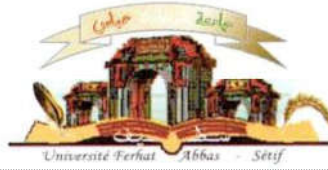


الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

Université Ferhat Abbas Sétif 1  
Faculté des Sciences de la  
Nature et de la Vie



جامعة فرحات عباس، سطيف 1  
كلية علوم الطبيعة و الحياة

DEPARTEMENT D'AGRONOMIE

N°...../SNV/2017

**THÈSE**

Présentée par

**BOULKROUNE Hasna**

Pour l'obtention du diplôme de

**DOCTORAT EN SCIENCES**

**Filière: AGRONOMIE**

**Spécialité: PRODUCTION VÉGÉTALE**

Soutenue publiquement le :15/06/2018

**THÈME**

**L'oléiculture en petite Kabylie: améliorer la qualité du produit  
participe au développement durable de la filière**

DEVANT LE JURY

Président	LAOUER Hocine	Pr. UFA Sétif 1
Directeur	MADANI Toufik	Pr. UFA Sétif 1
Examineurs	KHLIFI Douadi	Pr. ENB Constantine
	BEN DERRADJI Laid	Dr. U M'sila
	BOUMERFEG Sabah	Dr. UBBA

Laboratoire de valorisation des ressources biologiques naturelles -Université Sétif-

## Remerciement

Ce travail a été effectué sous la direction scientifique de Monsieur MADANI Toufik, professeur à la faculté d' SNVSTU de l'université : Ferhat Abbas de Setif. Je saisis cette occasion pour vous exprimer toute ma gratitude pour l'étude que vous m'avez confiée et surtout pour m'avoir poussée à aller jusqu'au bout de ce travail. Soyez assuré de mon admiration, de mon respect et de ma profonde reconnaissance.

Qu'il me soit permis de témoigner ma profonde reconnaissance au président de jury: Monsieur LAOUER Hocine, Professeur à la faculté d' SNVSTU de l'université : Ferhat Abbas de Setif, pour l'honneur qu'il m'a fait en acceptant la présidence de mon jury de thèse.

Je voudrais également remercier, Monsieur, KHLIFI Douadi professeur, et directeur de l'école nationale de biotechnologie de Constantine, pour avoir bien voulu me faire l'honneur de faire partie de mon jury.

A monsieur Bellik Yuva, Maître de conférence « A » à l'université de Bordj Bou Arreridj , pour avoir accepté de faire partie de mon jury et de juger ce travail.

A Madame BOUMERFEG Sabah, Maître de conférence « A » à l'université de Bordj Bou Arreridj, qui a bien voulu juger ce travail.

Qu'ils trouvent ici l'expression de ma sincère reconnaissance, et mon profond respect.

Je témoigne toute ma reconnaissance à l'ingénieur de laboratoire de la faculté SNVSTU - Bordj Bou Arreridj » MAKHOUKH Nacer Eddine ainsi que les membres du laboratoire: chercheurs, personnels techniques et administratifs de l'institut d'olivier , pour leur aide, sympathie et la bonne ambiance qu'ils ont su créer.

Je témoigne aussi toute ma reconnaissance, pour remercier les propriétaires des vergers oléicoles BEN BETKA et OUZEGAGH Ali .

Mention spéciale à mon époux GUISSOUS Mokhtar qui m'a beaucoup aidé dans la réalisation du travail, m'a supporté et m'a permis de me lever motivé, le coeur léger et l'esprit tranquille depuis le début de ma thèse. Très humblement, je voudrais te dire merci pour ton soutien pendant mes périodes de doutes et pour tes multiples encouragements répétés.

## Dédicace

A

Mes très chers parents,

Mon époux, Mes chères enfants, Mes frères et mes soeurs  
Ma belle mère et mes belles soeurs.

## ملخص

في هذا العمل، فإننا نقترح أن نصنف أربعة أنواع من زيت الزيتون ذات الصنف الواحد الجزائرية، وهي شمال، أغنفا، بويشيرات، مكي و ذلك في إطار تحسين جودة زيت الزيتون في الجزائر في منطقة القبائل الصغرى. إن الخصائص الثمرية للزيتون والتركيبة الكيميائية لزيت الزيتون يعتمدان بشكل رئيسي على العامل الوراثي الجوهري وكذا على الممارسات التقنية بما في ذلك وقت جني الثمار وري الزيتون.

