

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE
جامعة عمّار ثليجي بالأغواط
UNIVERSITE AMAR TELIDJI LAGHOUAT
كلية العلوم
FACULTE DES SCIENCES
قسم علوم المادة
DEPARTEMENT Sciences de la Matière



Mémoire de Master

Domaine : Sciences de la Matière
Filière : Chimie
Option : Chimie Organique appliquée

Par :
M^{lle}. MECHRAOUI Ibtissam
M^{lle}. GUELLOUZA Rym

THEME

Influence de la date de récolte sur la composition chimique et l'activité antiradicalaire des extraits lipidiques et phénoliques des olives (Laghouat).

Soutenu publiquement devant le jury composé de :

M^{me}. HAMIA Chahrazed

MCB

Présidente

Mr. GUENANE Hamid

MCB

Examineur

Mr. YOUSFI Mohamed

Pr

Promoteur

Année Universitaire 2019/2020

Remerciement

Nous tenons tout d'abord à remercier Dieu le tout puissant et miséricordieux, pour la force et la patience d'avoir pu accomplir ce Modeste travail.

*En second lieu, nous tenons à remercier notre promoteur **Pr YOUSFIMOHAMED** pour l'orientation, la confiance, la patience qui ont constitué un apport considérable sans lequel ce travail n'aurait pas pu être mené au bon port. Vous avez su apprécier avec justesse nos difficultés et apaiser nos doutes en proposant sans imposer, merci infiniment. Nous avons eu beaucoup de plaisir à travailler à vos côtés.*

*Nos remerciements vont également aux Membres du jury **Mr. GUENANE Hamid** et **HAMIA Chahrazed** pour avoir accepté d'examiner notre travail et de l'enrichir par leurs propositions.*

*Nous remercions aussi le chercheur de laboratoire des sciences fondamentales **Mr.HARRATH Mohamed**, pour sa disponibilité, ses conseils précieux et avisés, son soutien inestimable et sa générosité exceptionnelle.*

Enfin, nous remercions nos amis et camarades de promotion pour ces années passées ensemble, dans les meilleurs moments comme dans les pires. Rien jamais n'efface les joyeux moments que nous avons vécus. Merci pour les encouragements.

Dédicace

À mes très chers parents

*À l'homme qui a souffert sans me laisser souffrir : mon cher **père**, Ma plus grande source d'inspiration aura été votre amour, et votre grande attention qui n'ont cessé de me donner le sourire et m'ont poussé à continuer, en gardant la tête haute lorsque j'ai traversé des moments difficiles.*

Aucune dédicace ne saurait exprimer mon respect, mon amour éternel et ma considération pour les sacrifices que vous avez consenti pour mon instruction et mon bien être.

*À celle qui s'est sacrifiée pour mon bonheur et ma réussite, le symbole de tendresse, à ma **mère**, merci maman pour votre dévouement, votre patience, et tous les bonnes qualités humaines qu'elle représente pour moi. Ce travail, est le fruit de vos efforts.*

*À la mémoire de **ma grande mère** et **mon grand-père** paternel.*

A ma grande mère maternelle et tous les membres de ma famille pour leur soutien et leurs prières tout au long de mes études.

*À tous mes proches et tous ceux que j'aime sans oublier mon binôme **Rym** pour son soutien inconditionnel dans les moments difficiles. Merci à tous pour les encouragements que vous avez toujours sus me prodiguer.*

Mechraoui Ibtissam

Dédicace

Je dédie ce modeste travail aux êtres qui me sont les plus chers,

*A mon cher **père**, mon précieux offre Dieu, à qui je dois ma vie, ma réussite et tout mon respect*

*A mon adorable **mère** qui n'a jamais cessé, de formuler des prières à mon égard, de me soutenir et de m'épauler pour que je puisse atteindre mes objectifs.*

A mes chers frères et ma sœur.

A toute ma famille et à tous mes chers amis qui m'ont accordé leur soutien dans les instants les plus difficiles.

A la mémoire de mon grand-père paternel disparu trop tôt que le bon dieu le plus puissant,

L'ai en sa sainte miséricorde !

*A mon binôme et ma chère copine **Ibtissam**, pour son entente, sa sympathie et ses efforts au cour de la réalisation de ce travail, que Dieu te garde et te protège. Merci infiniment.*

Et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin, je vous dis merci infiniment.

Guellouza Rym

Liste des figures

Figure 1: Etapes de la préparation et l'extraction d'un échantillon d'olive.....	8
Figure 2: Réduction du radical libre DPPH·	15
Figure 3 : Courbe d'étalonnage de l' α -tocophérol(V.E).....	19
Figure 4: Courbe d'étalonnage de de β -sitostérol.....	21
Figure 5 : Courbe d'étalonnage de β -carotène	22
Figure 6: Courbe d'étalonnage d'acide gallique.....	27
Figure 7: Courbe d'étalonnage de la quercétine	28
Figure 8: Courbes d'étalonnages de l'inhibition du DPPH par les vitamines E et C.....	29
Figure 9: Courbes des pourcentages du pouvoir inhibiteur de DPPH par les vitamines E et C	30

Liste des tableaux

Tableau 1 : composition chimique du fruit de l'olivier.	3
Tableau 2 : produits chimiques et solvants utilisés.	7
Tableau 3 : le rendement et la masse des olives en fonction de la maturation.	18
Tableau 4 : Teneurs en tocophérols, stérols, caroténoïdes (mg/g d'huile) durant la maturation.	22
Tableau 5 : l'indice d'acidité d'huile d'olive au cours la maturation.	23
Tableau 6 : Composition et teneur en acides gras d'huile d'olive %.	25
Tableau 7 : Teneurs des extraits de AE, teneur en phénols et flavonoïdes mg/g.	26
Tableau 8 : Les valeurs des VEEAC et VCEAC en $\mu\text{M/g}$ des extraits lipidique et phénoliques.	30
Tableau 9 : Concentration des extraits et des vitamines E/C, pouvoir inhibiteur et le rapport ($C_E/C_{VE/C}$) des extraits lipidiques et phénoliques	31
Tableau10 : Corrélation entre les tocophérols, stérols, caroténoïdes, VEEAC, phénols, flavonoïdes et VCEAC	32

Liste des abréviations

AG	Acide gras.
AGL	Acide gras libre.
AGM	Acide gras mono insaturé.
AGPI	Acide gras poly insaturé.
AGS	Acide gras saturé.
βC	Beta carotène.
C_E	Concentration de l'extrait.
C_{Vc}	Concentration de la vitamine C.
C_{VE}	Concentration de la vitamine E.
C_{PT}	Concentration des composés phénoliques.
EAG	Equivalent en acide gallique.
EβC	Equivalent en beta carotène.
EC₅₀	Concentration efficacemédiane.
ES	Equivalent en stérol.
EQ	Equivalent en quercétine.
EVE	Équivalent-en en vitamine E.
PI	Pouvoir inhibiteur.
Q	Quercétine.
T	Tonne
UE	Union européenne.
UV-VIS	Ultra-violet-visible.
VC	Vitamine C.
VE	Vitamine E.
VECAC	Capacité antioxydante équivalent en vitamine C (Vitamin C equivalent antioxidant capacity).
VEEAC	Capacité antioxydante équivalent en vitamine (Vitamin C equivalent antioxidant capacity).

III.3.3. Dosage des caroténoïdes totaux.....	21
III.4. Indice d'acidité	23
III.5. La composition en acides gras	24
III.6. Quantification des Composés phénoliques dans les tourteaux.....	25
III.6.1. Teneurs des extraits bruts	26
III.6.2. Dosage des phénols totaux par réactif Folin-Ciocalteu.....	26
III.6.3. Dosage des flavonoïdes	27
III.7. Evaluation de l'activité antiradicalaire	28
IV. Conclusion générale.....	34
Références bibliographique.....	37

Annexes

Introduction général

L'olivier est un arbre typiquement méditerranéen se présente sous la forme d'arbustes ou d'arbres pouvant atteindre 10 mètres de haut ; est un arbre polymorphe, de taille moyenne. Très rameux, au bois dur et dense, à l'écorce brune crevassée, vie très longtemps. Il s'adapte aux conditions extrêmes de l'environnement, mais exige une intensité lumineuse importante et un sol aéré [1].

L'olivier est classé dans la famille des oléacées où l'on rencontre aussi le frêne et le lilas. Le genre est appelé *Olea* et comporte 30 espèces différentes réparties sur la surface du globe, l'espèce qui est cultivée dans le bassin méditerranéen est l'*Olea europea* [2].

L'olivier est une source de bienfait. Ainsi le Coran a cité l'olive et son huile pour attirer l'attention de l'humanité grâce à leur importance dans la nutrition et la santé. Cet arbre sacré et son huile ont été utilisés depuis l'antiquité en alimentation, en thérapie et en cosmétique.

L'huile d'olive est le produit méditerranéen par excellence. Si elle est un produit intéressant d'un point de vue nutritionnel c'est tout d'abord pour sa composition en acides gras, particulièrement l'acide oléique. En effet elle est largement insaturée et contient une petite partie d'acides gras essentiels. Outre cette composition particulière en acides gras, l'huile d'olive est surtout intéressante pour ses composés minoritaires tels que les polyphénols. L'intérêt nutritionnel de ces composés phénoliques réside dans leur forte capacité antioxydante qui pourrait prévenir ou ralentir l'apparition de certaines maladies dégénératives ainsi que les maladies cardiovasculaires car ils piègent les radicaux libres et par conséquent protègent le corps humain [3], elle est aussi retrouvée dans de nombreux produits de soins cosmétiques et largement utilisée comme excipient dans les produits cosmétiques. On la retrouve dans de nombreuses formulations de savons, crèmes, pommades, laits ou huiles où elle joue un rôle d'inducteur de pénétration [4].

L'olivier a suscité un intérêt particulier pour l'étude de la composition de son huile qui provient uniquement du fruit de l'olivier (l'olive) et de sa feuille [4]. L'olive est riche en eau (40-45 %), en glucides (10-20 %) et en lipides qui représentent environ 30 % du fruit mûr [1]. Pour les autres constituants chimiques du fruit de l'olivier, ils sont résumés dans le tableau 1 :

Tableau 1 : composition chimique du fruit de l'olivier [1].

Fruit d'olive	
Fraction saponifiable	Fraction insaponifiable(teneur/100 g) :
Acide palmitique 7,5-20 %,	Hydrocarbures dont le squalène : 300-700 mg
Acide palmitoléique 0,3-3,5	Stérols dont le β -sitostérol : 70-90 mg
Acide stéarique 0,5-5,0 %	Alcools triterpéniques : 100-300 mg
Acide oléique 55-83 %	α -tocophérol 4-13 mg,
Acide linoléique 3,5-21,0 %	β -tocophérol : 1-2 mg
Acide α -linoléique $\leq 0,9$ %	Composés phénoliques : 50 mg dont hydroxytyrosol 0,01-1 mg et tyrosol

La zone naturelle de répartition géographique de l'olivier dans le monde se situe principalement entre le 26 et 45 degré de latitude nord et sud, ce qui explique son introduction avec succès en Chine, au Japon, aux Etats Unis (Californie), et au Mexique pour L'hémisphère nord, en Australie, en Afrique du Sud et dans divers pays de l'Amérique du Sud pour l'hémisphère Sud [5]. Selon les données officielles des pays et les estimations du secrétariat exécutif du conseil oléicole international (COI), la consommation mondiale pourrait atteindre 3.094.000 tonnes lors de la campagne 2019/2020 (voir l'annexe).

