

## SUIVI DE LA FRACTION POLYPHÉNOLIQUE DE L'HUILE D'OLIVE IMPREGNÉE PAR LES FIGES AU COURS DU STOCKAGE

YAHIAOUI Karima<sup>1\*</sup>, BOUCHENAK Ouahiba<sup>2</sup>, LAOUFI Razika<sup>3</sup>, LEFKIR Samia<sup>1</sup>, BENHABYLES Narimen<sup>4</sup>, AIDOUD Aziouz<sup>2</sup>, YOUYOU Soraya<sup>1</sup>, NOUANI Abdelouahab<sup>1</sup> et ARAB Karim<sup>4</sup>

1. Laboratoire Technologie Alimentaire, Faculté de Technologie, Université M'Hamed Bougara de Boumerdes, Algérie.

2. Laboratoire Bio-informatique, Microbiologie Appliquée et Biomolécules, Faculté des Sciences, Université M'Hamed Bougara de Boumerdes, Algérie.

3. Laboratoire de Technologie Douce, Valorisation, Physico-chimie des Matériaux Biologiques et Biodiversité, Faculté des Sciences, Université M'Hamed Bougara de Boumerdes, Algérie.

4. Laboratoire Valorisation et Conservation des Ressources Biologiques, Faculté des Sciences, Université M'Hamed Bougara de Boumerdes, Algérie.

Reçu le 25/12/2019, Révisé le 19/06/2020, Accepté le 23/06/2020

### Résumé

**Description du sujet :** le but de ce travail est d'étudier l'effet de l'imprégnation de l'huile d'olive par les figes sur son enrichissement en composés phénoliques.

**Objectifs :** notre étude a pour objectif de suivre l'évolution de la teneur en composés phénoliques de deux huiles d'olive, imprégnées de figes sèches, l'une extraite artisanalement (HA) et l'autre industriellement (HI).

**Méthodes :** des analyses organoleptiques et physicochimiques sont réalisées pour caractériser ces huiles. Les teneurs en pigments (chlorophylle et caroténoïdes), et composés phénoliques sont déterminés avant et après macération durant 7, 15, 30 et 45 jours respectivement. L'activité antioxydante par la méthode de DPPH a été suivie durant la même période.

**Résultats :** les analyses physicochimique et organoleptiques obtenus, ont permis de classer nos échantillons en catégorie huile d'olive vierge. Les composés phénoliques de l'huile d'olive augmentent graduellement avec le temps d'imprégnation par les figes sèches et de manière significative ( $p < 0,05$ ). Les valeurs sont comprises entre 39.96 mg eq AG/100g d'huile (1<sup>er</sup> jour) et 142.3 mg eq AG/100g (45<sup>eme</sup> jour) pour HA, soit une augmentation de 28%. Concernant l'huile HI, le taux de composés phénoliques varie de 28.52 mg eq AG/100g d'huile (1<sup>er</sup> jour) et 127.7 mg eq AG/100g d'huile (45<sup>eme</sup> jour), soit une augmentation de 22.64%. En parallèle, l'imprégnation des figes ne présente pas d'effet sur la teneur en chlorophylles. Cependant le taux en caroténoïdes évolue dans le temps et de manière significative ( $p < 0,05$ ) au 45<sup>eme</sup> jour de macération.

**Conclusion :** la teneur en composés phénoliques la plus importante est observée avec l'huile d'olive artisanale et au 45<sup>eme</sup> jour d'imprégnation. L'activité antiradicalaire évolue positivement durant la macération et d'une manière significative ( $p < 0,05$ ), particulièrement avec l'huile d'olive artisanale.

**Mots clés :** Huile d'olive ; extraction ; figes ; macération ; polyphénols.

## MONITORING OF THE POLYPHENOLIC FRACTION OF OLIVE OIL IMPREGNATED BY FIGS DURING STORAGE

### Abstract

**Description of the subject:** the aim of this work is to study the effect of the impregnation of olive oil by figs on its enrichment in phenolic compounds.

**Objective :** the objective of our study is to follow the evolution of the phenolic compound content of two olive oils, impregnated with dried figs, one extracted artisanally (HA) and the other industrially (HI).

**Methods.** organoleptic and physicochemical analyses are carried out to characterise these oils. The contents of pigments (chlorophyll and carotenoids), and phenolic compounds are determined before and after maceration for 7, 15, 30 and 45 days respectively. Antioxidant activity by the DPPH method was monitored during the same period.

**Results :** the physicochemical and organoleptic analyses obtained, allowed us to classify our samples as virgin olive oil. The phenolic compounds in olive oil increase gradually and significantly with the time of impregnation by dried figs ( $p < 0,05$ ). The values are between 39.96 mg eq Fatty Acid/100g oil (1st day) and 142.3 mg eq Fatty Acid/100g (45th day) for HA, an increase of 28%. For HI oil, the level of phenolic compounds varies from 28.52 mg eq AG/100g oil (1st day) to 127.7 mg eq AG/100g oil (45th day), an increase of 22.64%. At the same time, the impregnation of figs has no effect on the chlorophyll content. However, the carotenoid rate evolves over time and significantly ( $p < 0,05$ ) on the 45th day of maceration.

**Conclusion:** the highest concentration of phenolic compounds is observed with artisan olive oil on the 45<sup>th</sup> day of impregnation. The antiradical activity evolves positively during maceration and in a significant way ( $p < 0,05$ ), especially with artisanal olive oil.

**Keywords:** Olive oil; extraction; figs; maceration; polyphenols

\*Auteur correspondant: YAHIAOUI Karima : E-mail: k.yahiaoui@univ-boumerdes.dz

## INTRODUCTION

Les composés phénoliques sont quantitativement les plus importants métabolites secondaires des plantes.

Ils possèdent une grande variété de structures allant de composés contenant un simple noyau phénolique (acide phénoliques) à des composés polymériques complexes comme les tanins [1]. *In vitro*, ces composés possèdent un large éventail d'activités biologiques (antibactériennes, anti-cancérogène, anti-inflammatoire, antioxydante etc.) [2]. En effet, ils suscitent actuellement beaucoup d'intérêt en raison du bénéfice qu'ils pourraient apporter à la santé humaine. Le régime alimentaire caractérisé par une consommation élevée et variée de produits végétaux (légumes, fruits, huile d'olive, les figues, thé...etc), est associé à un allongement de l'espérance de vie, et semble protéger contre le développement de diverses pathologies dégénératives associées au stress oxydant [3]. L'olivier et l'huile d'olive font partie intégrante de l'histoire du bassin méditerranéen. On les retrouve à travers l'histoire, depuis la civilisation grecque jusqu'à nos jours. La consommation régulière de cette huile est associée à une incidence limitée des maladies cardiovasculaires, des désordres neurologiques, cancers du sein et du colon, ainsi qu'aux propriétés antioxydantes [4].