في بداية العمل إهتمنا بدراسة العديد من المعلمات المتعلقة بالجودة في جميع مراحل عملية نضج الثمار. وهكذا، قمنا بجني الثمار من الأصناف الأربعة، خلال ثمانية تواريخ مختلفة خلال السنة 2014/2013. بالإضافة إلى ذلك، حاولنا فهم تأثير عامل الري على الخصائص التحليلية الكيميائية لزيت الزيتون.

أظهرت النتائج الإحصائية على وجه الخصوص أن فترة الجني الأمثل للزيوت من جميع الأصناف المدروسة هي في منتصف نوفمبر، وتتميز الزيوت في هذه المرحلة بمرود عال جدا من الدهون، تركيبة حمضية على نحو سلس، نسبة عالية من المواد المضادة للأكسدة (الستيرولات، والكحول الدهنية) والمركبات العطرية ومرتفعة نسبيا من الأصباغ (الكلوروفيل والكاروتينات). وبالتالي، يوصى بحصاد الزيتون في وقت لاحق على علو مرتفع وفي وقت سابق على ارتفاع منخفض. كما تظهر النتائج المتعلقة بالمركبات الطيارة تباين كبير في تشكيل هته الأخيرة أثناء عملية النضج في الزيوت النباتية الجزائرية المختبرة.

الري التكميلي لنوع شمال حسن من مستويات بعض المعلمات الكيميائية مثل حمض الأوليك، الدهون الثلاثية) أو أو) والكلوروفيل غير أنه لم يظهر أي تأثير على المرودية في الدهون. الكلمات الدالة: زيت الزيتون، القبائل الصغرى، الجودة، النضج، الري.



## Résumé

Dans le présent travail, nous proposons de caractériser quatre huiles d'olive monovariétales algériennes, à savoir *Chemlal*, *Aghenfas*, *Buichret* et *Mekki* dans le cadre de l'amélioration de la qualité de l'huile d'olive algérienne en petite Kabylie. Les propriétés pomologiques des olives et la composition chimique de l'huile d'olive, principalement tributaire du patrimoine génétique intrinsèque de l'olivier, dépend également des pratiques culturales notamment le temps de récolte des fruits ainsi que l'irrigation des oliviers.

Ce travail s'intéresse dans un premier temps à l'étude de plusieurs paramètres relatifs à la qualité tout au long du processus de la maturation des fruits. Ainsi, nous avons récolté des fruits des quatre variétés, à huit dates différentes durant l'année 2013/2014. Par ailleurs, nous essaierons de comprendre l'incidence du facteur d'irrigation sur les propriétés analytiques chimiques de l'huile d'olive *Chemlal*.

Les résultats statistiquement élaborés ont particulièrement mis en évidence que la période optimale de récolte des huiles de l'ensemble des variétés étudiées se situe en mi novembre. A cette phase, les huiles sont caractérisées par un rendement très élevé en matière grasse, une composition acide harmonieuse, une teneur élevée en antioxydants (stérols, alcools aliphatiques) et en composés d'arômes et assez élevée en pigments (chlorophylles et carotènes). Ainsi, une récolte plus tardive en haute altitude et plus précoce en basse altitude des olives est à recommander.

Les résultats correspondant aux composés volatils montrent surtout une grande variabilité dans la formation de ces derniers au cours du processus de maturation dans les huiles d'olive algériennes testées.

L'irrigation complémentaire de la variété *Chemlal* a fait améliorer les teneurs en certains paramètres chimiques tel que l'acides oléiques, le triacylglycérol OOO, la fraction insaponifiable et la chlorophylle, alors qu'elle n'a présenté aucun effet sur le rendement en matière grasse.