Le commerce d'huile d'olive et d'huile de grignons d'olive au cours des quatre premiers mois (octobre 2019 - janvier 2020) de la campagne en cours sur les 8 marchés présentés dans le tableau ci-dessous montre une augmentation de 22% au Brésil, de 6% en Chine et de 4% au Japon, au Canada et en Russie. En revanche, les importations diminuent de 6% en Australie et de 9% aux États-Unis par rapport à la même période de la campagne précédente. En ce qui concerne les échanges de l'Union Européenne (UE) au cours des trois premiers mois de la campagne actuelle (octobre 2019 - décembre 2019), les achats intra-UE ont augmenté de 17% et les importations extra-UE ont diminué de 10% par rapport à la même période de la campagne précédente [6](voir l'annexe).

En Algérie la culture d'olivier un rôle majeur sur l'économie algérienne. Il constitue l'une des principales espèces fruitières plantées en Algérie. Elle se répartit pratiquement dans

toutes les régions du pays. Dernièrement la culture de l'olivier s'est installée dans plusieurs zones du Sud du pays.

A travers les régions sahariennes (10 Wilayas du Sud). La wilaya de Biskra occupe le premier rang avec une superficie de 4245 ha soit 33 % de la superficie totale du Sud consacré à l'olivier, la wilaya d'El Oued en deuxième position avec une superficie de 3000 ha (23%) et la wilaya de Laghouat en troisième position avec une superficie de 2082 ha (16%) [7].

Selon les données du COI (mars 2018) : Avec une production d'environ 80 000 tonnes d'huile d'olive en 2017/2018, soit une augmentation de 27 % par rapport à la campagne antérieure, l'Algérie est le troisième pays producteur d'huile d'olive d'Afrique du Nord. Sa superficie consacrée à la culture des oliviers est de 500 000 hectares, dont 150 000 sont cultivés en régime irrigué [8]. La consommation d'huile d'olive aux niveaux national et mondial a été mentionnée dans l'annexe.

L'olive, qui est un fruit exposé à l'air, est obligé de se défendre vis à vis de l'oxygène et doit par conséquent synthétiser une plus grande quantité de substances antioxydantes (oleuropéine, ligstroside...), que l'on retrouve par la suite dans l'huile dont elle est extraite. Les principaux antioxydants de l'huile d'olive sont des dérivés de l'oleuropéine et du ligstroside et font donc partie de la classe des composés phénoliques (l'enzyme β -glucosidase hydrolyse l'oleuropéine pour produire l'aglycone. Ces composés vont permettre une bonne conservation d'huile d'olive dans le temps puisque ces molécules ainsi que le tocophérol vont prévenir son oxydation [1, 3].

L'activité antioxydante est évaluée par la capacité des antioxydants à retarder au maximum l'oxydation. Dans le cas de l'huile d'olive, une multitude de méthodes est employée tel que : l'indice de peroxyde, les substances réactives d'acide thio-barbiturique (TBARS), la teneur en acides gras libres, 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle (DPPH) et 2,2'-azino-bis (3-éthylbenzothiazoline-6-sulphonique acide) (ABTS) [9].

La maturation de l'olive se fait en plusieurs étapes selon les saisons : la floraison a lieu au mois d'avril à juin ; la nouaison a lieu de juin à août et correspond à la phase initiale de la formation d'olive qui devient charnue ; la véraison a lieu de septembre à novembre (l'olive passe du vert au violet pour devenir noire. C'est lors de cette étape que les acides gras et les sucres des fruits se transforment en huile, c'est la lipogénèse); la cueillette a lieu de septembre à février [4].

La qualité d'huile d'olive est influencée par plusieurs facteurs parmi lesquels : le cultivar et le stade de maturation, dont le stade de maturité le principal facteur déterminant la qualité et la quantité d'huile. Durant la maturation, plusieurs processus métaboliques ont lieu

dans les olives avec des variations ultérieures des profils de certains composés. Ces changements se reflètent sur la qualité, caractéristiques sensorielles, stabilité oxydative et / ou la valeur nutritionnelle du produit obtenu. Les polyphénols, les tocophérols, les pigments chlorophylliques, les caroténoïdes et la composition d'acides gras et de stérols sont des exemples de composés impliqués dans ce phénomène[10]. Des études antérieures de quelques fruits oléagineux y compris l'olive ont montré que la maturité a un effet important sur la composition chimique et l'activité antioxydante [11, 12]

Vu de ce que nous avons évoqué, les objectifs de cette étude est d'étudier l'influence du degré de maturation sur les caractéristiques d'huile d'olive à savoir : acidité, composition en acides gras, contenu en insaponifiable et en composés phénoliques des tourteaux et leurs activités antioxydantes afin de déterminer la date adéquate pour la récolte d'olive et d'orienter son utilisation : nutrition ou santé (thérapeutique) d'une part et de confirmer les résultats publiés par d'autres chercheurs [13, 14].

L'étude comprend trois parties : une introduction générale, une deuxième partie qui est consacrée à la présentation du matériel et la description des protocoles expérimentaux utilisés et une troisième partie qui est réservée à la présentation et la discussion des résultats obtenus. En terminant par une conclusion et des perspectives.

Matériels
et
Méthodes

II.1. Matériels

II.1.1. Produits chimiques

Tous les produits chimiques et les solvants utilisés dans ce travail, sont d'un grade analytique élevé dont la provenance sont indiquées dans le tableau 2 :

Tableau 2 : produits chimiques et solvants utilisés.

Produits	Source
Éther de pétrole, éthanol, acide sulfurique, chloroforme, acétate d'éthyle, acide gallique, sulfate de sodium, α -tocophérol (vitamine E), β -sitostérol, β -carotène, orthophénantroline, DPPH (diphényl picryl-hydrate), Hydroxyde de potassium, réactif Folin-Ciocalteu, bicarbonate de sodium, quercétine, phénolphtaléine, dichlorométhane.	Sigma- Aldrich
Chlorure de fer III, Acide acétique, chlorure d'aluminium, acide ascorbique (vitamine C).	VWR-PROLABO
Hexane, méthanol.	HONEYWELL - Riedel de Haen
Anhydride acétique.	Merck KGaA
Méthanoate de sodium (0,5%).	Préparé au laboratoire

II.1.2. Matériel végétal et échantillonnage

Les fruits d'olives utilisés dans cette étude ont été récoltés d'un seul arbre d'olivier d'un terrain agricole situé dans la région de Laghouat durant les mois de juillet, août, septembre, octobre et novembre 2019. Les fruits ont été cueillis entre les dates 24 à 27 à la fin de chaque mois. Après chaque récolte l'échantillon est conservé au congélateur à une température de -6°C jusqu'à son utilisation. Les 5 échantillons sont récupérés du congélateur un mois avant leurs analyses afin de les sécher dans un milieu bien aéré à l'ombre de la lumière. Après les échantillons ont subi un triage, effeuillage et sont stockés dans des sacs en papier jusqu'à le temps d'utilisation. La figure 1 montre les étapes de la préparation et l'extraction d'un échantillon d'olive.



Fruits récoltés



Fruits séchés



Broyage et Extraction



Tourteaux



extrait lipidique (huile)

Figure 1: Etapes de la préparation et de l'extraction d'un échantillon d'olive.

II.2. Méthodes

II.2.1. Évolution du poids des olives au cours de la maturation

Afin de voir l'évolution du poids des fruits d'olives au cours de la maturation, nous avons préparé 3 échantillons de 10 fruits d'olives pour chaque récolte pris aléatoirement, puis ils ont été pesés à l'aide d'une balance de précision. Les moyennes des pesées ont été calculées pour chaque prélèvement.

II.2.2. Méthodes d'extraction et analyses quantitative des lipides

II.2.2.1. Extraction

Pour extraire et déterminer la teneur en matières grasses de nos échantillons, nous avons choisi l'extraction solide liquide par macération. Les fruits séchés ont été broyés à l'aide d'un mortier et un broyeur électrique, puis tamisés de façon d'avoir une poudre homogène. Une quantité de 82 g de chaque poudre végétale obtenue a été macérée dans 500 ml d'éther de pétrole à température ambiante pendant 24 h. Après filtration, les extraits ont ensuite été desséchés par une quantité suffisante de sulfate de sodium anhydre et filtré. Le solvant a été évaporé sous pression réduite à l'aide d'un évaporateur rotatif (Rota vapeur) à 40°C. Les huiles obtenues ont été ensuite mis à l'étuve pour éliminer les traces du solvant, puis conservées au réfrigérateur dans un flacon stérile hermétiquement fermé jusqu'au moment de l'analyse (figure 1).

II.2.2.2. Détermination des rendements de l'extraction

Le rendement massique est le rapport entre la masse d'huile végétale extraite et la masse de matière végétale ayant subi l'extraction, le poids des extraits secs a été déterminé par la différence entre le poids final (après évaporation) et le poids initial du ballon (avant évaporation), alors le pourcentage du rendement pour chaque extrait a été calculé par la formule suivante :

$$\text{Rendement (\%)} = \frac{\text{masse d'huile extrait}}{\text{masse du matériel végétal à traiter}} \times 100$$

II.2.2.3. Dosage des tocophérols totaux

Nous avons employé le dosage colorimétrique d'Emmerie-Engel [15]. On utilise les propriétés réductrices des tocophérols qui, en solution alcoolique, réduisent le fer ferrique en

fer ferreux ; ces derniers sont complexés par l'orthophénantroline, en donnant un complexe rouge-orangé stable dont le coefficient d'extinction molaire à 510 nm est élevé.

- **Protocole expérimental :**

Une droite d'étalonnage a été tracée à partir de l' α -tocophérol commercial (voir l'annexe), permet de relier la densité optique et la concentration de tocophérol exprimée en g/l. À partir d'une solution commerciale de la vitamine E, nous avons préparé dans l'éthanol des solutions ayant des concentrations bien déterminées comprises entre 0,01 et 0,05 g/l. 1 ml de chaque solution préparée a été mélangé avec 1 ml de réactif d'orthophénantroline (0,4%) et 0,5ml FeCl_3 (solution éthanolique 0,12%). Le mélange a été incubé dans l'obscurité pendant 5 min. La lecture de l'absorbance est effectuée à 510 nm par spectrophotomètre UV/Vis (Shimadzu 1800), contre un blanc, les extraits lipidiques de chaque échantillon ont été traités selon les étapes du même protocole suivi lors de la préparation de la courbe d'étalonnage de l' α -tocophérol, et les résultats sont exprimés en mg équivalent de tocophérol par gramme d'huile (mg EVE/g d'huile). Toutes les mesures ont été effectuées en triple.

II.2.2.4. Dosage des stérols totaux

Il s'agit d'un dosage spectrophotométrique suivant le test de Liebermann-Burchard [16, 17]. Les stérols forment un complexe stable avec l'anhydride acétique en milieu acide qui absorbe dans le visible à une longueur d'onde de 550 nm.

- **Protocole expérimental :**

À partir des solutions chloroformique de β -sitostérol (voir l'annexe) à différentes concentrations dans une gamme de 0,424 à 2,12 g/l, nous avons tracé une courbe d'étalonnage de ce stérol. 1 ml de chaque solution diluée a été mélangé avec 2 ml du réactif de Liebermann (réactif de Liebermann préparé de 60 ml anhydride acétique + 10 ml d'acide sulfurique + 30 ml d'acide acétique). Le mélange a été incubé dans l'obscurité pendant 25 min à température ambiante. L'absorbance de chaque solution a été déterminée à 550 nm contre un blanc sur un spectrophotomètre UV/Vis (Shimadzu 1800). Les échantillons d'huiles ont été traités de la même manière et la teneur totale en stérols de chaque extrait a été déterminée à partir de la courbe d'étalonnage de β -sitostérol. Les mesures ont été répétées 3 fois pour chaque échantillon et les lectures moyennes ont été enregistrées, et les résultats sont exprimés en mg équivalent de β -sitostérol par grammes d'huile (mg E β S /g d'huile).