Ces bienfaits sont liés l'un ou l'autre à sa richesse en acides gras bien-équilibrée et à la présence des biomolécules, telles que les vitamines et les composés phénoliques [5].

Les figues (*Ficus carica* L.) sont largement consommées en méditerranée, fraîches, sèches ou en confiture. Dans la médecine traditionnelle,

la figue est utilisée pour ses propriétés laxatives, antispasmodiques et pour renforcer les systèmes cardiovasculaires et respiratoires. Ces propriétés bénéfiques de la figue sont en relation avec son activité antioxydante due à la présence de composés phénoliques [6].

Les principaux composés phénoliques présents sont les acides phénoliques, les flavonols, les flavones, les flavan-3-ols, la rutine et les anthocyanes [7].

Généralement, la production nationale en huile d'olive est obtenue par presse et ceci ne valorise pas la production du fruit d'olivier. Les polyphénols étant relativement hydrosolubles passent dans les margines.

L'huile se trouve ainsi appauvrie en composés phénoliques, responsables de l'activité antioxydante. Par conséquent, et pour assurer une amélioration de la qualité nutritionnelle, l'enrichissement de l'huile d'olive en ces métabolites secondaires s'avère intéressant [8]. L'objectif de cette étude et de suivre l'évolution des composés phénoliques de deux types d'huiles d'olive (artisanale et industrielle), imprégnées de figues sèches, ainsi que l'activité antioxydante avant et après macération des figues séchées.

## MATÉRIEL ET MÉTHODES

### 1. Matériel végétal

Les figues (*F. carica*) ont été collectées au cours du mois d'août de l'année 2007, dans la région de Dellys. Ces dernières ont subi un séchage au soleil. Pour l'expérimentation, des échantillons d'olives de variété Chemlal, choisie du fait de son importante représentativité en Algérie, ont été récoltés de la région de Bouira durant la campagne 2017/2018. L'huile d'olive a été obtenue en adoptant deux techniques d'extraction. La première est une méthode artisanale qui consistait en un séchage des olives au soleil pendant une semaine au minimum, suivi d'un broyage et d'un malaxage par les pieds dans des récipients. La récupération de l'huile s'est fait par suintement. La seconde est industrielle, basée sur un broyage et un malaxage accompagnée d'une extraction par pressage. L'huile obtenue a été séparée de la margine par centrifugation. L'huile d'olive artisanale (HA) et l'huile d'olive industrielle (HI) ont été imprégnées par les figues séchées et les paramètres de qualité ont été analysés.

### 2. Imprégnation des huiles par les figues

Cinq flacons en verre contenant 100ml de l'huile d'olive HA et cinq autres contenant 100ml de l'huile d'olive HI ont été préparés. Chaque flacon, à l'exception des deux flacons témoins HA et HI, a été additionné de 40g de figues. Ce ratio a été déterminé au préalable selon les pratiques culinaires algériennes. La durée d'imprégnation des huiles d'olives par les figues a été prédéfinie aléatoirement. Ainsi, les flacons ont été stockés pendant 7 jours, 15 jours, 30 jours et 45 jours, dans l'obscurité à une température ambiante (25°C). A la fin de la période de stockage, les figues ont été éliminées et l'huile d'olive a été maintenue à 4°C.

La codification des lots et le procédé adopté est comme suit : (i) HA : huile d'olive extraite par la méthode artisanale non imprégnée par les figues (Témoin) ; (ii) HI : huile d'olive extraite par la méthode industrielle non imprégnée par les figues (Témoin) ; (iii) HA7 : huile d'olive artisanale imprégnée par les figues pendant une semaine ; (iv) HI7 : huile d'olive industrielle imprégnée par les figues pendant semaine ; (v) HA15 : huile d'olive artisanale imprégnée par les figues pendant deux semaines ; (vi) HI15 : huile d'olive industrielle imprégnée par les figues pendant deux semaine ; (vii) HA30 : huile d'olive artisanale imprégnée par les figues pendant 30 jours ; (viii) HI30 : huile d'olive industrielle imprégnée par les figues pendant 30 jours ; (ix) HA45 : huile d'olive artisanale imprégnée par les figues pendant 45 jours ; (x) HI45 : huile d'olive industrielle imprégnée par les figues pendant 45 jours.

### 3. Paramètres de qualité

#### 3.1. Analyses organoleptiques

Une simple analyse chimique ne peut suffire pour déterminer la qualité d'une huile. En effet, les composés volatiles qui se développent au cours du procédé de fabrication de l'huile, puis pendant son stockage sont capables de modifier son odeur et sa saveur. Pour cela, une analyse sensorielle a été réalisée en tenant compte des normes du conseil oléicole international [9]. L'évaluation des caractéristiques sensorielles a été basée sur des critères normalisés [10]. Un jury de dégustation a été désigné, formé de 10 membres confirmés. La dégustation se fait dans des verres d'une taille moyenne et de couleur foncé, pour que la couleur de l'huile n'influence pas la perception du dégustateur. La quantité nécessaire est de 15 ml à une température de  $28 \pm 2^\circ\text{C}$ . Les analyses ont été effectuées en une seule fois avec un rythme de 5 dégustations par jour. Ces analyses ont porté sur les critères représentatifs de la qualité (fruité, vert, amer, piquant). Chaque dégustateur attribue une note globale, puis les données sont traitées pour désigner la catégorie d'huile étudiée.

#### 3.2. Analyses physicochimiques

La caractérisation des échantillons d'huiles a porté sur le taux d'humidité, l'acidité libre, l'indice d'iode, l'indice de peroxyde, l'indice de saponification, et le coefficient d'extinction (K232 et K270). Ces paramètres ont été déterminés selon les méthodes d'analyse décrites dans le règlement CEE / 2568/91 de la Commission de l'Union européenne [11].

### 4. Teneurs en pigments

Parmi les principaux pigments trouvés dans les huiles végétales on trouve les caroténoïdes et les chlorophylles. La teneur totale en pigments des huiles d'olive est un signe de qualité important, et elle est en corrélation avec la couleur [12]. La teneur en carotènes et en chlorophylles a été déterminée suivant les méthodes décrites ci-dessous :

#### 4.1. Détermination de la teneur en chlorophylles

Le dosage des pigments chlorophylliens a été réalisé selon la méthode décrite par Wolff [13], basée sur une quantification par spectrophotométrie dans le domaine du visible. Les absorbances aux longueurs d'ondes 630, 670 et 710 nm des échantillons d'huiles filtrés, ont été mesurées par rapport à un solvant de référence (tétrachlorure de carbone) à l'aide d'un spectrophotomètre. La teneur en chlorophylles dans l'huile, exprimée en milligrammes par kilogramme de matière grasse, est donnée par la formule suivante : Chlorophylles (mg/kg) =  $A_{670} - (A_{630} + A_{710}) / 2 \times (0,1086 \times L^{-1})$ . Où :  $A_{630}$  : Absorbance à 630 nm;  $A_{670}$  : Absorbance à 670 nm;  $A_{710}$  : Absorbance à 710 nm; L : épaisseur de la cuve (1cm) et K: coefficient d'extinction de la chlorophylle dans l'huile ( $K \approx 0,1086$ ).