**Mots clés :** Huile d'olive, petite Kabylie, qualité, maturation, irrigation

# SOMMAIRE

- ملخص
- Résumé
- Liste des abréviations
- Liste des tableaux
- Liste des figures

<b>Introduction.....</b>	<b>1</b>
--------------------------	----------

## SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

### Chapitre I : L'olivier dans le monde et en Algérie

I. Origine et diffusion de l'olivier.....	4
II. Production et consommation de l'huile d'olive dans le monde.....	4
III. Importance du secteur oléicole en Algérie.....	6
IV. Principales variétés algérienne d'olivier.....	9
V. Importance du secteur oléicole à Bordj Bou Arréridj.....	10

### Chapitre II : Généralités sur l'olivier

I. Caractéristiques botaniques de l'olivier et du fruit.....	11
II. Exigences écologiques de l'olivier.....	12
II.1. Température.....	12
II.2. Irrigation.....	13
II.3. Texture du sol.....	13
III. Huile d'olive: Qualité et classification.....	13
IV. Composition chimique de l'huile d'olive.....	14
IV.1. Composition de la fraction saponifiable.....	14
IV.1.1. Acides gras.....	15
IV.1.2. Les triacylglycérol.....	16
IV.1.3. Les phosphatides.....	18
V. Composition de la fraction insaponifiable.....	18
V.1. Les pigments.....	18
V.1.1. Chlorophylle.....	18
V.1.2. Carotènes.....	119
V.1.3. Anthocyanes .....	20
V.2. Les tocophérols.....	20
V.3. Les stérols.....	20

V.4.Les alcools.....	23
V.4.1. Les dialcools triterpéniques.....	23
V.4.2. Les alcools aliphatiques .....	23
V.5.Les hydrocarbures terpéniques.....	23
V.6. Les composés phénoliques.....	23
VI. Autres constituants de l'huile d'olive.....	24
VI.1. Les substances inorganiques.....	24
VI.2. Les composés aromatiques.....	24
VII. Variables affectant la composition finale de l'huile d'olive vierge.....	25
VII.1. Les variables qui agissent avant l'extraction de l'huile.....	25
VII.1.1. Le cultivar.....	25
VII.1.2. L'environnement: facteurs climatiques et zones géographiques.....	26
VII.1.3. Processus de maturation.....	26
VII.1.4. Etat sanitaire des fruits.....	28
VII.2. Les variables qui agissent pendant l'extraction de l'huile d'olive.....	28
VII.2.1. Le broyage.....	28
VII.2.2. Les systèmes d'extraction de l'huile.....	29
VII.2.3. La filtration.....	29
VII.3. Les variables qui agissent après l'extraction de l'huile.....	30
VIII. Intérêt nutritionnel de la consommation de l'huile d'olive....	30
VIII.1. Intérêt nutritionnel des acides gras mono-insaturés.....	30
VIII.2. Intérêt nutritionnel des pigments.....	30
VIII. 3. Intérêt nutritionnel des stérols.....	31
VIII.4. Intérêt nutritionnel des composés aromatiques.....	31

## **MATERIEL ET METHODES**

I. Matériel végétal.....	32
II. Présentation du site de récolte.....	34
III. Echantillonnage.....	34
IV. Taux de la matière grasse.....	35
V. Extraction de l'huile d'olive.....	35
VI. Détermination de l'indice de maturité.....	36
VII. Détermination des indices analytiques.....	37

VII.1. Acidité .....	37
VII.2. Indice de peroxyde .....	37
VII.3. Analyse spectrophotométrique dans l'ultra-violet.....	38
VIII. Etude de la fraction saponifiable de l'huile d'olive.....	39
VIII.1. Analyse des acides gras.....	39
VIII.2. Analyse des triacylglycérols.....	40
IX. Etude de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive.....	42
IX.1. Extraction et dosage de l'insaponifiable.....	43
IX.2. Fractionnement et analyse de l'insaponifiable.....	44
IX.3. Isolement et analyse de la fraction stérolique, erythrodiol et uvaol.....	44
IX.4. Isolement et analyse des alcools aliphatiques et triterpenique.....	45
IX.5. Détermination de la teneur en chlorophylles.....	47
IX.6. Détermination de la teneur en caroténoïdes.....	47
X. Analyse des composés volatils aromatiques.....	47
X.1. Conditions d'extraction des composés volatils aromatiques : micro-extraction en phasesolide(SPME).....	47
X.2. Analyses CG-SM et GC-FID : Analyses par chromatographie en phase gazeuse (CPG), couplé à une détection par spectrométrie de masse (SM) et à une détection par ionisation de flamme(FID).....	48
XI. Etude de l'effet de l'altitude sur l'indice de maturité.....	49
XII. Analyse statistique.....	49