II.2.2.5. Dosage des caroténoïdes totaux

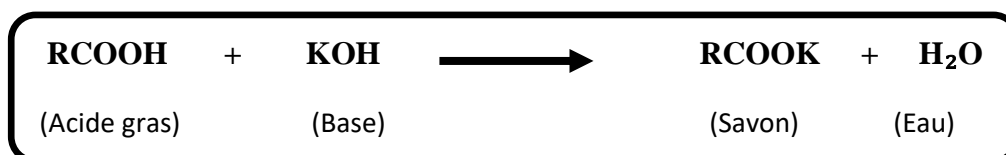
Le β -carotène, est généralement le composé le plus abondant et le plus commun dans les corps gras d'origine végétale. La teneur en caroténoïdes totaux a été déterminée selon la méthode de Talcott et Howard (modifiée) [18].

- **Protocole expérimental :**

Pour la réalisation de la courbe d'étalonnage, différentes concentrations de β -carotène dans le chloroforme de 0,012 à 0,063 g/l ont été préparées. 2 ml de chaque solution diluée a été prise et les absorbances ont été mesurées à 464 nm contre un blanc contenant uniquement le solvant. Pour les échantillons, les mêmes étapes ont été suivies sauf qu'à la place de β -carotène on a introduit les extraits des échantillons, la teneur en caroténoïdes a été déterminée en s'appuyant sur la courbe d'étalonnage réalisée avec le β -carotène (voir l'annexe). Les mesures ont été répétées 3 fois pour chaque échantillon et les lectures moyennes ont été enregistrées. Les résultats sont exprimés en mg équivalent de β -carotène par grammes d'huile (mg E β C/g d'huile).

II.2.3. Indice d'acide

C'est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium KOH nécessaire pour neutraliser les acides gras libres contenus dans 1 gramme d'huile. Le schéma réactionnel est le suivant :



- **Protocole expérimental :**

Le mode opératoire a été réalisé selon le protocole de Wolff, 1968 [19]. Une prise d'essai de 0,5 g d'huile d'olive a été dissoute dans 10 ml d'hexane pour les échantillons d'aout à novembre ; et de 0,25 g dans 20 ml d'hexane pour l'huile de juillet. Les solutions huileuses préparées sont ensuite dosées par une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium 0,01N jusqu'au virage de l'indicateur coloré utilisé.

L'indice d'acide a été calculé par la relation suivante :

$$I_a = \frac{N \times V \times 56,1}{m}$$

I_a : indice d'acide ;

N : normalité de la solution de KOH (0,01N) ;

V : volume de la solution éthanolique de KOH exprimé en ml ;

m : masse de la prise d'essai d'huile en g ;

$56,1$: masse molaire de KOH en g/mol.

II.2.4. La composition en acides gras

II.2.4.1. Préparation des esters méthyliques d'acides gras des différentes huiles

Dans un ballon, une quantité de 200 mg d'huile a été mélangé avec 15 ml de méthanoate de sodium (0,5%). Le mélange est porté à ébullition à reflux pendant 30 min. Ensuite on ajoute 20 ml de l'eau distillée. La phase aqueuse contenant les acides gras est extraite 2 fois par le dichlorométhane, la phase organique obtenue est lavée six fois avec l'eau distillée jusqu'à neutralisation, puis séchée par du sulfate de sodium anhydre et évaporée sous pression réduite. Les esters méthyliques ainsi obtenus sont conservés au réfrigérateur jusqu'aux leurs analyses.

II.2.4.2. Analyse chromatographique

Un volume de 0,8 µl des esters méthyliques sont injectés dans une chromatographe (Chrompack CP 9002) équipée d'une colonne capillaire DP-23 (50% Cyanopropyl). La température de l'injecteur est réglée à 280° C et programmation de la température du four 150°C à 250°C à raison de 3°C par minute. Le gaz vecteur utilisé est l'azote à 1 ml/min, le détecteur est à ionisation de flamme (FID) (250°C). Les esters méthyliques d'acides gras sont identifiés en fonction de leurs temps de rétention au niveau de la colonne par comparaison à des étalons et le taux de chaque acide gras est déterminé par le calcul des aires des pics correspondant.

II.2.5. Méthodes d'extraction et analyses quantitative des composés phénoliques

II.2.5.1. Extraction des composés phénoliques

L'extraction a été réalisée par ultrason à une température de 44°C en mettant 2 g des tourteaux des fruits délipidés dans 50ml d'un système de solvant méthanol/eau (8 :2 v/v) pendant 45 min. Les extraits ont été filtrés sur un papier filtre.

Après élimination du méthanol sous pression réduite dans un évaporateur rotatif (Rota vapeur) à 45°C, deux extractions successives d'éther de pétrole ont permis d'éliminer les pigments résiduels et les lipides (épuisement). Ensuite, la solution aqueuse a été extraite deux fois avec de l'acétate d'éthyle.

Pour éliminer les traces d'eau, les extraits ont été déshydratés en ajoutant du sulfate de sodium anhydre, après filtration, l'acétate d'éthyle est évaporé sous vide à l'aide d'un Rota vapeur à 40 °C, le résidu sec obtenu est pesé et solubilisé dans 5 ml du méthanol. Les extraits ainsi obtenus sont transférés dans des flacons hermétiquement fermé et couverts de papier aluminium puis conservées au réfrigérateur jusqu'au moment de l'analyse. Les teneurs des extraits bruts sont calculées par différence de masse.

II.2.5.2. Dosage des composés phénoliques totaux

Le réactif de Folin-ciocalteu constitué d'acide phosphotungstique et phosphomolybdique, réagit en milieu alcalin avec les phénols pour donner un mélange d'oxydes tungstène et de molybdène de couleur bleue. Cette coloration est proportionnelle à la quantité de phénols et absorbe à une longueur d'onde de 760 nm [20].

• Protocole expérimental

Le dosage des phénols totaux a été réalisé selon le protocole décrit par Vermerris et Nicholson (2006) [21]. En y apportant quelques modifications. Pour la réalisation de la courbe d'étalonnage, différentes concentrations de l'acide gallique (voir l'annexe) allant de 0,03 à 0,3 g/l ont été préparées dans l'eau distillée. 100 µl de chaque extrait dilué (préparé dans le méthanol) ont été introduits à l'aide d'une micropipette dans des tubes à essai, suivis par l'addition de 500 µl du réactif de Folin-Ciocalteu (10 fois dilué dans l'eau distillée). Après incubation pendant 2 minutes, 2 ml de carbonates de sodium Na₂CO₃ à 2% ont été ajoutées, puis les solutions ont été secouées immédiatement et sont maintenues à l'obscurité pendant 30 minutes à température ambiante. L'absorbance de chaque solution a été déterminée à 760 nm contre un blanc sur un spectrophotomètre UV/Vis (Shimadzu 1800). La teneur en

composés phénoliques de chaque extrait a été calculée à partir d'une courbe d'étalonnage de l'acide gallique et exprimée en milligrammes équivalent en acide gallique par gramme de de tourteaux (mg EAG/g de tourteaux). Toutes les mesures ont été effectuées en triple.

II.2.5.3. Dosage des flavonoïdes

Les flavonoïdes possèdent un groupement hydroxyle (OH) libre, en position 5 qui est susceptible de former avec le groupement carbonyle CO, un complexe coloré avec le chlorure d'aluminium. Les flavonoïdes forment des complexes jaunâtres par chélation des métaux (fer et aluminium). Ceci traduit le fait que le métal (Al) capte deux électrons pour s'unir à deux atomes d'oxygène de la molécule phénolique agissant comme donneur d'électrons [22]. La teneur en flavonoïdes des extraits obtenus est déterminée par la méthode de La maison et Carnat (1990)[23]. Le dosage des flavonoïdes nécessite aussi l'établissement d'une courbe d'étalonnage d'un flavonoïde standard (la quercétine par exemple(annexe2)).

- **Protocole expérimental**

Pour la préparation de la gamme d'étalon, une série de dilution allant de 0,003 à 0,03 g/l de solution de la quercétine (préparé dans le méthanol). Par la suite, dans un tube à essai on met un volume de 1ml de la quercétine et 1ml de la solution de chlorure d'aluminium (2%). On laisse incuber 20 min à température ambiante. La lecture est effectuée à 409 nm par spectrophotomètre UV/Vis (Shimadzu 1800), et les valeurs des absorbances trouvées pour chaque solution sont utilisées pour tracer la courbe d'étalonnage. Pour les échantillons, les mêmes étapes ont été suivies sauf qu'à la place de la quercétine on a introduit les extraits d'échantillons, et les résultats sont exprimés en mg équivalent en quercétine par g de tourteaux (mgEQ/g de tourteaux). Toutes les mesures ont été effectuées en triple.

II.2.6.1. Evaluation de l'activité antiradicalaire des extraits lipidiques et phénoliques par le test de DPPH

La mise en évidence du pouvoir antioxydant des extraits lipidiques a été réalisée par plusieurs techniques chimiques, la plupart de ces techniques sont basées sur la coloration ou la décoloration d'un réactif dans le milieu réactionnel, dans notre étude nous avons utilisé le test chimique : le radical libre DPPH (2,2'-diphényl-1-picrylhydrazyl).

La réduction du radical DPPH par un antioxydant peut être suivie par spectrophotométrie UV visible, en mesurant la diminution de l'absorbance à 517nm provoquée par la présence des extraits. Ce radical libre stable possède une coloration violette foncée, lorsqu'il est réduit, la coloration devient jaune .le test DPPH permet alors d'obtenir des informations sur le pouvoir anti-radicalaire qui est proportionnel à la disparition de radical DPPH.[24].

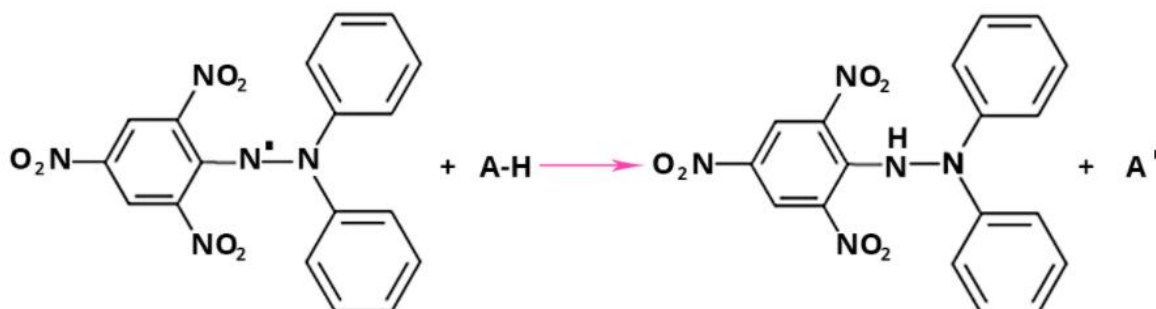


Figure 2: Réduction du radical libre DPPH.[24].

- **Protocole expérimental**

Le DPPH est solubilisé dans l'éthanol absolu pour avoir une solution de 100 µM. Les extraits lipidiques ont été dissous dans le chloroforme pour préparer diverses solutions d'échantillons avec différentes concentrations, puis 1 ml de chaque solution préparée a été additionné à 1ml d'une solution de DPPH. Le mélange réactionnel a été secoué immédiatement au vortex puis maintenu à l'obscurité pendant 30min à une température ambiante pour que la réaction s'accomplisse. L'absorbance du milieu réactionnel a été mesurée à 517nm contre un blanc par spectrophotomètre UV/Vis (Shimadzu 1800). La vitamine E a été utilisée comme standard pour la courbe d'étalonnage. Toutes les mesures ont été effectuées en triple. Les résultats ont été exprimés en µM en équivalent de Vitamine E par g d'huile (VEEAC).