#### 4.2. Détermination de la teneur en caroténoïdes

Afin de réaliser ce test, la méthode adoptée est celle préconisée par Mínguez-Mosquera *et al.* [14]. Pour cela, une prise de 7,5 grammes d'huile a été introduite dans une fiole jaugée de 25 ml remplie, jusqu'au trait de repère par du cyclohexane. L'absorbance de la solution de matière grasse obtenue est mesurée par rapport à celle du solvant à 470 nm. La teneur en carotènes est déterminée par la formule suivante : Carotène (mg/kg) =  $(A_{470} \cdot 25 \cdot 10000) / (2000 \cdot 7,5)$ . Où :  $A_{470}$  : absorbance à 470 nm et 7,5 g : poids de l'huile

### 5. Teneurs en composés phénoliques totaux et mesure de l'activité antioxydante

#### 5.1. Extraction des composés phénoliques d'huile d'olive (liquide-liquide)

L'extraction des composés phénoliques est réalisée selon le protocole de Pirisi *et al.* [15]. Pour extraire les composés phénoliques, 2 g d'huile d'olive ont été introduits dans un tube, additionnés de 1 ml n-hexane et 2 ml de méthanol 60%.

Après homogénéisation, la mixture a été centrifugée pendant 5 min à 3000 tours.

Le surnageant (méthanol) contenant les polyphénols a été récupéré. Cette procédure a été répétée deux fois afin d'épuiser l'huile. Les surnageants, ont été réunis avant d'être concentrés à sec sous vide à 40°C, puis récupérés dans 1 ml de méthanol 50%.

### 5.2. Extraction des composés phénoliques des figes sèches (solide-liquide)

Les composés phénoliques ont été extraits selon la méthode de Boizot et Charpentier [16] modifiée, par macération de 50 mg de poudre dans 2 ml de solvant organique (méthanol 80%), sous ultrasons pendant 45 min et à 4°C pour empêcher l'action de polyphénoloxydases qui dégraderaient les composés phénoliques. Après centrifugation, le surnageant contenant les polyphénols a été récupéré. Une deuxième extraction identique sur le culot a été réalisée pour extraire 30% de composés phénoliques supplémentaires et donc obtenir un dosage plus exhaustif. Les surnageants sont réunis avant d'être concentrés à sec sous vide à 45°C.

### 5.3. Dosage des composés phénoliques

Les composés phénoliques ont été déterminés selon la méthode préconisée par Vasquez Roncero *et al.* [17] qui utilise le réactif Folin-Ciocalteu's et l'acide gallique comme standard. Pour cela, 500 µl de réactif Folin-Ciocalteu's et 450 µl d'eau distillée ont été ajoutés à un tube contenant 50 µl d'extrait avec agitation vigoureuse. Après 3 minutes, 400 µl de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (75 g.L<sup>-1</sup>) ont été additionnés. Les tubes ont été incubés à 25°C à l'obscurité pendant 40 minutes. L'absorbance a été lue à 725 nm contre un blanc contenant le méthanol au lieu de l'extrait. La teneur en composés phénoliques de l'extrait a été déterminée à partir de la courbe d'étalonnage d'acide gallique et les résultats ont été exprimés en mg équivalent d'acide gallique par kg d'huile d'olive (mg eq AG/kg d'huile).

### 5.4. Etude de l'activité antioxydante des composés phénoliques

L'activité antiradicalaire des différents extraits à tester a été déterminée selon la méthode de Sanchez Moreno [18], qui utilise le DPPH comme un radical libre relativement stable. La solution du DPPH a été préparée à l'avance par solubilisation de 2,4 mg de DPPH dans 100ml de méthanol absolu. 25 µl de l'extrait est ajouté à 975 µl de DPPH. Des solutions d'antioxydants de référence (acide ascorbique) ont été également préparées dans les mêmes conditions pour servir de témoin positif.

Le témoin négatif est constitué uniquement de DPPH et du méthanol. Le mélange est laissé à l'obscurité pendant 30 min jusqu'à décoloration. Le dosage est réalisé par spectrophotométrie à une longueur d'onde de 517 nm. Les résultats peuvent être exprimés en tant qu'activité anti-radicalaire où l'inhibition des radicaux libres en pourcentages (I %) en utilisant la formule suivante :  $I \% = [1 - (\text{Abs Échantillon} - \text{Abs Contrôle négatif})] \times 100$ . Où : I % : pourcentage de l'activité anti-radicalaire ; Abs Échantillon : absorbance de l'échantillon ; Abs Contrôle négatif : absorbance du contrôle négatif.

### 6. Analyses statistiques

L'étude statistique a été réalisée par le logiciel Statistica (6.0). Toutes les expériences ont été réalisées en triple. Les résultats ont été exprimés en moyenne ± SD, et analysés par le test ANOVA univarié pour les comparaisons multiples, le test de Tukey et la détermination des taux de signification. Les valeurs de  $p \leq 0,05$  sont considérées statistiquement significatives.

## RÉSULTATS

### 1. Paramètres de qualité

Les critères de qualité des huiles d'olives englobent les caractéristiques physico-chimiques et organoleptiques. Ils représentent l'essentiel de la classification commerciale des huiles d'olive selon le Conseil Oléicole International [9] et le règlement de la Commission Européenne (CE 2568/91) [11].

### 2. Propriétés organoleptiques.

L'évaluation sensorielle de l'huile d'olive permet d'établir les critères nécessaires à la connaissance des caractéristiques de la flaveur de l'huile d'olive vierge et de procéder à son classement qualitatif [19]. Les résultats obtenus par des tests de dégustations portés sur le goût, la couleur, l'aspect et l'odeur sont exprimés au tableau 1.

L'ensemble des résultats des analyses physico-chimiques réalisées sont mentionnés dans le tableau 2. Les résultats des analyses physico-chimiques de HA et HI sont respectivement : la teneur en eau (0,18±0,1% ; 0,20±0,2%), l'acidité libre (1,41±0,013% ; 2,10±0,02%), l'indice d'iode (87,81±0,6 ; 87,69±1,52), l'indice de peroxyde (5,2±0,3 mEq O<sub>2</sub>/Kg ; 6,55±0,5 mEq O<sub>2</sub>/Kg) et l'extinction spécifique K270 (0,2 ; 0,22), K232 (1,523 ; 1,7). Ces résultats montrent que l'huile artisanale (HA) possède les meilleures caractéristiques.