### **Résultats et discussion**

I. Etude de l'impact de la variété et du régime hydrique sur l'indice de maturité.....	51
II. Etude de l'impact de la variété, de la maturité et du régime hydrique sur le taux en matière grasse par rapport au poids sec (MG/PS).....	52
III. Indices analytiques liés à la qualité des huiles d'olive algériennes au cours de la maturation des fruits .....	54
III.1. Acidité libre.....	55
III.2. Indice de peroxyde.....	56
III.3. Extinction spécifique.....	57
IV. Etude quantitative et qualitative de la composition acide des huiles d'olive.....	59
IV.1. Composition en acides gras.....	59
IV.1.1. Les acides gras majeurs.....	59
IV.1.2. Les acides gras minoritaires.....	66

IV.2. Composition en triacylglycérols.....	69
IV.3. Analyses multivariées de la composition acide.....	74
V. Etude des composés mineurs de l'huile d'olive.....	76
V.1. Etude de la fraction insaponifiable.....	76
V.1.1. Etude de la fraction stérolique.....	78
A. Les stérols totaux.....	82
B. Le $\beta$ -sitostérol.....	83
C. Le $\Delta^5$ -Avénastérol.....	85
D. Le Campesterol.....	86
E. Les composés mineurs.....	87
V.1.2. Etude de la fraction des alcools triterpéniques.....	88
V.1.3. Etude de la fraction des alcools aliphatiques.....	89
A. Les alcools aliphatiques totaux.....	90
B. L'alcool C26.....	92
C. L'alcool C24.....	93
D. L'alcool C28.....	94
E. L'alcool C22.....	94
F. L'alcool C25.....	95
G. L'alcool C23.....	95
H. L'alcool C27.....	95
V.2. Analyse multivariée de la fraction insaponifiable.....	97
VI. Les pigments (chlorophylles et caroténoïdes).....	99
VII. Etude de la fraction aromatique.....	102
VII.1. Les composés volatils en C6 de la voie «lipoxygénase».....	108
VII.2. Les composés volatils en C5 de la voie «lipoxygénase».....	115
VIII. Etude de l'évolution des indices de maturité en fonction de l'altitude.....	119

## Liste des abréviations

ADL : Analyse discriminante linéaire.

ANOVA : Analyse de la Variance.

AOC : Appellations d'Origine Contrôlés.

AOP : Appellations d'Origine Protégés

C16:0:Acide palmitique.

C16:1:Acide palmitoléique.

C17:0:Acide margarique.

C17:1 : Acide margaroléique.

C18:0: Acide stéarique.

C18:1: Acide oléique.

C18:2 :Acide linoléique.

C18:3 :Acide linoléique.

C20:0:Acide arachidique.

C20:1:Acide gadoléique.

C22 : Docosanol.

C22:0:Acide béhénique.

C23 : Tricosanol.

C24 : Tetracosanol.

C24:0:Acide lignocérique.

C25 : Pentacosanol.

C26 : Hexacosanol.

C28 : Octacosanol.

C27 : Heptacosanol.

C<sub>30</sub>H<sub>50</sub>: Squalène.

CE : Communauté Européenne.

CG-FID : Analyses par chromatographie en phase gazeuse couplée à une détection par une détection par ionisation de flamme.

CG-SM : Analyses par chromatographie en phase gazeuse couplée à une détection par spectrométrie de masse.

COI : Conseil Oléicole International.

CPG : Chromatographie en phase gazeuse.

DO : Densités optiques.

DDLE : Détecteur par diffusion de la lumière avec évaporation

HPLC : La chromatographie en phase liquide à haute performance.

IGP : Indications Géographiques Protégées.

IM : Indice de maturité.

KOH : Hydroxyde potassium.

LDL : Low-density lipoprotein : lipoprotéines de très basse densité.