Les pourcentages d'inhibition du radical DPPH sont déterminés selon la formule suivante :

$$\text{PI (\%)} = (\text{Ac} - \text{Ae} / \text{Ac}) \times 100$$

PI (%) : pouvoir d'inhibition en % ;

Ac : Absorbance du contrôle ;

Ae : Absorbance de l'échantillon.

Il faut noter que pour les extraits phénoliques, nous avons procédé avec le même protocole sauf que le DPPH a été solubilisé dans le méthanol et l'activité antioxydante a été exprimée en en μM équivalent de l'acide ascorbique par g des tourteaux.

Résultats
et
Discussion

III.3. Evolution du poids des olives au cours de la maturation

Le poids du fruit est la composante la plus importante du rendement des olives. C'est un caractère agronomique très recherché, de cette valeur dépend l'importance de la production. Les résultats du suivi du poids des fruits en fonction de leurs maturités sont présentés dans le tableau 4. A partir du tableau, on remarque que la valeur moyenne du poids des fruits augmente au cours de la maturation, le poids des fruits (échantillons de 10 fruits) vari de 5,30 g en mois de juillet phase initiale de la formation d'olives (la nouaison) à 8,76g en mois de novembre phase de maturation et cueillette.

III.4. Rendement en huile

Les extraits huileux sont apparus sous deux fortes couleurs à savoir : vert foncé au premier mois de la récolte et jaune en fin de la récolte. Ce changement de couleur est lié à la variation de la composition en pigments (chlorophylles, caroténoïdes...).

A la lumière des résultats du tableau 3, il est clair que le rendement en huile augmente en fonction de la maturation des fruits. Les valeurs enregistrées varient de 3,57% au mois de juillet à 31,41 % au mois de novembre date de cueillette. Cette augmentation est attribuée à la poursuite de la voie de biosynthèse formant des triglycérides jusqu'à que le fruit atteint la maturation complète. Ce rendement est inférieur à celui obtenue par d'autres auteures [25].

Tableau 3 : le rendement et la masse des olives en fonction de la maturation.

	juillet	Aout	septembre	octobre	novembre	Corrélation
R%	3,57	8,88	20,88	25,875	31,41	0,99
m(g)	5,30±0,14	6,25±0,13	7,72±0,13	8,35±1,16	8,76±0,18	

L'étude de l'accumulation des lipides lors de la maturation des olives est importante pour décider le meilleur moment pour leurs récoltes. En effet, dans notre étude, la plus grande quantité des lipides a été observée au mois de novembre qui correspond au meilleur moment de récolte des olives et garantit une production d'huile importante. Si la récolte est avancée les fruits sont peu mures (mois de juillet) ce qui induit une réduction de la quantité d'huile ainsi dans sa qualité organoleptiques (gout et odeur) et composition chimique. Une cueillette

tardive dans notre étude (mois de novembre) les olives deviennent très mures et le fruit sera très riche en huile.

Il faut noter que le poids des fruits varie dans le même sens que le rendement en huile et que l'intervalle de la variation de ce dernier au cours de la récolte est très important par rapport à celui du poids du fruit (3,57% à 31,41% contre 5,30 g à 8,76g).

Une bonne corrélation a été enregistrée entre le rendement en huile et la masse des fruits de chaque récolte. Le coefficient de corrélation est 0,99, ce qui indique que l'accumulation en huile atteint sa maximale lorsque les fruits sont charnus.

III.5. Quantification des composés lipidiques

III.5.1. Dosage des tocophérols totaux

Vitamine E, un terme qui englobe un petit groupe des tocophérols, comprenant quatre tocophérols (α -, β -, γ - et δ -T) et quatre tocotriénols (α -, β -, γ - et δ -TTR). est la principale antioxydante liposoluble responsable de la protection des acides gras polyinsaturés des membranes contre la peroxydation lipidique [10].

À partir de la courbe d'étalonnage de l' α -tocophérol (figure3), nous avons calculé le contenu de différents extraits en tocophérols. Les valeurs sont exprimées en milligramme équivalent en α -tocophérol(vitamine E)par g d'huile (mg EVE/g d'huile).

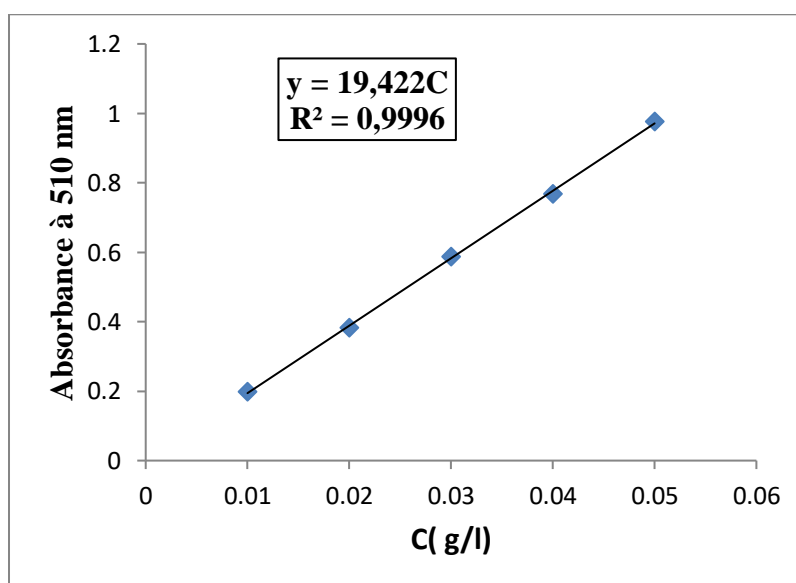


Figure 3 : Courbe d'étalonnage de l' α -tocophérol(V.E)

Les résultats de la quantification des tocophérols totaux sont regroupés dans le tableau 4. Les valeurs des quantités des tocophérols s'échelonnent entre 0,121 à 3,819 mg /g d'huile. La teneur en tocophérols diminue tout le long de la maturation jusqu'à la dernière date d'échantillonnage. La plus petite valeur a été enregistrée pour les fruits dans le stade de la maturation (mois de novembre), par contre la plus grande valeur a été enregistrée pour les fruits de la période de la nouaison. La même constatation a été également déclarée par plusieurs auteurs qui ont montré que la teneur en tocophérols totaux diminue au cours de maturation des fruits [25].

Si nous comparons nos résultats à ceux publiés, nous pouvons dire que les huiles étudiées sont riches en tocophérols [1]. Toutes fois les quantités en tocophérols sont sûrement estimées car la méthode colorimétrique utilisée pour le dosage associe d'autres composés qui réagissent avec le phénantroline et réduisent le fer ferrique en fer ferreux. Une analyse par chromatographie en phase liquide à haute performance est nécessaire pour séparer et quantifier les isomères des tocophérols et par conséquent obtenir les meilleures valeurs.

Les résultats obtenus montrent que le mois de juillet est le mois optimal pour cueillir les olives et utiliser leurs huiles à des fins thérapeutiques.

III.3.2. Dosage des stérols totaux :

Les stérols sont les principaux constituants de la fraction insaponifiable et leur teneur correspond à environ 20% de la matière insaponifiable d'huile d'olive. Des études ont montré que chaque fruit huileux a un profil stérolique caractéristique qui fait de la détermination un outil important pour vérifier l'authenticité d'une huile. Ils sont des composants importants pour la stabilité d'huile car à haute température, ils agissent comme des inhibiteurs des réactions de polymérisation [10]. La vitamine D est une hormone stéroïde capable de réguler l'expression de plusieurs centaines de gènes via des mécanismes génétiques et épigénétiques. Cela rend compte du caractère éminemment pléiotropie de cette molécule [26].

La figure 4 représente la courbe d'étalonnage du β -sitostérol. Les résultats sont exprimés en mg équivalent de β -sitostérol par gramme d'huile (mg E β S / g d'huile).

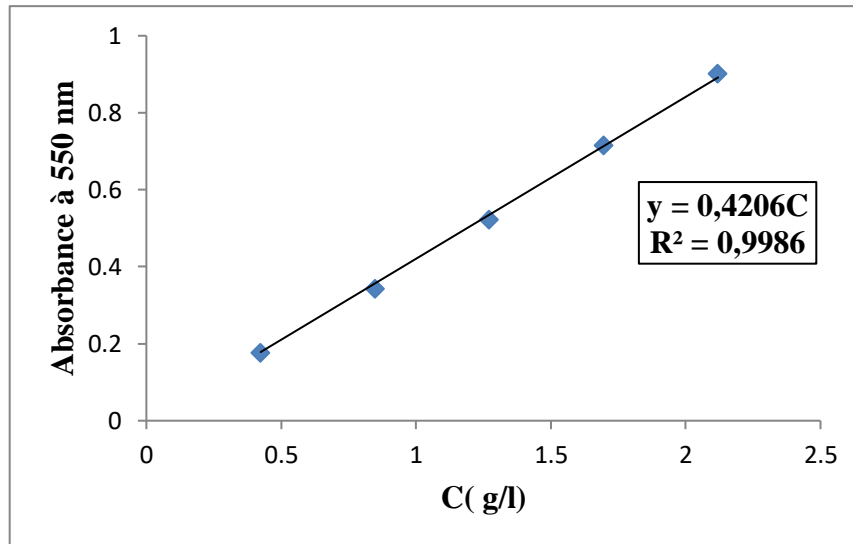


Figure 4: Courbe d'étalonnage de de β -sitostérol.

Les changements en quantités des stérols dans les échantillons d'huiles tout le long de la maturation sont donnés dans le tableau 4.

Les valeurs des quantités des stérols varient entre 5,019 et 45,613 mg /g d'huile. La teneur en stérols diminue avec la maturation des fruits. Cette diminution peut s'expliquer par le fait qu'à un certains moments précis de la maturation des olives, la plante conduit à la conversion de leurs stérols existants en hormones stéroïdiennes et vitamines qui régulent la croissance et le développement des tissus immatures [27]. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par Matos, L.C, et *al* [10]. Où ils ont étudié la variation de la composition chimique de trois différentes variétés d'huiles d'olives en fonction de différentes périodes de récolte.

III.3.3. Dosage des caroténoïdes totaux

La quantité totale en pigments des huiles d'olive est un paramètre important car il est corrélé à la couleur, qui est l'un des facteurs qui influencent la sélection effectuée par les consommateurs. En outre, les pigments sont également impliqués dans l'auto-oxydation et mécanismes de photo-oxydation [28].

La figure 5 représente la courbe d'étalonnage du β -carotène. Cette courbe nous a permis de calculer les teneurs des caroténoïdes dans les échantillons d'huile d'olive. Les quantités des caroténoïdes sont exprimées en milligrammes en équivalent de la β -carotène par grammes d'huile (mg E β C/g d'huile).

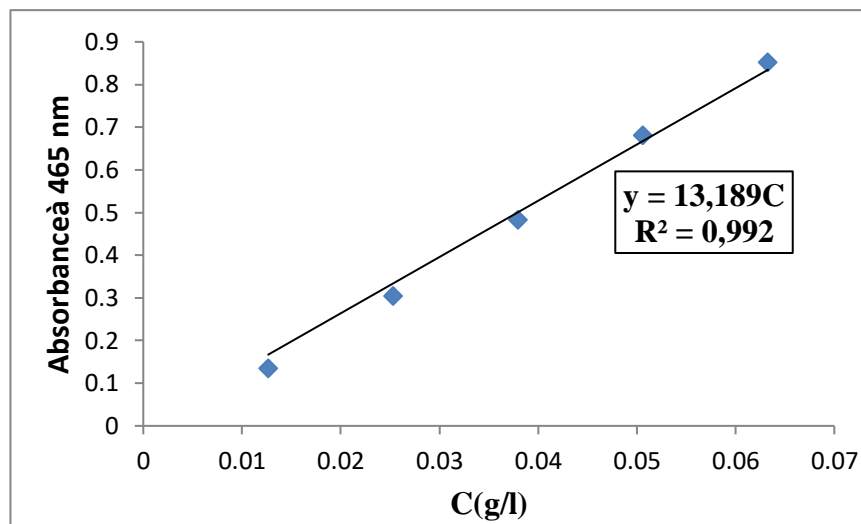


Figure 5 : Courbe d'étalonnage de β -carotène

A partir du tableau 4 on remarque que les concentrations des caroténoïdes ont nettement diminué avec la maturation des fruits. Leurs concentrations varient de 2,308 à 0,044mg/g d'huile.

