Nutrition*. 2002 ; 22 : 533-549.

Ouaouich A, Chimi H. Guide de producteur de l'huile d'olive. Organisation des Nations Unies pour le développement industriel. Vienne.2007.

P

Pinatel C, Jacques A. Les huiles d'olive vierges françaises : évolution, état des lieux. *OCL* 2014; 21(5) D505.

Pintal C, petit C, Ollivier D, Artaud J. outil pour l'amélioration organoleptique des huiles d'olive vierges .oléagineux, corps Gars, Lipides.2004 ; 11 (3) :217-222.

Pokorny J. Problème de stabilité des produits alimentaires liés à la présence des lipides. *Lipides et corps gras alimentaires*. Paris : Technique et documentation, Lavoisier. 2003 ; 147-87.

Polese J.M. Arbres & Arbustes de Méditerranée. Ed : Edisud. 2010 ; 85 p.

R

Rahmani M. Méthodes d'évaluation de la stabilité oxydative des lipides. Les techniques de laboratoire. 2007; 2: 18-12.

Reboredo-Rodríguez P, Figueiredo-González M, González-Barreiro C , Simal-Gándara, J , Salvador, M, Cancho-Grande, B , Fréгатage G. State of the art on functional virgin olive oils enriched with bioactive compounds and their properties. International Journal of Molecular Sciences. 2017; 18(3): 668.

Remila S, Atmani K, Delemasure S ,Connat L ,Azib L, Richard T ,Atmani D. Antioxydant, cytoprotective, anti-inflammatoire and anticancer activities of *Pistacia lentiscus* (Anacardiaceae) leaf and fruit extracts. European Journal of Integrative Medicine. 2015 ; 7 (3) : 274-286.

Rice E. Structure-antioxydant activity relationships of flavonoids and phenolic acids. Free Radical Biol Med. 1996 ; 20:933–956.

Rolland Y. Antioxydants naturels végétaux. 2004 ; OCL. 11 N°6.

Romani P, Pinelli C, Galardi N , Mulinacci M , Tattini. Identification and quantification of galloyl derivatives, flavonoid glycosides and anthocyanins in leaves of *Pistacia Lentiscus* L. Phytochemical Analysis. 2002; 13 (2) : 79-86.

Ryan D, Robards K. Critical Review. Phenolic compounds in olives. Analyst. 1998 ; 123(5) : 31R-44R.

S

Sabine J, Martine C, Jean-Luc V, Gilles N. L'oxydation des produits carnés : Méthodes de mesure et moyens de maîtrise. Institut du porc. 2012 ; 1P.

Salvador M. D, Aranda F, Gomez-Alonso S, Fregapane G. Food Chemistry. 2003 ; 359-366.

Samaniego-Sanchez C, Quesada-Granados J, Lopez-Garcia H, De La Serrana M, Lopez-Martinez J. Beta-Carotene, squalène and waxes determined by chromatographic method in Picual extra virgin olive oil obtained by a new cold extraction system. *Journal of Food Composition and Analysis*. 2010; 23: 671–676.

Sanchez V, Priego-Capote F, Jimenez-Ot C, Luque de Castro M. Quality and stability of edible oils enriched with hydrophilic antioxidants from the olive tree: the role of enrichment extracts and lipid composition. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*. 2011; 59: 11432-11441.

Sawadogo I, Koala M, Dabire C, Ouattara L. P, Bazie V. B. E. J. T, Hema A, Nebie R. H. Etude de l'influence des modes de transformation sur les teneurs en lycopène de quatre variétés de tomates de la région du nord du Burkina Faso. *International Journal of Biological and Chemical Sciences* .2015 ; 9(1), 362-370.

Schmidt S, Pokorony J. Potentiel application of oil seeds as sources of antioxidants for food lipids. a review *Journal of Food Science*. 2005 ; 23 : 93-102.

Schuhmacher A, reichling. Les plantes médicinales. Solor, 2003 p 2276-2277.

Sidhoum M. Contribution à l'étude pédologique et génétique de quelques variétés de l'olivier dans la wilaya de Tlemcen. *Mém. Mag. Univ. Tlemcen*. 2011 ; 144.