LLL : Trilinoléine.

MADR : Ministre de l'Agriculture et du Développement Rural.

$Mg^{2+}$  : Ions de magnésium.

MG/PS : Le taux en matière grasse totale par rapport au poids sec.

OOL: Dioléolinoléine.

OOO : Trioléine.

POL : Palmitooléolinoléine.

POO: Dioléopalmitine.

SAU : Surface Agricole Utilisée.

SPME : Micro-extraction en phase solide.

TAG : Triacylgcérols.

UE : Union Européen.

UV : Absorption dans l'Ultraviolet.

VOO : Virgin olive Oil (huile d'olive vierge).

## Liste des tableaux

<b>Tableau 1</b>	Limites de la composition acide de l'huile d'olive.....	<b>16</b>
<b>Tableau 2</b>	Structure des principaux stérols de l'huile d'olive.....	<b>22</b>
<b>Tableau 3</b>	Evolution de l'indice de maturité des olives des quatre variétés ( <i>Chemlal</i> en régime pluvial et irrigué, <i>Aghenfas</i> , <i>Buichret</i> et <i>Mekki</i> ) au cours de la maturation.....	<b>52</b>
<b>Tableau 4</b>	Evolution de l'indice de peroxyde des huiles d'olive de quatre variétés ( <i>Chemlal</i> issu de culture pluviale et culture irriguée, <i>Aghenfas</i> , <i>Buichret</i> , <i>Mekki</i> ) au cours de la maturation..	<b>56</b>
<b>Tableau 5</b>	Evolution de l'extinction spécifique K <sub>232</sub> des huiles d'olive de quatre variétés ( <i>Chemlal</i> issu de culture pluviale et culture irriguée, <i>Aghenfas</i> , <i>Buichret</i> , <i>Mekki</i> ) au cours de la maturation.....	<b>58</b>
<b>Tableau 6</b>	Evolution de l'extinction spécifique K <sub>270</sub> des huiles d'olive de quatre variétés ( <i>Chemlal</i> issu de culture pluviale et culture irriguée, <i>Aghenfas</i> , <i>Buichret</i> , <i>Mekki</i> ) au cours de la maturation.....	<b>58</b>
<b>Tableau 7</b>	Les variances totales en % des quatre principales fonctions.....	<b>75</b>
<b>Tableau 8</b>	Les paramètres (Wilk's Lambda, X <sup>2</sup> , df) des quatre principales fonctions.....	<b>75</b>
<b>Tableau 9</b>	Evolution de la concentration en insaponifiable des huiles d'olive de quatre variétés ( <i>Chemlal</i> en sec et en irrigué, <i>Aghenfas</i> , <i>Buichret</i> , <i>Mekki</i> ) au cours de la maturation.....	<b>78</b>
<b>Tableau 10</b>	Evolution de la concentration en composés stéroliques (mg/Kg) des huiles d'olive de quatre variétés ( <i>Chemlal</i> issu de culture pluviale (Chem sec) et culture irriguée (Chem Ir), <i>Aghenfas</i> (Agh) , <i>Buichret</i> (Bui), <i>Mekki</i> (Mek) au cours de la maturation.....	<b>80</b>
<b>Tableau 11</b>	Evolution de la concentration en composés alcooliques (mg/Kg) des huiles d'olive de quatre variétés ( <i>Chemlal</i> issu de culture pluviale (Chem sec) et culture irriguée (Chem Ir), <i>Aghenfas</i> (Agh) , <i>Buichret</i> (Bui), <i>Mekki</i> (Mek) au cours de la maturation.....	<b>96</b>
<b>Tableau 12</b>	Les variances totales en % des quatre principales fonctions.....	<b>98</b>
<b>Tableau 13</b>	Les paramètres (Wilk's Lambda, X <sup>2</sup> , df) des quatre principales fonctions.....	<b>99</b>
<b>Tableau 14</b>	Variations concentrations en composés volatils en C <sub>6</sub> de la voie «lipoxygénase» dans les huiles d'olive algériennes ( <i>Chemlal</i> , <i>Aghenfas</i> , <i>Buichret</i> et <i>Mekki</i> ).....	<b>113</b>
<b>Tableau 15</b>	Variations concentrations en composés volatils en C <sub>5</sub> de la voie «lipoxygénase» dans les huiles d'olive algériennes ( <i>Chemlal</i> issu de culture pluviale (Chem sec) et culture irriguée (Chem Ir), <i>Aghenfas</i> (Agh) , <i>Buichret</i> (Bui), <i>Mekki</i> (Mek).....	<b>117</b>
<b>Tableau 16</b>	Evolution des indices de maturité des huiles d'olive de quatre variétés ( <i>Chemlal</i> , <i>Aghenfas</i> , <i>Buichret</i> et <i>Mekki</i> ) en fonction de l'altitude.....	<b>119</b>