Toutefois, les indices de qualités des deux huiles sont conformes à la norme COI [8] et permet leur classement dans la catégorie d'huile d'olive vierge [9].

## 2. Teneurs en pigments

Vue sa corrélation avec la couleur, la teneur totale en pigments des huiles d'olive est un paramètre de qualité important, considéré comme premier attribut de l'huile d'olive vierge évaluée par les consommateurs [12].

### 2.1. Teneurs en chlorophylles

Les teneurs obtenues pour la chlorophylle des échantillons étudiés, sont exprimées en mg/kg, (Fig. 1). L'analyse statistique des résultats par ANOVA a montré une différence significative ( $p < 0,05$ ) entre les échantillons de l'huile d'olive traditionnelle et ceux de l'huile d'olive industrielle, sachant que les plus grandes valeurs ont été enregistrées par l'huile d'olive artisanale. Cependant, l'augmentation de la concentration en chlorophylle au cours du stockage n'est pas significative pour HA et HI par rapport aux témoins respectifs pendant toute la durée d'imprégnation.

### 2.2. Teneurs en Caroténoïdes

Les teneurs en caroténoïdes des échantillons sont exprimées en mg/kg (Fig. 2). Il ressort des résultats obtenus que la teneur en caroténoïdes varie entre  $2,5 \pm 0,17$  mg/kg et  $4,2 \pm 0,21$  mg/kg pour l'huile artisanale et entre  $0,962 \pm 0,15$  mg/kg et  $1,65 \pm 0,23$  mg/kg pour l'huile d'olive industrielle. L'analyse statistique a révélé une différence hautement significative ( $p < 0,01$ ) entre l'huile extraite traditionnellement et celle extraite industriellement, avant et après imprégnation par des figues sèches. De plus, une évolution importante des caroténoïdes avec le temps a été notée. La plus grande valeur a été enregistrée par l'échantillon HA45 avec une valeur de 4,2 mg/kg après 45j d'imprégnation. Cette augmentation est probablement due à la présence des figues. En revanche, selon le test de Tucky, les deux huiles présentent une différence significative pendant toute la période de stockage à l'exception de 30 j et 45 j.

## 3. Teneurs en composés phénoliques

4. Les résultats du dosage des composés phénoliques de deux types d'huile d'olive avant et après imprégnation par des figues sèches sont représentés dans la figure 3.

La teneur en composés phénoliques a été rapportée en milligramme d'équivalents d'acide gallique par 100 grammes d'échantillon (mg E.A.G./100g). Les résultats des témoins obtenus ont montré une concentration en composés phénoliques de l'huile d'olive HA plus importante comparée à celle de l'huile HI avant et après imprégnation par des figues sèches. Les valeurs de la teneur en composés phénoliques ont augmenté de 39,96 à 142,3meq AG/100g pour HA, soit un taux d'augmentation de 28%, et de 28,92 à 127,7meq AG/100g pour HI, soit un taux d'augmentation de 22,64%. Une différence significative a été notée durant la période de stockage ( $p < 0,05$ ). Cette augmentation ne peut être justifiée que par le passage des composés phénoliques des figues vers l'huile d'olive où cette dernière a joué le rôle d'un solvant d'extraction.

## 5. Activité scavenger sur le radical DPPH

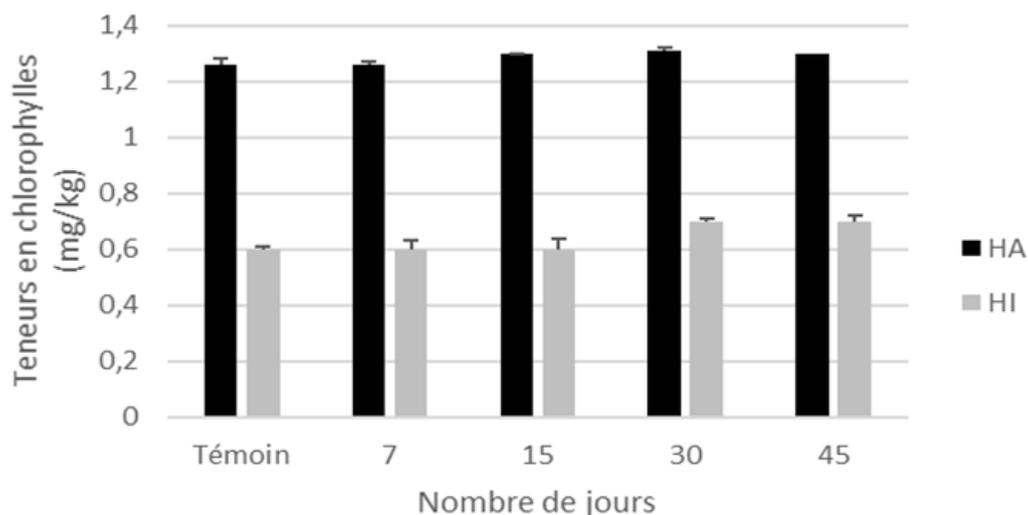
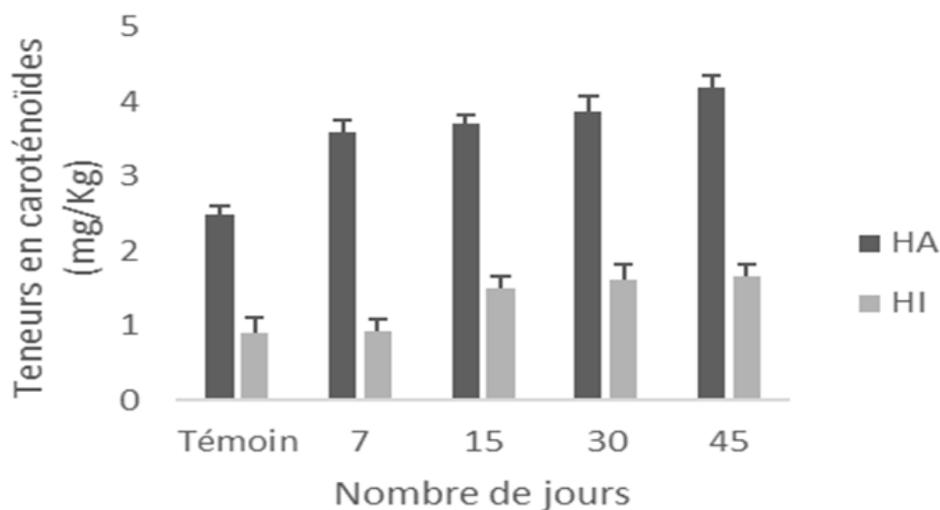
L'activité antioxydante des deux types d'huile d'olive sur le radical DPPH est présentée dans la figure 4. L'ensemble des résultats a montré une augmentation progressive, durant la période d'imprégnation des huiles d'olives par les figues sèches, du taux d'inhibition de HA et HI. Les meilleurs pourcentages d'inhibition du radical DPPH ont été enregistrés par HA45 ( $89,88 \pm 0,02\%$ ) et HA30 ( $77,73 \pm 0,06\%$ ), suivi par HI45 ( $75,40 \pm 0,02\%$ ). Le plus faible pourcentage a été noté par HI ( $41,88 \pm 0,03\%$ ). Toutes ces valeurs de la capacité antiradicalaire sont nettement inférieures à celle trouvée par l'acide ascorbique, soit un pourcentage d'inhibition de 92%. L'analyse statistique a révélé des corrélations linéaires entre l'activité anti-radicalaire des extraits d'huile d'olive analysés et les teneurs en composés phénoliques, avec des coefficients de corrélation de  $r = 0,91$  (HA) et  $r = 0,84$  (HI). L'analyse statistique a montré aussi des différences significatives ( $p < 0,05$ ) au cours du stockage de l'huile d'olive. En effet, la capacité de piégeage du DPPH augmente progressivement au cours du stockage pour l'huile HA, les valeurs sont comprises entre 45,64% (1<sup>er</sup> jour) et 89,88% (30<sup>eme</sup> jour), soit une augmentation de 44%. Quant à l'huile HI, une amélioration progressive de l'activité antiradicalaire a été constatée du premier jour (41,88%) aux quarante cinquième jours (79,69%), soit une augmentation de 38%.