Ces résultats sont en accord avec les conclusions abouties par d'autres auteurs [28]. Le changement de la couleur des huiles d'olive pendant le processus de maturité a été expliqué non seulement par la réduction de la concentration des pigments mais également la formation d'autres composés colorés, tels que les anthocyanes.

Pendant le processus de maturation, les anthocyanes s'accumulent dans les fruits (couleur violette) en même temps que la teneur en huile augmente encore. Au fur et à mesure de la maturation, l'activité de la photosynthèse diminue et les concentrations des chlorophylles et de caroténoïdes diminuent progressivement [29].

Tableau 4 : Teneurs en tocophérols, stérols, caroténoïdes (mg/g d'huile) durant la maturation.

	Juillet	Aout	septembre	Octobre	novembre
Teneur en tocophérol (mg/g)	3,819±0,13	0,562±0,01	0,243±0,008	0,164±0,0006	0,121±0,004
Teneur en stérols(mg/g)	45,613±0,06	18,849±0,24	8,382±0,13	6,309±0,04	5,019±0,01
teneur en caroténoïdes (mg/g)	2,308±0,06	0,341±0,004	0,117±0,004	0,085±0,003	0,044±0,0005

Les valeurs indiquées sont la moyenne de trois lectures.

III.4. Indice d'acidité

L'indice d'acidité (Les niveaux d'acides gras libres (AGL)) est la première mesure de sa qualité. Les valeurs de l'indice d'acidité sont consignées dans le tableau 5. Ces valeurs indiquent une forte acidité des huiles au cours des mois de juillet à octobre (5,08 à 3,23).

Tableau 5: l'indice d'acidité d'huile d'olive au cours la maturation.

date de récolte	Juillet	Aout	septembre	octobre	novembre
Indice d'acidité	5,08	6,90	5,92	3,23	2,15

L'indice d'acidité diminue en fonction du degré de maturité ; de 5,08 à 2,15 en juillet et novembre respectivement. Dans les mois de juillet, aout, septembre et octobre les fruits sont immatures, la biosynthèse des triacylglycérols reste faible. À ce stade, la biosynthèse des glycérides, acides gras libres et phospholipides prédomine sur la synthèse des triacylglycérols. L'acidité mesurée dans ce stade pourrait correspondre à la fois à la présence des acides gras libres et à l'acide phosphatidique. Ces composants sont les substrats pour la biosynthèse des triacylglycérols [30]. Comme l'indice d'acidité atteint sa valeur minimale égale à 2 au mois de novembre, valeur se situe dans l'intervalle des normes établies par AFNOR 1984. Donc le mois de novembre est la meilleure date pour utiliser l'huile d'olive dans la nutrition.

Cependant, les valeurs de l'indice d'acidité observées dans cette étude sont élevées au celles rapportées par (Ajana, H. et A. El Antari) [30]. À cause de la forte coloration des huiles et surtout des premières récoltes (juillet, aout et septembre), qui interfèrent avec le virage de l'indicateur coloré utilisé en solution d'huile, la détermination exacte du point d'équivalence par la méthode chimique été un peu difficile et par conséquent les valeurs de l'indice d'acidité calculées ne sont pas fiables. Pour éviter ce problème il faut procéder aux méthodes physiques qui sont les meilleurs pour ce cas, par exemple : la PH-mètrie et la conductimétrie.

D'autres études sont nécessaires pour confirmer cette constatation comme la détermination de la composition en acide gras des huiles qui est l'objet de la partie suivante.

III.5. La composition en acides gras

Les résultats de l'analyse chromatographique des esters méthyliques des acides gras sont donnés dans le tableau 6 où les proportions relatives des différents acides gras contenus dans les huiles d'olives sont indiquées. Nous notons la présence des acides gras habituellement rencontrés dans les huiles végétales à savoir les acides palmitique, palmitoléique, stéarique, oléique, linoléique et linoléinique.

Les acides gras saturés dans nos huiles sont les palmitique et stéarique dont les proportions varient de 18,48 à 24,88% et 1,55 à 2,19% respectivement. L'acide palmitique est le plus dominant parmi les acides gras saturés. Sa proportion atteint une valeur maximale 24,88% dans l'huile d'olive des fruits immatures, et une valeur minimale 18,48% dans les fruits matures. L'acide stéarique est trouvé dans tous les échantillons d'huiles mais avec des proportions plus faibles, ne dépassant pas la valeur 2,19% dans l'huile des fruits collectés dans le mois d'aout considéré comme stade immature.

Pour les acides gras insaturés, on remarque l'existence des acides oléique, linoléique et linoléinique. Ils représentent 74,39 à 75,09 % dans les huiles d'olives des fruits immatures (mois juillet et aout) et 77,18 à 79,88% dans les fruits matures (septembre à novembre). L'acide oléique est le plus majoritaire parmi les acides gras insaturés, il représente des proportions 58,21 à 61,32 % dans les huiles des fruits immatures (juillet et aout) et 64,28 à 67,20% dans les huiles des fruits matures. La deuxième position revient à l'acide linoléique où les proportions enregistrées sont 9,09 et 11,2% pour les fruits immatures et 11,28% pour les fruits matures, enfin l'acide linoléinique prend la troisième position avec des proportions 2,03 à 2,17% pour les fruits immatures et 0,98 % pour les fruits matures.

L'analyse des résultats obtenus nous permet de remarquer que le contenu en acides gras saturés (palmitique et stéarique) diminue au cours de la maturation des fruits, tandis que pour les acides gras insaturés à l'exception de l'acide linoléinique augmente. Il faut noter que l'huile d'olive contienne une quantité non négligeable en acide linoléinique dans les fruits immatures. Ce qui est important de cueillir les fruits en ce stade pour utiliser l'huile à des fins thérapeutiques, car l'acide linoléinique est connu par des activités biologiques importantes. Le rapport acides gras insaturés / acides saturés est légèrement élevé 2,82 pour les huiles des fruits immatures et 3,97 pour les fruits matures, ce qui leurs confèrent une stabilité remarquable.

Tableau 6: Composition et teneur en acides gras d'huile d'olive %.

	A G	juillet	août	septembre	octobre	novembre
palmitique	C16:0	24,88	23,39	20,1	21,06	18,48
palmitoléique	C16:1	2,65	2,81	2,3	2,66	2,35
stéarique	C18:0	1,72	2,19	1,72	1,73	1,55
oléique	C18:1	61,32	58,21	67,2	64,28	65,05
linoléique	C18:2	9,09	11,2	9,2	9,21	11,28
linoléique	C18:3	2,03	2,17	1,18	1,03	0,98
AGS		26,6	25,58	21,82	22,79	20,03
AGMI		63,97	61,02	69,5	66,94	67,4
AGPI		11,12	13,37	10,38	10,24	12,26
AGI		75,09	74,39	79,88	77,18	79,66
AGI/AGS		2,82	2,90	3,66	3,38	3,97
Oléique/linoléique		6,74	5,20	7,30	6,97	5,76
AGMI/AGPI		5,752	4,56	6,70	6,53	5,50

Nous avons étudié la variation des pourcentages des acides gras en fonction de la date de cueillette (le mois de juillet correspond à zéro jour). Une bonne régression négative a été enregistrée entre le contenu en acides gras saturés et la date de cueillette ($R^2=0.86$) (voir l'annexe), ce qui montre que le contenu en acides gras saturés décroît en fonction du mois de récolte des fruits. D'une façon générale, nos résultats sont en accord avec ceux rapportés par Beltran *et al* 2004 [13], qui ont étudié l'influence de la date de collecte et de la production de l'huile d'olive sur le rendement en huile et composition chimique.

III.6. Quantification des Composés phénoliques dans les tourteaux

Les tourteaux sont les résidus de l'extraction des lipides, ils sont riches en composés phénoliques, les protéines, les glucides et les éléments minéraux. L'utilisation principale des tourteaux est dans l'alimentation du bétail. Dans notre travail nous nous sommes intéressés à évaluer l'activité antioxydante des extraits phénoliques des tourteaux d'olive afin de les utiliser et les valoriser vis-à-vis aux propriétés antioxydantes.

III.6.1. Teneurs des extraits bruts

Le tableau 7 regroupe les résultats concernant les teneurs des extraits bruts d'acétate d'éthyle en mg/g des tourteaux d'olives, teneurs en phénols totaux et teneurs en flavonoïdes durant la maturation.

Tableau 7 : Teneurs des extraits de AE, teneur en phénols et flavonoïdes mg/g.

	Teneurs des extraits bruts en (mg/g)	Teneur en phénol (mgEAG/g)	Teneur en flavonoïdes (mgEQ/g)
juillet	25,586	9,386±0,33	0,531±0,008
août	20,580	4,737±0,20	0,541±0,03
septembre	9,495	2,424±0,07	0,209±0,004
octobre	3,384	1,868±0,07	0,237±0,01
novembre	8,865	2,144±0,10	0,415±0,002

Les valeurs indiquées sont la moyenne de trois lectures.

D'après le tableau 7, il est clair que les teneurs des extraits bruts diminuent au cours de la maturation, ces teneurs varient de 25,586 à 8,865 mg/g de tourteaux. Si nous comparons les teneurs en huiles (extrait lipidique III.4) dans les fruits d'olives avec ceux de ces extraits (extrait des tourteaux), nous constatons que la teneur en extraits apolaires varie en sens inverse avec celle des extraits polaires. Ce résultat est justifié par le fait que l'olive est un fruit oléagineux (source d'huile).

III.6.2. Dosage des phénols totaux par réactif Folin-Ciocalteu

A partir de la courbe d'étalonnage de l'acide gallique (figure 6), nous avons calculé les quantités des phénols totaux en mg en équivalent d'acide gallique par gramme de tourteaux (mg EAG/g) des olives au cours de la maturation.

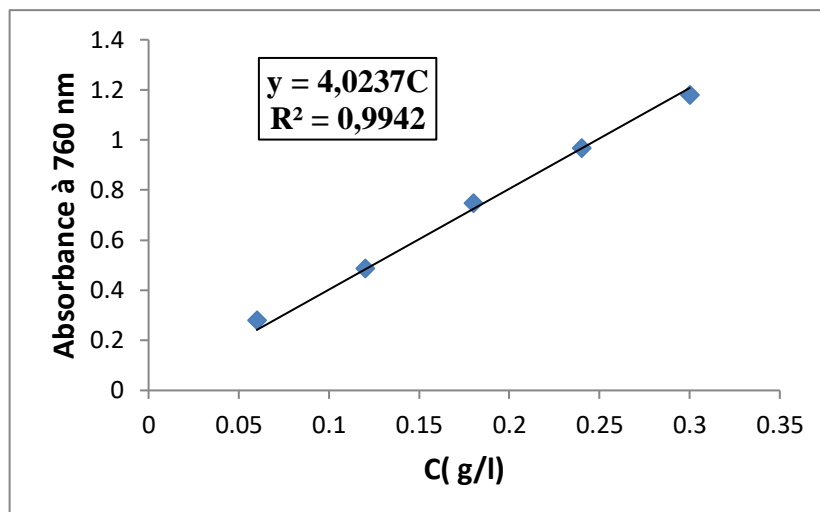


Figure 6: Courbe d'étalonnage d'acide gallique.