## Liste des figures

<b>Figure 01</b>	Les principaux producteurs (a) et consommateurs (b) mondiaux d'huile d'olive.....	6
<b>Figure 02</b>	Répartition de la zone oléicole en Algérie (a: sur la carte géographique, b: en pourcentage).....	6
<b>Figure 03</b>	Evolution de la production oléicole en Algérie (1995-2017).....	7
<b>Figure 04</b>	Composition du fruit d'olivier.....	12
<b>Figure 05</b>	Structure général d'un triglycéride (Glycérol+acide gras).....	17
<b>Figure 06</b>	Principaux dialcools triterpéniques de l'huile d'olive.....	22
<b>Figure 07</b>	Photos des variétés (a): <i>Chemlal</i> , (b) <i>Aghenfas</i> , (c): <i>Buichret</i> , (d): <i>Mekki</i> .....	33
<b>Figure 08</b>	Carte représentant la localisation de la zone d'étude.....	34
<b>Figure 09</b>	Diagramme de l'analyse des substances insaponifiables de l'huile d'olive.....	43
<b>Figure 10</b>	Evolution des taux de MG/PS des quatre variétés ( <i>Chemlal</i> en régime pluvial et irrigué, <i>Aghenfas</i> , <i>Buichret</i> et <i>Mekki</i> ) au cours de la maturation.	54
<b>Figure 11</b>	Evolution de l'indice d'acidité des huiles d'olive de quatre variétés ( <i>Chemlal</i> issu de culture pluviale (Chem sec) et culture irriguée (Chem Ir), <i>Aghenfas</i> (Agh) , <i>Buichret</i> (Bui), <i>Mekki</i> (Mek) au cours de la maturation.....	56
<b>Figure 12</b>	Un chromatogramme type des acides gras de l'un des échantillons d'huile d'olive de la variété <i>Chemlal</i> .....	60
<b>Figure 13</b>	Variation des taux en acide oléique des échantillons d'huiles d'olive algériennes ( <i>Chemlal</i> issu de culture pluviale (Chem sec) et culture irriguée (Chem Ir), <i>Aghenfas</i> (Agh) , <i>Buichret</i> (Bui), <i>Mekki</i> (Mek) pendant la maturation du fruit.....	62
<b>Figure 14</b>	Variation des taux en acide linoléique des échantillons d'huiles d'olive algériennes ( <i>Chemlal</i> issu de culture pluviale (Chem sec) et culture irriguée (Chem Ir), <i>Aghenfas</i> (Agh) , <i>Buichret</i> (Bui), <i>Mekki</i> (Mek) pendant la maturation du fruit.....	64
<b>Figure 15</b>	Variation des taux en acide palmitique des échantillons d'huiles d'olive algériennes ( <i>Chemlal</i> issu de culture pluviale (Chem sec) et culture irriguée (Chem Ir), <i>Aghenfas</i> (Agh) , <i>Buichret</i> (Bui), <i>Mekki</i> (Mek)pendant la maturation du fruit.....	66
<b>Figure 16</b>	Variation des taux en acide linolenique des échantillons d'huiles d'olive algériennes ( <i>Chemlal</i> issu de culture pluviale (Chem sec) et culture irriguée (Chem Ir), <i>Aghenfas</i> (Agh) , <i>Buichret</i> (Bui), <i>Mekki</i> (Mek)pendant	