Tableau 1: caractérisation organoleptiques des huiles analysées

Paramètres	HA	HI
Couleur	Claire	Jaune
Odeur	Bonne	Acceptable
Gout	Fruité	Piquant
Aspect	Trouble	Limpide

Tableau 2. Caractérisation physicochimique des huiles d'olive analysées

Paramètres	HA	HI	NORMES C.O.I. [8].
<b>Humidité (%)</b>	0,18±0,1	0,2±0,2	≤0,2%
<b>Acidité libre (%)</b>	1,41±0,013	2,10±0,02	≤3,3
<b>Indice d'iode</b>	87,81±0,6	87,69±1,52	75<N<94
<b>Indice de peroxyde (mEq O<sub>2</sub>/Kg)</b>	5,2±0,3	6,55±0,5	≤20
<b>Extinction spécifique K270</b>	0,2	0,22	≤0,22
<b>Extinction spécifique K232</b>	1,523	1,7	≤2,5

Figure 1 : teneurs en chlorophylles des huiles étudiées  
HA : Huile d'olive artisanale ; HI : huile d'olive industrielleFigure 2 : teneurs en caroténoïdes des huiles étudiées  
HA : Huile d'olive artisanale ; HI : huile d'olive industrielle

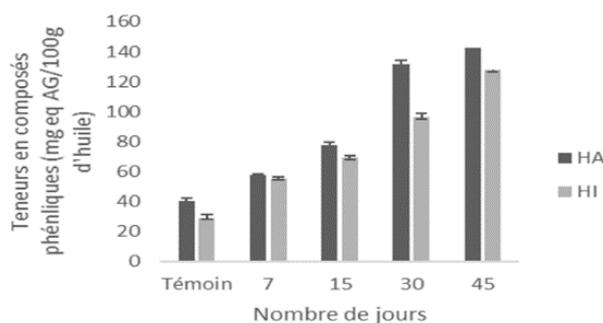


Figure 3 : teneurs en composés phénoliques des huiles étudiées  
HA : Huile d'olive artisanale ; HI : huile d'olive industrielle

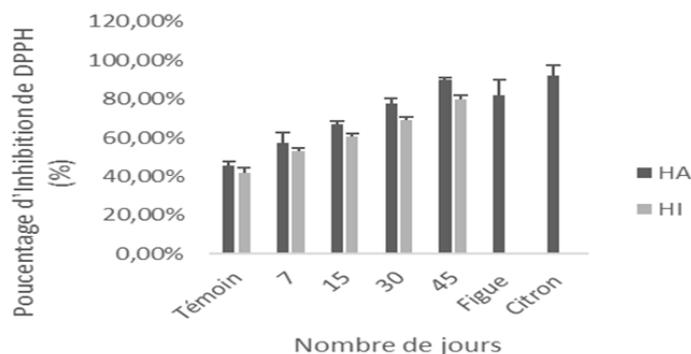


Figure 4 : activité anti-radicalaire des différents échantillons étudiés  
HA : Huile d'olive artisanale ; HI : huile d'olive industrielle

## DISCUSSION

### 1. Critère de qualité des huiles

La qualité de l'huile d'olive peut être classée en différentes catégories par l'utilisation de paramètres chimiques, physiques et sensoriels conformément aux normes établies par le conseil oléicole [9]. L'évaluation sensorielle de l'huile d'olive permet de caractériser la saveur de l'huile d'olive vierge et de procéder à son classement qualitatif [19]. La mesure de l'acidité, de l'indice de peroxyde, de l'absorbance dans l'UV de l'huile, ainsi que les caractéristiques organoleptiques caractérisent la catégorie d'appartenance. Ces mesures représentent les paramètres de qualité de l'huile d'olive vierge [20]. L'humidité de l'huile d'olive correspond à la quantité d'eau présente dans l'huile. Celle-ci provient des procédés d'extraction et des tissus végétaux. Les résultats obtenus dans notre étude, que le taux d'humidité des huiles analysées ne présente pas de différence significative ( $p > 0,05$ ). Généralement, les variations d'humidité sont liées à la variété des olives et à l'origine géographique [21]. L'acidité libre est un facteur important permettant d'évaluer la qualité d'une huile. En conséquence, elle est largement utilisée à la fois comme critère classique de classification et de norme commerciale d'huile d'olive [22].

d'évaluation de l'altération de l'huile par hydrolyse. Dans les huiles végétales, les acides gras naturels sont essentiellement présents sous forme de triglycérides correspondant à une teneur de 98-99%. L'hydrolyse de ces derniers libère les acides gras et leur dosage permet donc d'illustrer l'état d'altération de l'huile [23]. Les valeurs d'acidité enregistrées sont inférieures à 2%, ce qui correspond à la norme établie par conseil oléicole international appliquée aux huiles d'olive vierge [9].