Les résultats sont donnés dans le tableau 7. D'après ces résultats nous remarquons que les teneurs des extraits bruts sont supérieures à celles des phénols totaux, ce qui prouve que les extraits bruts contiennent d'autres composés que les phénols qui sont extractibles par le méthanol.

La teneur en phénols totaux atteint sa valeur maximale à la première récolte (9,386mg/g), puis diminue progressivement jusqu'à ce qu'il atteigne une valeur minimale dans le mois d'octobre avec une quantité égale à 1,868 mg/g, après il augmente jusqu'à 2,144 dans le mois de novembre.

Le niveau total des composés phénoliques totaux dans la présente étude a montré une nette négative corrélation avec l'augmentation des niveaux de maturation dans les fruits.

III.6.3. Dosage des flavonoïdes

Le dosage des flavonoïdes totaux a été réalisé par la méthode colorimétrique au chlorure d'aluminium ($AlCl_3$) en utilisant la quercétine comme étalon. La figure 7 représente la courbe d'étalonnage de la quercétine. A partir de cette courbe, nous avons calculé les teneurs en flavonoïdes dans les cinq échantillons d'olives. Les résultats sont exprimés en milligramme de flavonoïdes en équivalent de la quercétine par gramme de tourteaux (mg EQ /g).

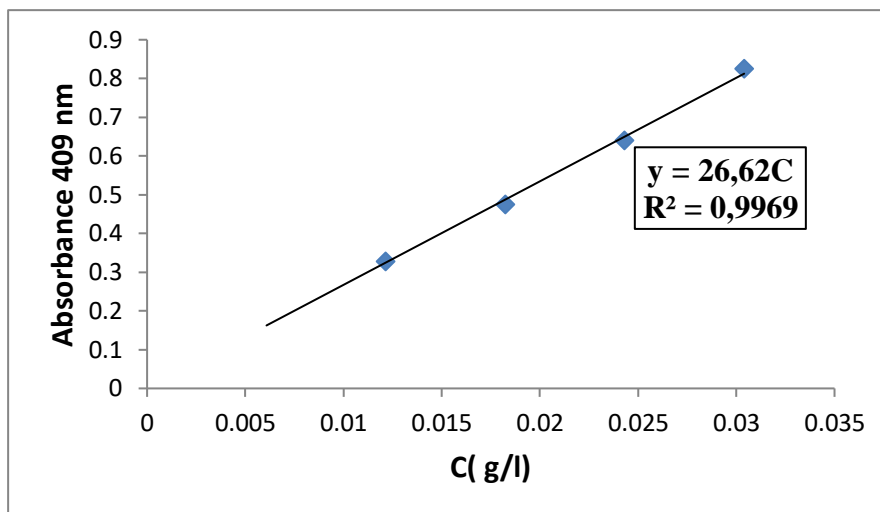


Figure 7: Courbe d'étalonnage de la quercétine

D'après les résultats du tableau 7, on remarque que les quantités des flavonoïdes ne varient pas dans le même sens avec celles des phénols totaux et la date de cueillette, les échantillons des deux mois d'août et de juillet présentent les plus grandes quantités en flavonoïdes (0,541 et 0,531 mg/g), suivi par le mois de novembre avec une quantité de 0,42 mg/g, et en dernier les échantillons des mois de septembre et octobre qui renferment des quantités en flavonoïdes proches qui sont de l'ordre 0,209 à 0,237 mg/g. Toutefois, on remarque que les teneurs en flavonoïdes sont toujours inférieures à celles des composés phénoliques totaux.

III.7. Evaluation de l'activité antiradicalaire

L'évaluation de l'activité antiradicalaire de nos extraits lipidique et phénolique a été déterminée par le test du radical libre DPPH qui est un test de routine simple et rapide basé sur la diminution de la couleur du radical en présence de l'extrait.

A l'aide des courbes d'étalonnage de la vitamine C et E (figure 8), nous avons évalué l'activité antioxydante des différents extraits. L'activité antioxydante est exprimée par VEEAC ($\mu\text{M/g}$ d'huile) pour les lipides et VCEAC ($\mu\text{M/g}$ de tourteaux), qui est définie comme la concentration en μM d'une solution de la vitamine E/vitamine C possédant la même activité antioxydante qu'une solution $1\mu\text{M}$ de la substance testée.

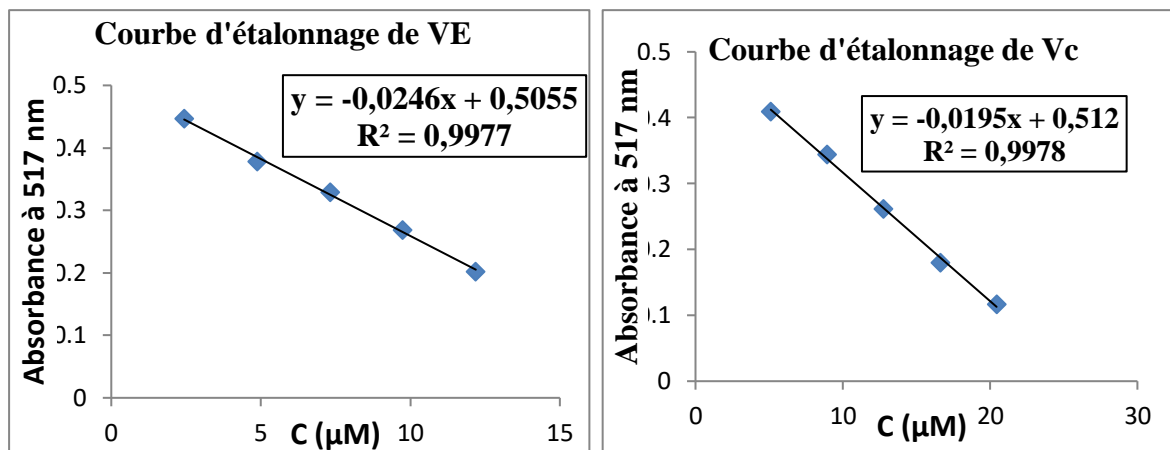


Figure 8: Courbes d'étalonnages de l'inhibition du DPPH par les vitamines E et C.

Plus les valeurs de VCEAC ou VEEAC sont grandes plus l'extrait est un antioxydant puissant. Dans les extraits et selon les résultats mentionnés dans le tableau 8. On remarque pour les extraits lipidiques les activités antioxydantes s'échelonnent entre 0,082 et 0,681 $\mu\text{M/g}$. Si nous comparons les activités antioxydantes des huiles, nous constatons que l'huile du mois de juillet est le plus puissant (0,681 $\mu\text{M/g}$), suivi par celle du mois d'aout(0,097 $\mu\text{M/g}$), les échantillons des mois de septembre, octobre et novembre ont pratiquement la même activité antioxydante, car ils ont enregistré des valeurs VEEAC presque proches de l'ordre 0,080 $\mu\text{M/g}$. Les résultats montrent que plus les fruits sont immatures plus leurs capacités antiradicalires sont importantes ce qui est déjà été trouvé pour les insaponifiables (tocophérols, stérols et caroténoïdes).

Pour les extraits phénoliques les valeurs de VCEAC varient de 6,578 et 25,564 $\mu\text{M/g}$. L'extrait de juillet a enregistré l'activité antioxydante la plus élevée avec une valeur de VCEAC égale à 25,564 $\mu\text{M/g}$, le moins antioxydant est l'extrait d'octobre avec une valeur de 6,578 $\mu\text{M/g}$. Les résultats obtenus montrent que l'activité antiradicaliare diminue régulièrement en fonction de la maturité des fruits du juillet à octobre. Les petites différences remarquées sur les valeurs de VCEAC pour les mois de septembre, d'octobre et de novembre pourraient être dues aux erreurs commises lors des manipulations (pesé, extraction, lecture).

Tableau 8: Les valeurs des VEEAC et VCEAC en $\mu\text{M/g}$ des extraits lipidique et phénoliques.

	VEEAC ($\mu\text{M/g}$)	VCEAC ($\mu\text{M/g}$)	corrélation
juillet	$0,681 \pm 0,031$	$25,564 \pm 0,87$	0,91
Aout	$0,097 \pm 0,004$	$15,347 \pm 0,19$	
septembre	$0,079 \pm 0,004$	$7,617 \pm 0,26$	
octobre	$0,082 \pm 0,001$	$6,578 \pm 0,22$	
novembre	$0,081 \pm 0,001$	$7,425 \pm 0,20$	

Les résultats précédents obtenus par le calcul des facteurs VEEAC et VCEAC nous ont permis de comparer l'activité antiradicalaire des extraits lipidiques et phénoliques entre eux et connaître la variation de cette activité au cours de la maturation des fruits. Afin d'évaluer l'activité antiradicalaire de nos extraits par rapport aux vitamines E et C des lipides et des phénols respectivement, nous avons tracé les courbes des variations des pourcentages du pouvoir d'inhibition (PI%) du radical DPPH en fonction des concentrations (g/l) de ces deux vitamines (figure 9). A partir de ces courbes, on peut calculer la concentration de la vitamine E ou C équivalente à la concentration de l'extrait possédant la même valeur de PI% (Tableau9)

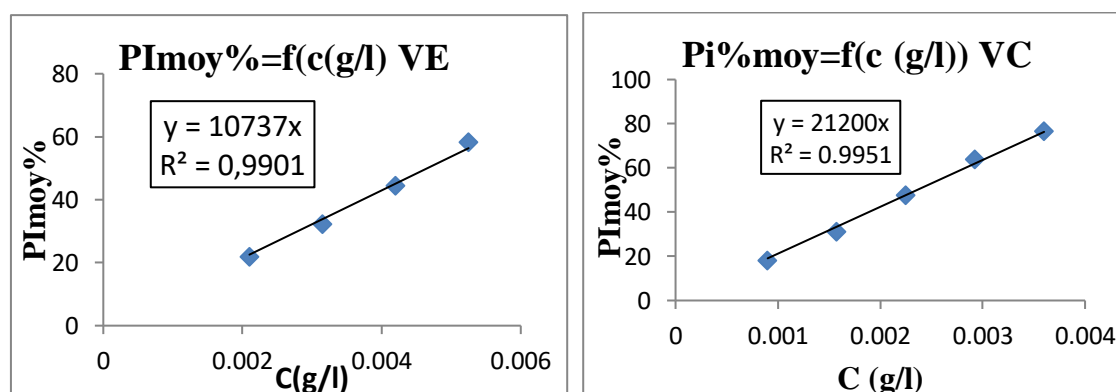


Figure 9: Courbes des pourcentages du pouvoir inhibiteur de DPPH par les vitamines E et C

Pour les lipides, on considère que plus le rapport R entre la concentration de l'extrait et la concentration de la vitamine E est petite plus l'activité antioxydante est grande. A la lumière des résultats consignés dans le tableau 9, il est clair que l'activité antioxydante diminue en fonction de la maturité des fruits du mois de juillet jusqu'au mois de novembre, résultat déjà obtenu avec le facteur VEEAC. L'extrait du mois de juillet est le plus antioxydant par rapport aux autres. Tous les extraits lipidiques sont beaucoup moins actifs

que la vitamine E, à titre d'exemple l'extrait du juillet qui est le plus puissant est presque 1742 fois moins actif que la vitamine E. Une très bonne corrélation négative a été enregistrée entre le rapport R et le VEEAC (-0,99), car une bonne activité antioxydante répond à la fois à une valeur supérieure de VEEAC et une valeur inférieure de R.

Tableau 9: Concentration des extraits et des vitamines E/C, pouvoir inhibiteur et le rapport ($C_E/C_{VE/C}$) des extraits lipidiques et phénoliques.