Slam-Gaouar M. Bioécologie de la mouche de l'olive *Bactrocera oleae* (Gmel) et de sa microflore associée en vue d'une proposition de lutte intégrée. *Mag. En biologie*, Université de Tlemcen, Algérie.2004.

SNIMA: Service de normalisation industrielle. Corps gras d'origine animale et végétale- Huiles d'argan. Spécifications, Norme Marocaine NM. 2003 ; 08.5.090. Rabat (Morocco).

Spigno G, Tramelli L, Faveri D.M. Effects of extraction time, temperature and solvent on concentration and antioxidant activity of grape marc phenolics. *Journal of Food Engineering*. (2007) ; 81,200-208.

T

Tanouti K, Serghini-Caid H, Chaieb E, Benali A, Harkous M, Elamrani A. Amélioration qualitative d'huiles d'olive produites dans le Maroc Oriental Quality Improvement of Olive Oils Produced In The Eastern Morocco. Les technologies de laboratoire. 2011 ; 6, 22-26.

Taticchi A, Selvaggini R, Esposito S, Sordini B, Veneziani G, Servili M. Physicochemical characterization of virgin olive oil obtained using an ultrasound-assisted extraction at an industrial scale: Influence of olive maturity index and malaxation time. Food chemistry. 2019; 289:7-15.

Trichopoulou A, Lagiou P, Kuper H, Trichopoulos D. Cancer and Mediterranean dietary traditions. Department of Hygiene and Epidemiology. University of Athens Medical School, Greece. Cancer Epidemiol Biomarkers. 2000 ; 9 : 869-873.

Tsagariki E, Harris N, Lazarides B, Konstantionos P. Olive mill waste water treatment. Ed. Springer link. 2007; 133-157.

V

Vaya J, Mahmood S. Flavonoid content in leaf extracts of the fig (*Ficus carica*L.), carob (*Ceratonia siliqua L.*) and pistachio (*Pistacia lentiscus L.*). Natural Medicinal, 2006; 28(3-4): 169-75.

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

Velleit S. Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : Entre Tradition et Innovation. Mémoire de doctorat. Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse, 2010 ; 160.

Villar A, Sanz M, Paya M. Hypotensive Effect of *Pistacia lentiscus L.* International Journal of Crude Drug Research. 1987; 25: 1-3.

W

Warner K. Chemistry of frying fats. In: Akoh CC and Min D.B. (eds). 2002 ; 104.

Etude de la stabilité oxydative d'une huile d'olive après enrichissement par les polyphénols des feuilles de lentisque

Résumé :

L'huile d'olive « l'or vert » est un ingrédient d'exception qui opère une véritable fascination, elle est considérée comme protectrice contre toutes les altérations du stress oxydatif.

Ce présent travail a été mené en vue de la détermination des indices de qualité de l'huile brute, et l'extraction des composés phénoliques contenus dans les feuilles de *Pistacia lentiscus* par méthode de macération. Ces derniers sont incorporés dans l'huile d'olive afin d'étudier sa stabilité oxydative.

L'analyse quantitative des polyphénols totaux par la méthode de Folin-Ciocalteu a révélé une teneur considérable dans l'extrait des feuilles (147,52 µg.EAG/mg d'extrait).

Après l'extraction de l'huile d'olive, des analyses des paramètres de qualité ont été réalisées : l'acidité libre, l'indice de peroxyde et les coefficients d'extinction (K_{232} , K_{270}). Les valeurs obtenues sont les suivantes: l'indice d'acidité (3,5%), l'indice de peroxyde (32,5 méq.O₂/Kg), K_{232} (2,817) et K_{270} (0,917). Ces résultats permettent de classer notre échantillon en huile d'olive lampante et confirment que les conditions de récolte, de trituration et de stockage des huiles d'olive influent sur la qualité de l'huile produite.

La stabilité oxydative est évaluée en réalisant un stockage de 28 jours dans l'étuve à une température de 60°C. L'évolution de l'état d'oxydation a été mesurée par l'indice de peroxyde, l'acidité, et l'extinction spécifique (K_{232} et K_{270}) pour trois types d'huiles : l'huile témoin (sans additifs), l'huile enrichie à une concentration de 100 ppm de polyphénols et l'huile enrichie à une concentration de 100 ppm d' α -tocophérols (standard).