Ces résultats sont nettement inférieurs aux autres variétés d'huile extraites traditionnellement (situées entre 2,14 et 2,84) [24]. Cependant, ils sont supérieurs aux variétés du sud de la Tunisie notamment la variété Chemlali (1%) et la variété Chétoui (0,9%) [25]. Par ailleurs, l'évaluation qualitative de toutes les insaturations du corps gras est déterminée par l'indice d'iode [26 ; 27]. Un indice d'iode élevé indique un contenu élevé en insaturations. Il sert à évaluer l'aptitude d'une huile à devenir rance. Il est aussi utilisé pour la détermination du niveau de détérioration oxydative de l'huile par une oxydation enzymatique ou chimique [28]. Les deux huiles étudiées présentent des valeurs d'indice d'iode répondant aux normes COI [9].

mais également comme critère

Pour les échantillons d'huiles étudiés, les valeurs de l'indice de peroxyde obtenues demeurent largement inférieures à la limite fixée par la norme COI [13]. Nos huiles présentent des valeurs inférieures à celles des huiles tunisiennes (6,6 à 11,5 meq O<sub>2</sub>/kg) [29] et des huiles olive marocaines (12,07 à 18,66 méq O<sub>2</sub>/kg) [30]. Cet indice de peroxyde des huiles est un indicateur important du taux d'oxydation [31].

Ce paramètre est lié à la récolte, à la conservation et au mode d'extraction. Il reflète le degré d'oxydation des huiles, accéléré par la présence d'oxygène, la température et certains catalyseurs. Ces facteurs agissent sur les doubles liaisons des acides gras insaturés pour former des peroxydes et des hydro peroxydes [32]. Il est également utilisé pour surveiller tout problème de production qui se produit après la récolte et pendant le traitement [33]. Des indices de peroxydes relativement bas indiquent une faible oxydation de l'huile. Plusieurs facteurs peuvent l'influencer, à savoir l'état sanitaire des fruits et les conditions de transformation tels que la récolte, le transport et le stockage des olives [34].

Les valeurs de l'indice de peroxydes  $\leq 20$  meq O<sub>2</sub>/Kg d'huile ne signifient pas toujours l'absence de phénomène d'oxydation. Le recours à la détermination des coefficients d'absorbance K232 et K270 dans l'ultraviolet, renseigne sur la présence ou l'absence de produits d'oxydation secondaire dans l'huile [35]. Enfin, les valeurs de K232 et K270 des huiles étudiées indiquent qu'elles n'excèdent pas les limites fixées par le Conseil Oléicole International pour les huiles d'olives vierges [9]. Ces résultats sont proches de ceux enregistrés par certaines études sur les huiles marocaines [36]. L'extinction à 232nm et 270 nm d'un corps gras brut peut être considérée comme une image de l'état d'oxydation de l'huile. Ce paramètre est un indicateur de la douceur de la méthode d'extraction et de l'état l'oxydation suite à une surexposition de l'huile à l'air lors de la trituration [37]. En effet, le procédé d'extraction a un effet significatif sur la stabilité et la qualité de l'huile. La force de pression utilisée pour la séparation de l'huile et la quantité de l'eau additionnée à la pâte d'olive durant l'extraction sont des paramètres importants [38]. La meilleure méthode de trituration est celle qui ajoute le moins d'eau possible du fait que celle-ci dilue les entités hydrophiles et aide à leur élimination dans la phase aqueuse [39].

En se basant sur l'ensemble des caractères organoleptiques et physicochimiques obtenus, les huiles analysées sont classées dans la catégorie d'huile d'olive vierge [9].

## 2. Teneurs en pigments

La coloration de l'huile d'olive est due essentiellement à la présence de pigments appartenant à la famille des chlorophylles et des caroténoïdes. Les chlorophylles peuvent exercer une activité antioxydante à l'obscurité et une activité pro-oxydante en présence de la lumière [37]. L'huile d'olive artisanale a révélé une valeur plus élevée en chlorophylle. Toutefois, les teneurs en chlorophylles pour tous les échantillons d'huile d'olive étudiés (HA et HI), sont strictement inférieures à 20 mg/kg. Ce qui correspond à la valeur maximale indiquée par le COI [9]. Nos résultats sont proches des valeurs obtenues par Benaziza et Semad [38]. Sur plusieurs variétés d'huile d'olive dans le sud-est de l'Algérie, où la valeur la plus marquante était de 0,76 mg/kg. Les faibles teneurs enregistrées par ces auteurs peuvent être dues à l'effet du degré de maturité, le système d'extraction, le sol et les conditions climatiques. La stabilité de la fraction chlorophyllienne au cours de la macération est accompagnée par une augmentation de la teneur en caroténoïdes qui confèrent à l'huile sa couleur jaune au dépend de la coloration verte chlorophyllienne. Les caroténoïdes totaux varient en fonction de la variété, du degré de maturité, de la méthode de cueillette des olives, du système d'extraction utilisé et de l'âge de l'huile [20]. Ils sont considérés parmi les inhibiteurs les plus efficaces de la photo-oxydation induite par les pigments chlorophylliens [23]. En effet, les chlorophylles en présence de la lumière agissent comme catalyseurs dans la formation d'état singlet de l'oxygène. Par conséquent, elles favorisent les premières phases du processus d'auto-oxydation [39]. La figue contient plusieurs caroténoïdes avec une prépondérance du lycopène, suivi de la lutéine et du  $\beta$ -carotène, en plus de la présence de la crypto-xanthine et de l' $\alpha$ -carotène [40]. Les caroténoïdes sont mieux absorbés dans l'organisme lorsqu'une petite quantité de lipides (gras) est consommée au même moment [41]. Il a été constaté pendant la macération, une évolution importante des caroténoïdes, dont la plus grande valeur est notée pour HA 45.

Ces résultats sont supérieurs à ceux enregistrés sur d'autres huiles algériennes dont les teneurs en carotène oscillent entre 0,67 et 1,70 mg/kg [30]. En revanche, ils sont inférieurs aux teneurs révélées par une variété espagnole dénommée «Cornicabra» avec une valeur de 19 mg/kg [42]. La variation de la teneur en caroténoïdes de l'huile d'olive est étroitement dépendante du processus utilisé lors de l'extraction, et les huiles d'olives extraites traditionnellement sont plus riches en caroténoïdes [50].