Extraits lipidiques						
Mois de cueillette	C_E (mg/l)	C_{VE} (mg/l)	PI%	$R(C_E/C_{VE})$		
juillet	6274	3,60	38,73	1742,77		
Aout	38981	3,16	33,95	12335,75		
septembre	62731	4,25	45,61	14760,23		
Octobre	63450	4,53	48,72	14006,62		
Novembre	62625	4,41	47,41	14200,68		
Extraits phénoliques						
Mois de cueillette	C_E (mg/l)	C_{VC} (mg/l)	PI%	$R(C_E/C_{VC})$	C_{PT} (mg/l)	$R(C_{PT}/C_{VC})$
juillet	4,88	1,60	33,82	3,06	0,081	0,050
Aout	3,95	0,91	19,39	4,32	0,044	0,048
septembre	5,54	1,41	29,93	4,86	0,126	0,089
Octobre	1,94	1.13	24,05	1,71	0,095	0,084
Novembre	3,23	0,82	17,36	3,95	0,075	0,091

De même, pour les extraits brutes, Les valeurs de R du tableau 9, montrent que tous les extraits sont moins actifs que la vitamine C. L'extrait le plus actif est celui du mois d'octobre car il montre la plus petite valeur de R par rapport aux autres extraits. Une très faible corrélation négative a été enregistrée entre les valeurs de R et ceux de VCEAC (-0,043). Pour évaluer la contribution des composés phénolique seulement, nous avons exprimé les concentrations en phénols totaux au lieu de ceux des extraits bruts et cela en considérant que les extraits contiennent que des composés phénoliques. Les valeurs de R nous ont permis de remarquer que les extraits phénoliques des deux mois juillet et aout possèdent presque le même pouvoir antiradicalaire envers le radical DPPH ($R=0,048$ et $0,050$), la même constatation pour les trois mois qui suivent. Il est bien de remarquer que l'activité antiradicalaire des extraits phénoliques des tourteaux des fruits immatures (juillet et aout)

sont doués par des activités les plus élevées car ils sont deux fois plus puissants que celui des fruits matures (mois de novembre). Au contraire des résultats obtenus pour les extraits lipidiques, les extraits phénoliques des tourteaux des fruits d'olives sont plus puissants que la vitamine C et même la vitamine E (les valeurs de EC₅₀ sont 2,35 et 4,65 mg/l pour les vitamines C et E respectivement). Les deux extraits phénoliques des deux mois juillet et août sont théoriquement 20 fois plus actifs que la vitamine C.

Une très bonne corrélation négative ($R=-0,86$) a été trouvée entre le rapport R est VCEAC. Cette valeur du coefficient de corrélation est meilleure que celle trouvée lorsque les concentrations sont exprimées par rapport aux extraits bruts. Ce résultat montre que la contribution des composés phénoliques dans l'activité antioxydante est remarquable et que ces composés sont responsables à la neutralisation des radicaux libres DPPH.

Nous avons cherché des corrélations entre les teneurs : tocophérols, stérols, caroténoïdes, VEEAC, phénols totaux, flavonoïdes et VCEAC.

Tableau10: Corrélation entre les tocophérols, stérols, caroténoïdes, VEEAC, phénols, flavonoïdes et VCEAC

Corrélation pour les extraits lipidique				
	tocophérols	stérols	caroténoïdes	VEEAC
tocophérols	1	0,976	0,999	0,996
stérols		1	0,978	0,955
caroténoïdes			1	0,995
VEEAC				1
Corrélation pour les extraits phénoliques				
	Phénols	flavonoïdes	VCEAC	/
phénols	1	0,721	0,997	
flavonoïdes		1	0,769	

Pour les extraits lipidiques, des corrélations positives ont été trouvées entre les teneurs en tocophérols, stérols, caroténoïdes et VEEAC. Les valeurs des coefficients de corrélations déterminés (Tableau10) sont de l'ordre presque 1, ce qui prouve que les quantités des constituants de l'insaponifiable des huiles étudiées varient régulièrement et dans le même sens en fonction de la maturité des fruits. Aussi, on peut dire que l'activité anti radicalaire des extraits lipidiques dépend des teneurs des constituants de la fraction insaponifiable est varié dans le même sens avec ces constituants.

Pour les extraits phénoliques l'activité antioxydante calculées au cours de la maturation des fruits étaient fortement corrélé avec la teneur totale en phénols ($R = 0.99$), ce qui montre la forte contribution des composés phénoliques dans l'activité antioxydante des extraits des tourteaux des fruits d'olives. Des corrélations moins importantes ont été trouvées entre les teneurs en phénols totaux et flavonoïdes ($R=0,72$) et entre l'activité antioxydante et la teneur en flavonoïdes ($0,77$).

Conclusion générale

Le présent travail nous a permis d'étudier l'influence de la date de cueillette sur le contenu en lipides des fruits d'olives et en composés phénoliques de leurs tourteaux ainsi l'évaluation de l'activité antioxydante.

Au fur et à mesure que le processus de maturation se poursuit, un certain nombre de changements physiques et chimiques, se produisent dans le fruit. Ils incluent des variations dans le profil des acides gras, où le contenu en acides gras saturés (palmitique et stéarique) diminue au cours de la maturation des fruits, tandis que les acides gras insaturés à l'exception de l'acide linoléique augmente. L'acide oléique, le principal acide gras mono-insaturé est présent dans des concentrations élevées, 64.28 à 67.20% dans les huiles des fruits matures. Les teneurs en tocophérols, stérols, caroténoïdes, phénols totaux et l'activité antiradicalaire ont diminué au cours de la maturation inversement au rendement d'huile qui a atteint son max (31,41%) au mois de novembre. Les quantités des flavonoïdes ne varient pas dans le même sens avec celles des phénols totaux et la date de cueillette. Le paramètre chimique étudié : l'indice d'acidité a diminué et atteint sa valeur minimale à la dernière date de récolte.

Les résultats montrent que plus les fruits sont immatures plus leurs capacités antiradicalaires sont plus importantes. Pour les lipides l'extrait du mois de juillet est le plus antioxydant. Tous les extraits lipidiques sont beaucoup moins actifs que la vitamine E.

Les extraits phénoliques des tourteaux des fruits immatures sont doués par des activités antiradicalaires les plus élevées (juillet et aout), ($R=0,048$ et $0,050$), les extraits phénoliques des tourteaux des fruits d'olives sont plus puissants que la vitamine C et même de la vitamine E. Pour les extraits phénoliques, l'activité antioxydante calculées au cours de la maturation des fruits étaient fortement corrélé avec la teneur totale en composés phénoliques ($R=0.99$), ce qui montre la forte contribution des composés phénoliques dans l'activité antioxydante des extraits des tourteaux des fruits d'olives.

Malgré la faible teneur en huile, les fruits immatures (juillet) de l'olivier pourraient constituer une source majeure de composés bénéfiques comme l'acide linoléique, les composés de la fraction insaponifiable (tocophérols, stérols et caroténoïdes).

L'analyse de l'évolution de la teneur en huile, les acides gras libres et la composition chimique en acides gras et l'activité antioxydante d'huile montrent que le mois de novembre est la date adéquate pour la récolte des olives pour la nutrition et la période de nouaison (mois

de juillet) est la plus appropriée pour cueillir les fruits pour utiliser l'huile à des fins thérapeutiques.

Enfin, nous pouvons dire que notre travail a apporté des résultats très intéressants et préliminaires originaux à l'appui du fait que les fruits d'olive avant la pleine maturité pourraient être une alimentation saine et une source précieuse de molécules bioactives naturelles (composés de la fraction insaponifiable et les tourteaux).

En perspective, il est utile d'analyser les différents extraits par chromatographie liquide à haute performance pour séparer et quantifier les isomères des tocophérols. Cependant, des études supplémentaires sont nécessaires pour évaluer les composés phénoliques dans les lipides et aussi pour découvrir l'influence de différents facteurs indépendamment des stades de développement de la composition chimique et des bioactivités des fruits d'huile d'olives telles que la couleur des fruits et les facteurs environnementaux, climatiques et géographiques et cela d'augmenter le nombre des échantillons (plusieurs arbres avec différentes date de collectes et différentes régions : le sud, le nord, le littorale , steppes, altitude).

Références

Bibliographiques

1. Ghedira, K., L'olivier. *Phytothérapie*, 2008. **6(2)**: p. 83-89.
2. Walter. S, J., botanique systématique une perspective phylogénétique. 2002: p. 467.
3. Veillet, S. Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive: Entre Tradition et Innovation. 2010. Avignon.
4. Lomenech, H., L'olivier: Intéret dans les produits cosmétiques 2010: Nantes.
5. AOUIDI, F., Etude et valorisation des feuilles d'olivier *olea europaea* dans l'industrie agro-alimentaire. 2012: p. 117.
6. I.O.C, NEWSLETTER, N° 145, 2020. p. 18.
7. BEN SAYAH F. TIDJANI S. Oléiculture en zones sahariennes, filière stratégique à promouvoir. 6ème Workshop sur l'agriculture saharienne : ‘ Situation de l'oléiculture en zones arides : Réalités et perspectives ’ Ouargla le 14 mars 2017 Page 12
8. I.O.C, L'Algérie ratifie l'accord du COI,, 2018.
9. Antolovich M, Bedgood DR, Bishop AG, Jardine D, Prenzler D, Robards K. 2004.LC-MS investigation of oxidation products of phenolic antioxidants. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52: 962-971.
10. Matos, L.C., et al., Chemometric characterization of three varietal olive oils (Cvs. Cobrançosa, Madural and Verdeal Transmontana) extracted from olives with different maturation indices. *Food Chemistry*, 2007. **102(1)**: p. 406-414.
11. Charef, M., et al., Determination of the fatty acid composition of acorn (*Quercus*), *Pistacia lentiscus* seeds growing in Algeria. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 2008. **85(10)**: p. 921-924.
12. Guenane, H., et al., Effect of maturation degree on composition of fatty acids and tocopherols of fruit oil from *Pistacia atlantica* growing wild in Algeria. *Natural product communications*, 2015. **10(10)**: p. 1934578X1501001023.
13. Beltrán, G., et al., Influence of harvest date and crop yield on the fatty acid composition of virgin olive oils from cv. Picual. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2004. **52(11)**: p. 3434-3440.
14. Trabelsi, H., et al., Total lipid content, fatty acids and 4-desmethylsterols accumulation in developing fruit of *Pistacia lentiscus* L. growing wild in Tunisia. *Food Chemistry*, 2012. **131(2)**: p. 434-440.
15. Emmerie, A. and C. Engel, Colorimetric determination of α -tocopherol (vitamin E). *Recueil des Travaux Chimiques des Pays-Bas*, 1938. **57(12)**: p. 1351-1355.