Les résultats ont montré que tous les échantillons d'huiles contenant des antioxydants ont subi une détérioration oxydative moins accentuée que celle du témoin. Cela prouve que l'enrichissement de l'huile d'olive lui procure une meilleure stabilité oxydative.

Les résultats de cette étude marquent l'intérêt accordé aux antioxydants naturels qui peuvent remplacer les produits synthétiques dont les effets indésirables sur la santé ont été signalés.

Mots clés : *Pistacia lentiscus*, Huile d'olive, Polyphénols, Indice d'Acidité, Indice de Peroxyde, coefficient d'extinction, humidité, stabilité oxydative, enrichissement, stress oxydatif, macération.

Study of the oxidative stability of olive oil after enrichment with polyphenols in
lentisk leaves

Abstract:

The olive oil «green gold» is an exceptional ingredient that operates a real fascination, it is considered as protective against all alterations of oxidative stress.

This work was carried out in order to determine the quality indices of the crude oil and to extract the phenolic compounds contained in the leaves of *Pistacia lentiscus* by maceration method. These are incorporated into olive oil to study its oxidative stability.

Quantitative analysis of total polyphenols using the Folin-Ciocalteu method revealed considerable content in leaf extract (147.52 µg.EAG/mg extract).

After the extraction of the olive oil, analyses of the quality parameters were carried out: free acidity, peroxide index and extinction coefficients (K_{232} , K_{270}). The values obtained are the following: the acidity index (3.5%), the peroxide index (32.5 meq.O₂/Kg), K_{232} (2.817) and K_{270} (0.917).

These results make it possible to classify our sample into lampante olive oil and confirm that the conditions of harvesting, crushing and storage of olive oils affect the quality of the oil produced.

The oxidative stability is evaluated by carrying out storage of 28 days in the oven at a temperature of 60°C. The evolution of the oxidation state was measured by the peroxide index, the acidity, and the specific extinction (K_{232} and K_{270}) for three types of oils: the witness oil (without additives), oil enriched at 100 ppm polyphenols and oil enriched at 100 ppm α -tocopherols (standard).

The results showed that all oil samples containing antioxidants had less oxidative deterioration than the witness. This proves that the enrichment of olive oil gives it a better oxidative stability.

The results of this study indicate an interest in natural antioxidants that can replace synthetic products with reported adverse health effects.

Keywords: *Pistacia lentiscus*, Olive oil, Polyphenols, Acidity Index, Peroxide Index, extinction coefficient, moisture, oxidative stability, enrichment, oxidative stress, and maceration.

الملخص

زيت الزيتون "الذهب الأخضر" هو عنصر استثنائي له سحر حقيقي ، فهو يحمي من جميع التغيرات في الإجهاد التأكسدي

تم تنفيذ هذا العمل بهدف تحديد مؤشرات جودة الزيت الخام ، واستخلاص المركبات الفينولية الموجودة في أوراق *Pistacia lentiscus* بطريقة النقع. يتم دمجها في زيت الزيتون لدراسة استقراره التأكسدي.

كشف التحليل الكمي لمجموع البولىفينول بطريقة Folin-Ciocalteu عن محتوى كبير في مستخلص الأوراق (147.52 ميكروغرام / mg EAG).

بعد استخلاص زيت الزيتون تم إجراء تحليلات لمعايير الجودة: الحموضة الحرة ، ومؤشر البيروكسيد ومعاملات الانقراض (K_{270} ، K_{232}). القيم التي تم الحصول عليها هي كالتالي: الرقم الحمضي (3.5٪) ، مؤشر البيروكسيد (32.5 ، O_2 / كغ) ، (K_{232} (2.817) و (K_{270} (0.917)). تسمح لنا هذه النتائج بتصنيف عينتنا على أنها زيت زيتون لامع وتأكيد أن ظروف حصاد زيت الزيتون وسحقه وتخزينه تؤثر على جودة الزيت المنتج.

يتم تقييم الثبات التأكسدي عن طريق تخزينه لمدة 28 يومًا في الفرن عند درجة حرارة 60 درجة مئوية. تم قياس تطور حالة الأكسدة من خلال مؤشر البيروكسيد والحموضة والانقراض النوعي (K_{270} و K_{232}) لثلاثة أنواع من الزيوت: زيت التحكم (بدون إضافات) والزيت المخصب بتركيز 100 جزء في المليون من مادة البولىفينول والزيت المخصب في تركيز 100 جزء في المليون من α -tocopherols (قياسي).