### 3. Teneurs en composés phénoliques et activité antioxydante

L'huile d'olive vierge est quasiment la seule huile contenant des quantités notables de substances phénoliques naturelles. Ces composés confèrent une meilleure stabilité lors du stockage de l'huile en augmentant sa résistance à l'auto-oxydation et contribuent également aux propriétés organoleptiques [43]. Lors de cette étude, l'augmentation de la teneur en composés phénoliques pendant la macération des figues dans l'huile d'olive peut être expliquée par le transfert des composés phénoliques à partir des figues vers l'huile d'olive. D'une manière générale, la variété Chemlal possède une richesse modérée en polyphénols comparativement aux autres variétés d'olivier [30]. D'après Boscou [44], l'industrialisation de l'extraction des huiles a engendré des disparités qualitatives de la qualité de l'huile, un enrichissement en substances bioactives est devenu une option. Par ailleurs, il est validé que les opérations de broyage et de pressage, conduites en pleine air de la pâte des olives, affectent la qualité de l'huile d'olive. L'huile ainsi extraite se trouve appauvrie en composés phénoliques (allant jusqu'à 50%) [8]. De ce fait, un enrichissement en composés phénoliques, pour l'amélioration du pouvoir antioxydant des huiles, peut être considéré comme une alternative compensatoire des pertes en métabolites secondaires. Dans ce sens et à propos de l'activité antioxydante, les résultats obtenus, lors de notre étude, ont montré une augmentation progressive du taux de piégeage de DPPH durant la macération pour les deux huiles pour atteindre une valeur de 44% pour HA et 38% pour HI comparés aux témoins respectifs. Bendini *et al.* [45], ont rapporté une corrélation positive entre l'activité antioxydante de l'huile d'olive et sa teneur en composés phénoliques. Selon ces auteurs, ces métabolites secondaires confèrent une grande stabilité oxydative durant le stockage [45].

Dans notre cas, l'importante activité antioxydante de HA reflète sa richesse en composés phénoliques renforcé par une meilleure diffusion des composés phénoliques des figues vers l'huile d'olive. Il s'est avéré que la part de la fraction phénolique dans la stabilité oxydative de l'huile d'olive est de 30%, cette contribution est la plus importante comparativement aux autres fractions, notamment la composition en acide gras et en caroténoïdes qui participent à environ 27% et 6% respectivement [14].

### CONCLUSION

L'huile d'olive est une source importante d'antioxydants naturels tels que, les composés phénoliques et les caroténoïdes. Les résultats obtenus indiquent que la macération jusqu'à 45 jours des figues affecte significativement les teneurs en composés phénoliques ainsi que le potentiel antioxydant. D'autre part, le procédé d'extraction de l'huile joue un rôle prépondérant dans son comportement tant que solvant d'extraction des composés phénoliques des figues. Le meilleur résultat a été obtenu avec l'huile traditionnelle. En vue de ces résultats, l'usage des huiles traditionnelles lors de l'imprégnation des figues est préconisé. En perspective, l'effet antioxydant n'est pas attribuée seulement au facteur quantitatif, la qualité du contenu phénolique joue aussi un rôle déterminant, il serait intéressant d'identifier les composés phénoliques totaux de la figue et ceux qui ont migrés et détectés dans l'huile d'olive. Par ailleurs, il serait important de procéder dans des études ultérieures à l'utilisation de l'enrichissement des huiles par les figues comme outils d'optimisation de la stabilité pendant le stockage.

### RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1]. Omar J.M., Carolien J.P. van den Bout-van den Beukel Mecky I.N., Mainen J. Moshi, Frans H.M.,Haji O. Selemani H. Mbwambo J.A.M. Van der Ven E. & Verwei J. (2006). Antifungal activity of some Tanzanian plants used traditionally for the treatment of fungal infections. *J. of Ethnopharmacology*, vol. 108 (1) : 124132.
- [2]. Japon-Lujan R., Janeiro P. & Luque de Castro M.D. (2008). Solid-liquid transfer of biophenols from olive leaves for the enrichment of edible oils by a dynamic ultrasoundassisted approach. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 56: 7231–7235.

- [3]. **Lalas S., Athanasiadis V., Gortzi O., Bounitsi M., Giovanoudis I., Tsaknis J. & Bogiatzis F. (2011).** Enrichment of table olives with polyphenols extracted from olive leaves. *Food Chemistry*, 127: 1521–1525.
- [4]. **Ghedira K. (2008).** L'Olivier. *Journal de la phytothérapie*, 6 : 83-86.
- [5]. **Martin S. & Andriantsitohaina R. (2002).** Mécanismes de la protection cardiaque et vasculaire des polyphénols au niveau de l'endothélium. *Annales de cardiologie et d'angéiologie*, 51: 304-315.
- [6]. **Kamiloglu S., & Capanoglu E. (2015).** Polyphenol content in figs (*Ficus carica* L.): Effect of sun-drying. *Journal of Food Properties*, 18(3), 521-535.
- [7]. **Del Caro A. & Piga A. (2008).** Polyphenol composition of peel and pulp of two Italian fresh fig fruits cultivars (*Ficus carica* L.). *Eur Food Res Technol*, 226 :715–719 .
- [8]. **Chimi H. (2006).** Technologies d'extraction de l'huile d'olive et gestion de sa qualité. *Bulletin de transfert de technologie, MADRPM/DERD*, (141).
- [9]. **C.O.I. (2015).** *Conseil Oléicole International*. Norme commerciale applicable aux huiles d'olives et aux huiles de grignons d'olives. 17 p.
- [10]. **C.O.I. (1996).** *Analyse spectrophotométrique dans l'ultraviolet*. Conseil Oléicole international : T20 : Doc 19 6juin 1996, Madrid. Espagne.
- [11]. **Commission Regulation (EEC). (1991).** No. 2568/91, on the characteristics of olive oil and olive-residue oil and on the relevant methods of analysis, Official Journal L 248, 5 September 1991, pp. 1–83.
- [12]. **Gargouri M. & Legoy M. D. (2002).** A Two-Enzyme System for the Transformation of Unsaturated Oils to 9(S)-Hydroperoxy Fatty Acids. *Biotechnology Letters*, 24 (11): 915-18.
- [13]. **Wolff J. P. (1968).** *Manuel d'analyse des corps gras*. Tokyo University of Fisheries.
- [14]. **Mínguez-Mosquera M.I., Gandul-Rojas B., Montañó-Asquerino A. & Garrido-Fernández J. (1991).** Determination of chlorophylls and carotenoids by high-performance liquid chromatography during olive lactic fermentation. *Journal of Chromatography, A*, 585(2): 259-266.
- [15]. **Pirisi FM., Cabras P., Cao CF., Migliorini M. & Magelli M. (2000).** Phenolic compounds in virgin oil. 2. Reappraisal of the extraction HPLC separation, and quantification procedures. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48: 1191–1196.
- [16]. **Boizot N. & Charpentier J. P. (2006).** Méthode rapide d'évaluation du contenu en composés phénoliques des organes d'un arbre forestier. *Le Cahier des Techniques de l'INRA, In: Numéro spécial*, 79-82.
- [17]. **Vazquez Roncero A., Janer Del Valle C. & Janer Del Valle L. (1973).** Determinación de los polifenoles totales del aceite de oliva, *Grasas Aceites*, 24:350–355.
- [18]. **Sánchez-Moreno C. (2002).** Methods used to evaluate the free radical scavenging activity in foods and biological systems. *Food Science and Technology International*, 8(3) : 121-137.
- [19] **Morderet F. & Luchetti F. (1997).** L'huile d'olive vierge : un aliment de qualité sous haute surveillance. *Food Authenticity - Issues and Methodologies. Euroconférence La Baule*, 4-6.
- [20]. **Fedeli E. (1999).** Qualité (stockage, conservation et conditionnement de l'huile), réglementation et contrôle. Séminaire international sur les innovations scientifiques et leurs applications en oléiculture et oléotechnique. Florence, 10, 11 et 12 mars 1999. *Conseil Oleicole International*, 1-20.
- [21]. **Aparicio R. & Harwood J. (2013).** Handbook of olive oil. *Analysis and properties. 2nd Ed. Springer, New York*.
- [22]. **Osawa C.C., Guaraldo A.L. & Ragazzi S. (2007).** Correlation between free fatty acids of vegetable oils evaluated by rapid tests and by the official method. *J. of Food Composition and Analysis*, 20: 523–528.
- [23]. **Rahmani M. (2005).** Composition chimique de l'huile d'argane vierge. *Cahiers Agric*, 14:461-465.
- [24]. **Benrachou Nora B. & Henchiri C. (2016).** Analysis of bioactive minor compounds in three olive oils from varieties of olive tree eastern Algerian (Bouricha, Limli and Blanquette). *Journal of Natural Remedies*, 16(4): 153-164.
- [25]. **Issaoui M., Flamini G., Brahmi F., Dabbou S.B., Hassine K., Taamali A., Zarrouk M. & Hammami H. (2010).** Effect of the growing area conditions on differentiation between Chemlali and Chétoui olive oils. *Food Chem.*, 119: 220-225.
- [26]. **AOCS (1993).** In: Official Methods and Recommended Practice of the American oil Chemist Society, fifth ed. AOAC Press, Champaign, IL.
- [27]. **Asuquo J.E., Anusiem A.C.I. & Etim E.E. (2012).** Extraction and characterization of rubber seed oil. *J. Mod. Chem.* 1(3) : 109–115.
- [28]. **Villier A. & Genot C. (2006).** Approche physico-chimique et sensorielle de l'oxydation des lipides en émulsions. *Edition Médicales et Scientifiques France* (4) :1-7.