16. Naudet, M. and A. Hautfenne, Méthode normalisée pour la détermination des stérols totaux dans les huiles et graisses (y compris les résultats d'une étude en collaboration). *Revue française des corps gras*, 1986. 33(4): p. 167-170.
17. Barreto, M.C., Lipid extraction and cholesterol quantification: A simple protocol. *Journal of chemical education*, 2005. 82(1): p. 103.
18. Talcott, S. and L. Howard, Chemical and sensory quality of processed carrot puree as influenced by stress-induced phenolic compounds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 1999. 47(4): p. 1362-1366.
19. Wolff, J.P., *Manuel d'analyse des corps gras* 1968: Tokyo University of Fisheries.
20. Georgé, S., et al., Rapid determination of polyphenols and vitamin C in plant-derived products. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2005. 53(5): p. 1370-1373.
21. Vermerris, W. and R. Nicholson, *Phenolic compound biochemistry* 2007: Springer Science & Business Media.
22. RIBEREAU-GAYON, P., Evolution des composés phénoliques au cours de la maturation du raisin, II-Discussion des résultats obtenus en 1969, 1970 et 1971. *OENO One*, 1972. 6(2): p. 161-175.
23. Djeridane, A., et al., Antioxidant activity of some Algerian medicinal plants extracts containing phenolic compounds. *Food chemistry*, 2006. 97(4): p. 654-660.
24. Molyneux, P., The use of the stable free radical diphenylpicrylhydrazyl (DPPH) for estimating antioxidant activity. *Songklanakarin J. sci. technol*, 2004. 26(2): p. 211-219.
25. Yorulmaz, A., H. Erinc, and A. Tekin, Changes in olive and olive oil characteristics during maturation. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 2013. 90(5): p. 647-658.
26. Millet, P., et al., Rôle de la vitamine D dans la physiopathologie des maladies neurodégénératives. *Biologie Aujourd'hui*, 2014. 208(1): p. 77-88.
27. Jang, M.S., K.-S. Han, and S.-K. Kim, Identification of brassinosteroids and their biosynthetic precursors from seeds of pumpkin. *Bull. Korean Chem. Soc*, 2000. 21: p. 161-164.
28. Youssef, N.B., et al., Effect of olive ripeness on chemical properties and phenolic composition of chétoui virgin olive oil. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 2010. 90(2): p. 199-204.

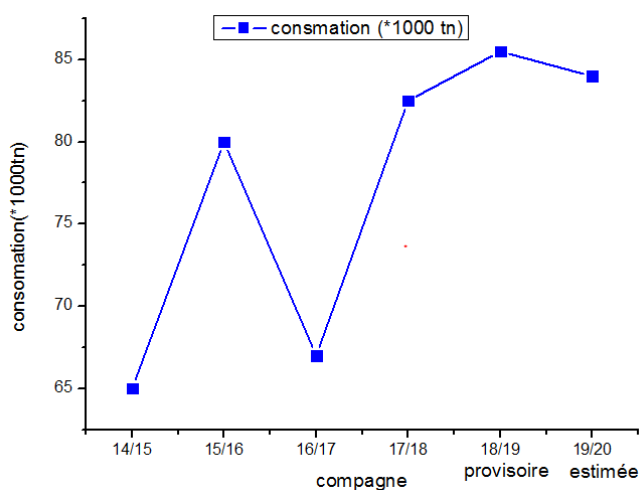
29. Salvador, M., F. Aranda, and G. Fregapane, Influence of fruit ripening on 'Cornicabra' virgin olive oil quality a study of four successive crop seasons. *Food Chemistry*, 2001. 73(1): p. 45-53.
30. Ajana, H. and A. El Antari, Fatty acids and sterols evolution during the ripening of olives from the Moroccan Picholine cultivar. *Grasas y Aceites*, 1998. 49(5-6): p. 405-410.
31. I.O.C, NEWSLETTER, N° 148, 2020. p. 13.

Annexes

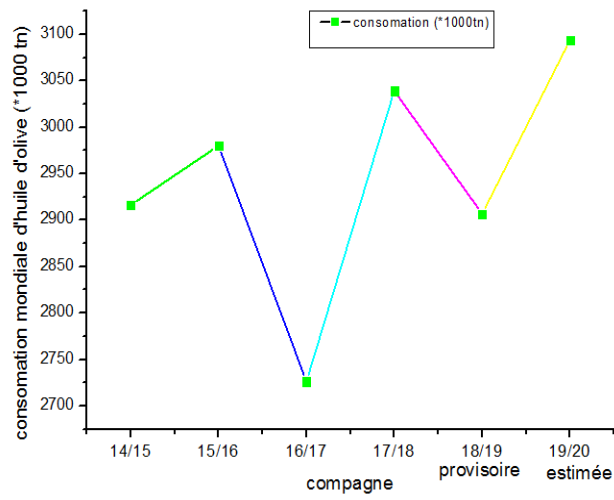
➤ Importations d'huile d'olive(T) [31].

Pays importateur	octo-18	oct-19	nov-18	nov-19	déc-18	déc-19	janv-18	janv-20
Australie	3343,7	2275,4	3378,8	2471,8	1894,3	2443,6	2363,8	3130,2
Brésil	8245,6	8334,3	8467,6	10999,9	6310,5	7845,2	6515,5	8938,4
Canada	4663,2	4516,1	4028,9	4001,1	4217,5	4182,1	3245,9	4104,4
Chine	2495,9	3203,8	4405,4	6565,4	4740,2	6586,4	7115,2	3542,4
Japon	5142,4	4963,1	5893,7	5298,7	4610,2	7189,2	5594,4	4643,6
Russie	3058,9	2834,2	2291,4	2628,9	2836,1	2904,4	1420,6	1593,7
USA	34986,8	33224,7	26394,3	22626,7	30983,4	27204,7	24753,6	23870,3
Extra-UE/28	12787,9	13189,7	14892,6	11496,3	19103,1	17621,2	14229,4	n,d
intra-UE/28	89163,6	107857,4	91148,2	3359,5	102335,2	118839,5	94954,1	n,d
Total	163888	180398,7	160900,9	169448,3	177030,5	194816,3	160192,6	49823

➤ Consommation national et mondial d'huile d'olive (Source : réalisée à partir des données du COI janvier 2020[6]).

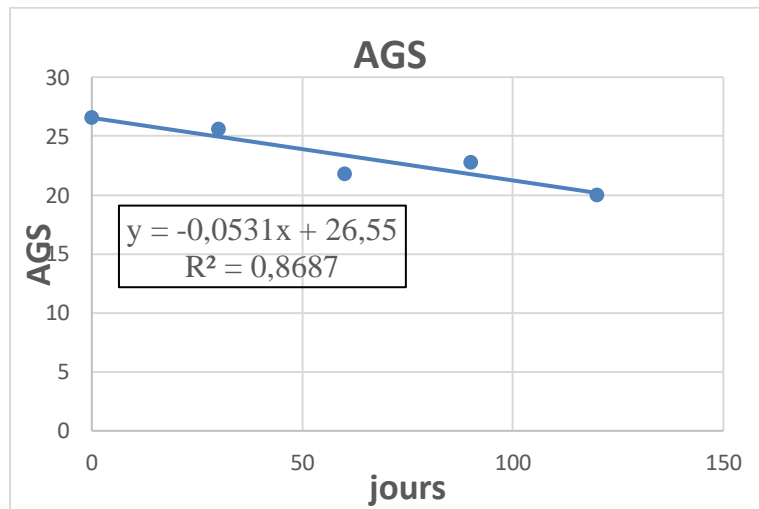


Consommation national d'huile d'olive.



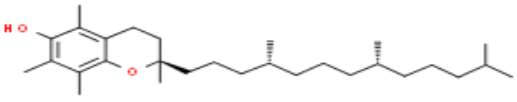
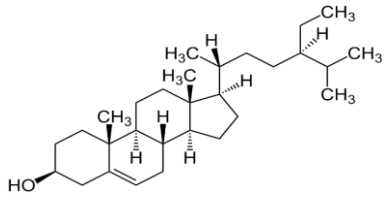
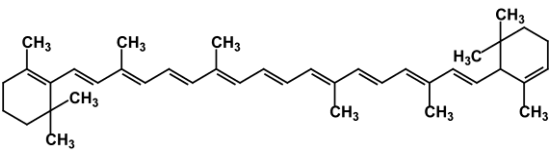
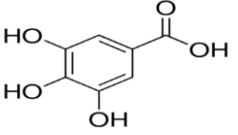
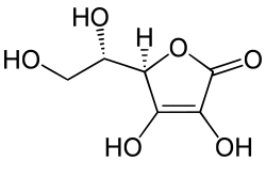
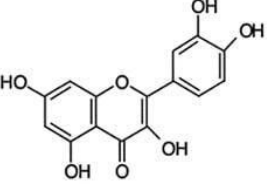
Consommation mondiale d'huile d'olive.

➤ Courbe de variation des AGS en fonction du temps



Variation des AGS en fonction de temps (AGS=f(temps))

➤ Formules des composés standards

	
<p style="text-align: center;">Vitamine E</p>	<p style="text-align: center;">β-sitostérol</p>
	
<p style="text-align: center;">β-carotène</p>	<p style="text-align: center;">Acide gallique</p>
	
<p style="text-align: center;">Acide ascorbique</p>	<p style="text-align: center;">Quercétine</p>

يهدف هذا العمل لدراسة تأثير درجة النضج على محتويات الدهون و المركبات الفينولية للزيوت و بقايا الزيتون و الفعالية المضادة للأكسدة. توضح النتائج المتحصل عليها ان تراكم الدهون يكون في ثمار الزيتون الناضجة 31,41% في شهر نوفمبر وأن الثمار غير الناضجة تحتوي على مردود ضعيف من الدهون و غنية بالتكوفيرولات و السترولات و الكروتينويدات. الفعالية المضادة للأكسدة لثمار الزيتون غير الناضجة مهمة جدا. تتناقص نسبة الأحماض الدهنية المشبعة خلال مراحل النضج (26,03 الى 20,03%) في حين تتزايد نسبة الاحماض غير المشبعة (75,09 الى 79,66%) عدا حمض اللينولنيك الذي يتناقص. تتميز بقايا الثمار غير الناضجة بغناها بالمركبات الفينولية (9,386 مغ/غ). سجلت اكبر قيم الفعالية المضادة للأكسدة على مستوى زيوت و بقايا الثمار غير الناضجة 0,681 و 25,56 µM/g على التوالي. تميزت مستخلصات بقايا الثمار غير الناضجة بفعالية مضادة للأكسدة ب 74 مرة اقوى من المستخلصات الليبيدية.

الكلمات المفتاحية: زيت الزيتون، درجة النضج، الدهون، الكسب، المركبات الفينولية ، الفعالية المضادة للأكسدة.

Résumé

Le travail entrepris dans cette étude s'est intéressé à l'influence de degré de maturité sur le contenu en lipides et composés phénoliques des huiles et des tourteaux des fruits d'Olive et l'activité anti radicalaire. Les résultats obtenus ont montré que l'accumulation des lipides augmente en fonction de la maturité des fruits 31,41 % en novembre, les fruits immatures présentent un faible rendement en huile, riches en tocophérols, en stérols, et en caroténoïdes. La proportion des acides saturés diminue en fonction de la maturité des fruits (26,6 à 20,03%), tandis que celle des acides insaturés augmentent (75,09 à 79,66 %) à l'exception de l'acide linoléique qui diminue. Les tourteaux des fruits immatures sont les plus riches en composés phénoliques (9,386 mg/g). L'activité antioxydante des huiles et des tourteaux des fruits immatures sont les plus importantes (0,681 et 25,56 µM/g respectivement). Les extraits des tourteaux des fruits immatures sont 74 fois plus puissants que les extraits lipidiques.

MOTS-CLES : huile d'olive, maturité, lipides, tourteaux, composés phénoliques, activité antioxydante,

Abstract

This work aims to show the influence of the maturity degree on lipids and phenolic contents as well as the antioxidant activity of olive fruit. The results revealed that the accumulation of lipids increases with the fruits maturity 31,41% on November. The oils of immature fruits have low oil yield, rich on tocopherols, sterols, and carotenoids. The proportion of saturated fatty acids decreases with the maturity (26,6 à 20,03%), while the unsaturated fatty acids increase (75,09 à 79,66 %) except the linolenic acid. The immature fruits meals are rich in phenolic compounds. The antioxidant activity of oils and meals of immature fruits has the best values (0,681 and 25, 56 µM/g respectively). The meals extracts of immature fruits are 74 times more powerful than the lipids extracts.

KEY-WORDS: Olive oil, maturity, lipids, meals, phenolic compounds, antioxidant activity