	la maturation du fruit.....	67
<b>Figure 17</b>	Variation des taux en acide palmitoleique des échantillons d'huiles d'olive algériennes ( <i>Chemlal</i> issu de culture pluviale (Chem sec) et culture irriguée (Chem Ir), <i>Aghenfas</i> (Agh) , <i>Buichret</i> (Bui), <i>Mekki</i> (Mek) pendant la maturation du fruit.....	68
<b>Figure 18</b>	Variation des taux en acide stéarique des échantillons d'huiles d'olive algériennes ( <i>Chemlal</i> issu de culture pluviale (Chem sec) et culture irriguée (Chem Ir), <i>Aghenfas</i> (Agh) , <i>Buichret</i> (Bui), <i>Mekki</i> (Mek) pendant la maturation du fruit.....	68
<b>Figure 19</b>	Un chromatogramme type des triacylglycérols de l'un des échantillons d'huile d'olive de la variété <i>Chemlal</i> .....	70
<b>Figure 20</b>	Variation des taux en triacylglycérol OOO des échantillons d'huiles d'olive algériennes ( <i>Chemlal</i> issu de culture pluviale (Chem sec) et culture irriguée (Chem Ir), <i>Aghenfas</i> (Agh) , <i>Buichret</i> (Bui), <i>Mekki</i> (Mek) pendant la maturation du fruit.....	73
<b>Figure 21</b>	Variation des taux en triacylglycérol POO des échantillons d'huiles d'olive algériennes ( <i>Chemlal</i> issu de culture pluviale (Chem sec) et culture irriguée (Chem Ir), <i>Aghenfas</i> (Agh) , <i>Buichret</i> (Bui), <i>Mekki</i> (Mek) pendant la maturation du fruit.....	73
<b>Figure 22</b>	Variation des taux en triacylglycérol OOL des échantillons d'huiles d'olive algériennes ( <i>Chemlal</i> issu de culture pluviale (Chem sec) et culture irriguée (Chem Ir), <i>Aghenfas</i> (Agh) , <i>Buichret</i> (Bui), <i>Mekki</i> (Mek) pendant la maturation du fruit.....	74
<b>Figure 23</b>	Représentation graphique de l'analyse fonctionnelle discriminante de la composition acide de quatre variétés algériennes ( <i>Aghenfas</i> , <i>Buichret</i> , <i>Chemlal</i> et <i>Mekki</i> ).....	76
<b>Figure 24</b>	Un chromatogramme type des stérols et des alcools triterpéniques de l'un des échantillons d'huile d'olive de la variété <i>Chemlal</i> .....	79
<b>Figure 25</b>	Evolution de la concentration en stérols totaux (mg/kg) (mg/kg) des huiles d'olive de quatre variétés ( <i>Chemlal</i> issu de culture pluviale (Chem sec) et culture irriguée (Chem Ir), <i>Aghenfas</i> (Agh) , <i>Buichret</i> (Bui), <i>Mekki</i> (Mek) au cours de la maturation.....	83
<b>Figure 26</b>	Evolution de la concentration en $\beta$ -sitostérol (mg/kg) (mg/kg) des huiles d'olive de quatre variétés ( <i>Chemlal</i> issu de culture pluviale (Chem sec) et culture irriguée (Chem Ir), <i>Aghenfas</i> (Agh) , <i>Buichret</i> (Bui), <i>Mekki</i> (Mek) au cours de la maturation.....	84
<b>Figure 27</b>	Evolution de la concentration en $\Delta 5$ -avenasterol (mg/kg) (mg/kg) des huiles d'olive de quatre variétés ( <i>Chemlal</i> issu de culture pluviale (Chem sec) et culture irriguée (Chem Ir), <i>Aghenfas</i> (Agh) , <i>Buichret</i> (Bui), <i>Mekki</i> (Mek) au cours de la maturation.....	86