- [29]. **Bentakaya I. & Mnasser H., (2007).** Effet des chlorophylles, du bêta-carotène, de l'alphatocophérol, du tyrosol et de leurs interactions sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive tunisienne. *O.C.L.* 14(1) : 60 – 67.
- [30]. **Meftah H., Latrache H., Hamadi F., Hanine H., Zahir H. & El louali M. (2014).** Comparaison des caractéristiques physicochimiques des huiles d'olives issues de différentes zones de la région Tadla Azilal (Maroc). *J. Mater. Environ. Sci.* 5 (2) : 641-646 S.
- [31]. **Ryan D., Robardas K. & Lavee S. (1998).** Evaluation de la qualité de l'huile d'olive. *Olivae*, 72: 26-38.
- [32]. **Kiritsakis A. & Markakis. (1984).** Effect of olive collection regime on olive oil quality. *Journal of Science and Food Agricultural*, 35:677-680.
- [33]. **Cimato A. (1990).** Effect of agronomic factors on virgin olive oil quality. *Olivae*, 31: 20-31.
- [34]. **Bentemim S., Manai H. & Methnni K. (2008).** Sterolic composition of Chetoui virgin olive oil: Influence of geographical origin. *Food Chemistry*, (10): 366-374.
- [35]. **Caponino F., Bilancia M.T. Pasqualone A. Sikorska, E. & Gomes T. (2005)** Influence of exposure to light of extra virgin olive oil quality during storage. *Eur. Food. Res. Technol.*, 221: 92-98.
- [36]. **Bouarroudj K., Tamendjari A. & Larbat R. (2016).** Quality, composition and antioxidant activity of Algerian wild olive (*Olea europaea* L. subsp. *Oleaster*) oil. *Industrial Crops and Products*, 83: 484–491.
- [37]. **Tanouti K., Serghini-Caid H., Chaieb E., Benali A., Harkous M. & Elamrani A. (2011).** Quality improvement of olive oils produced in the eastern Morocco. *Les technologies de Laboratoire*, 6 (22) : 1-12.
- [38]. **Benaziza A. & Semad Dj. (2016).** Oléiculture : Caractérisation de six variétés d'olives introduites dans le Sud – Est Algérien. *European Scientific Journal*, 12 (33) : 1857 – 7881
- [39]. **Cichelli A. & Pertesana G. P. (2004).** High-performance liquid chromatographic analysis of chlorophylls, pheophytins and carotenoids in virgin olive oils: chemometric approach to variety classification. *Journal of Chromatography A*, 1046(1-2): 141-146.
- [40]. **Vinson J.A., Zubik L., Bose P., Samman. & Proch B-S. (2005).** Dried fruits: Excellent in vitro and in vivo Antioxidants. *Journal of the American College of Nutrition*, 24 (1): 44-50.
- [41]. **Visioli F., Caruso D., Grande S., Bosisio R., Villa M., Galli G., Sirtori C. & Galli C. (2004)** .Virgin Olive Oil Study (VOLOS): vasoprotective potential of extra virgin olive oil in mildly dyslipidémie patients. *Eur. J. Clin. Nutr.* 6: 1-7.
- [42]. **Salvador M.D., Aranda F. & Fregapane G. (2001).** Influence of fruit ripening on 'Cornicabra' virgin olive oil quality A study of four successive crop seasons. *Food Chemistry*, 73(1):45-53
- [53]. **Di Giovacchino L. (1991).** L'extraction de l'huile des olives par les systèmes de la pression, de la centrifugation et de la percolation : Incidence des techniques d'extraction sur les rendements en huile. *Olivae*, 21 (10): 15-37.
- [44]. **Boskou D. (1996).** In: Boskou D (ed.) History and characteristics of the olive tree. Olive oil: chemistry and technology. AOCS Press, Champaign, Illinois, pp 1–11.
- [45]. **Ait Yacine Z., Hilali S. & Serhrouchni M. (2001).** Étude de quelques paramètres déterminants de la date de récolte des olives dans le périmètre du Tadla. *Olivae*, 88 : 39-45.