أظهرت النتائج أن جميع عينات الزيت المحتوية على مضادات الأكسدة خضعت لتلف تأكسدي أقل وضوحًا من العينة الضابطة. هذا يثبت أن إثراء زيت الزيتون يمنحه ثباتًا أكسديًا أفضل.

تسلط نتائج هذه الدراسة الضوء على الاهتمام بمضادات الأكسدة الطبيعية التي يمكن أن تحل محل المنتجات الاصطناعية ذات الآثار الصحية الضارة المبلغ عنها.

الكلمات المفتاحية: *Pistacia lentiscus*, مؤشر البيروكسيد, زيت زيتون, معامل الانقراض, الرطوبة, الثبات المؤكسد, التخصيب, الإجهاد المؤكسد, البولىفينول, الحرق.

Année universitaire : 2020 - 2021

Présenté par : **BENMOUNAH Meroua**
KHADRI Reyane

Mémoire de fin de cycle pour l'obtention de diplôme de Master en Biochimie

Thème : Etude de la stabilité oxydative d'une huile d'olive après enrichissement par les polyphénols des feuilles de lentisque

Résumé :

L'huile d'olive « l'or vert » est un ingrédient d'exception qui opère une véritable fascination, elle est considérée comme protectrice contre toutes les altérations du stress oxydatif.

Ce présent travail a été mené en vue de la détermination des indices de qualité de l'huile brute, et l'extraction des composés phénoliques contenus dans les feuilles de *Pistacia lentiscus* par méthode de macération. Ces derniers sont incorporés dans l'huile d'olive afin d'étudier sa stabilité oxydative.

L'analyse quantitative des polyphénols totaux par la méthode de Folin-Ciocalteu a révélé une teneur considérable dans l'extrait des feuilles (147,52 µg.EAG/mg d'extrait).

Après l'extraction de l'huile d'olive, des analyses des paramètres de qualité ont été réalisées : l'acidité libre, l'indice de peroxyde et les coefficients d'extinction (K_{232} , K_{270}). Les valeurs obtenues sont les suivantes: l'indice d'acidité (3,5%), l'indice de peroxyde (32,5 méq.O₂/Kg), K_{232} (2,817) et K_{270} (0,917). Ces résultats permettent de classer notre échantillon en huile d'olive lampante et confirment que les conditions de récolte, de trituration et de stockage des huiles d'olive influent sur la qualité de l'huile produite.

La stabilité oxydative est évaluée en réalisant un stockage de 28 jours dans l'étuve à une température de 60°C. L'évolution de l'état d'oxydation a été mesurée par l'indice de peroxyde, l'acidité, et l'extinction spécifique (K_{232} et K_{270}) pour trois types d'huiles : l'huile témoin (sans additifs), l'huile enrichie à une concentration de 100 ppm de polyphénols et l'huile enrichie à une concentration de 100 ppm d' α -tocophérols (standard).

Les résultats ont montré que tous les échantillons d'huiles contenant des antioxydants ont subi une détérioration oxydative moins accentuée que celle du témoin. Cela prouve que l'enrichissement de l'huile d'olive lui procure une meilleure stabilité oxydative.

Les résultats de cette étude marquent l'intérêt accordé aux antioxydants naturels qui peuvent remplacer les produits synthétiques dont les effets indésirables sur la santé ont été signalés.

Mots-clefs : *Pistacia lentiscus*, Huile d'olive, Polyphénols, Indice d'Acidité, Indice de Peroxyde, coefficient d'extinction, humidité, stabilité oxydative, enrichissement, stress oxydatif, macération.

Laboratoires de recherche : laboratoire de biochimie (RDC) et laboratoire d'obtention de substances thérapeutiques (LOST). (Université des Frères Mentouri, Constantine 1).

Présidente du jury : MAAMERI ZINEB (MCA – UFM Constantine 1).

Rapporteur : MOUSSAOUI Samira (MCB – UFM Constantine 1).

Examinatrice : GUENDOZ Assia (MCB – UFM Constantine 1).