<b>Figure 28</b>	Un chromatogramme type des alcools aliphatiques de l'un des échantillons d'huile d'olive de la variété <i>Chemlal</i> .....	<b>90</b>
<b>Figure 29</b>	Evolution de la concentration en alcools totaux(mg/kg) (mg/kg) des huiles d'olive de quatre variétés ( <i>Chemlal</i> issu de culture pluviale (Chem sec) et culture irriguée (Chem Ir), <i>Aghenfas</i> (Agh) , <i>Buichret</i> (Bui), <i>Mekki</i> (Mek) au cours de la maturation.....	<b>91</b>
<b>Figure 30</b>	Evolution de la teneur en alcool C26 des quatre variétés algériennes ( <i>Chemlal</i> issu de culture pluviale (Chem sec) et culture irriguée (Chem Ir), <i>Aghenfas</i> (Agh) , <i>Buichret</i> (Bui), <i>Mekki</i> (Mek) au cours de la maturation des olives.....	<b>92</b>
<b>Figure 31</b>	Evolution de la teneur en alcools C24 des quatre variétés algériennes ( <i>Chemlal</i> issu de culture pluviale (Chem sec) et culture irriguée (Chem Ir), <i>Aghenfas</i> (Agh) , <i>Buichret</i> (Bui), <i>Mekki</i> (Mek) au cours de la maturation des olives.....	<b>93</b>
<b>Figure 32</b>	Evolution de la teneur en alcool C28 des quatre variétés algériennes ( <i>Chemlal</i> issu de culture pluviale (Chem sec) et culture irriguée (Chem Ir), <i>Aghenfas</i> (Agh) , <i>Buichret</i> (Bui), <i>Mekki</i> (Mek) au cours de la maturation des olives.....	<b>94</b>
<b>Figure 33</b>	Représentation graphique de l'analyse fonctionnelle discriminante des composés alcooliques et stéroliques des variétés algériennes ( <i>Chemlal</i> issu de culture pluviale (Chem sec) et culture irriguée (Chem Ir), <i>Aghenfas</i> (Agh) , <i>Buichret</i> (Bui), <i>Mekki</i> (Mek).....	<b>99</b>
<b>Figure 34</b>	Evolution de la concentration en chlorophylle (mg/Kg) des huiles d'olive de quatre variétés ( <i>Chemlal</i> issu de culture pluviale (Chem sec) et culture irriguée (Chem Ir), <i>Aghenfas</i> (Agh) , <i>Buichret</i> (Bui), <i>Mekki</i> (Mek) au cours de la maturation.....	<b>101</b>
<b>Figure 35</b>	Evolution de la concentration en carotènes(mg/Kg) des huiles d'olive de quatre variétés ( <i>Chemlal</i> issu de culture pluviale (Chem sec) et culture irriguée (Chem Ir), <i>Aghenfas</i> (Agh) , <i>Buichret</i> (Bui), <i>Mekki</i> (Mek) au cours de la maturation.....	<b>102</b>
<b>Figure 36</b>	Variation de la concentration des principaux familles des composés volatils (mg/Kg) des huiles d'olive des variétés A: <i>Chemlal</i> en culture irriguée, B: <i>Chemlal</i> en culture pluvial, C: <i>Aghenfas</i> , D: <i>Buichret</i> , E: <i>Mekki</i> au cours de la maturité.....	<b>106</b>

# **INTRODUCTION**

## **Introduction**

A l'échelle méditerranéenne la filière oléicole algérienne est l'une des moins compétitives, l'Algérie n'a participé que par 2.1% à la production mondiale de l'huile d'olive au cours des cinq dernières années (COI, 2016), et la quasi-totalité de cette production est de mauvaise qualité et ne répond pas aux normes internationales de qualité. En effet, le secteur oléicole en Algérie accuse plusieurs difficultés qui peuvent entraver son développement, on peut citer:

- La fluctuation de la production de l'huile d'olive d'une année à une autre.
- La forte concurrence des huiles de graine de bas prix.
- L'absence des huiles de terroir labellisées.
- Le manque du savoir-faire des oléiculteurs et des oléifacteurs.

Cependant, l'huile d'olive algérienne, et en particulier celle de la petite Kabylie, est une huile issue de pratiques millénaires et possède un potentiel 'qualité' et une image de marque très valorisante à l'échelle locale et régionale. Ce capital peut être prometteur par son effet favorable sur la compétitivité sur le marché mondial si cette huile est valorisée par des signes de qualité, telles que les appellations d'origine contrôlées, protégées et les indications géographiques (AOC, AOP et IGP).

Actuellement, l'Algérie envisage de développer son patrimoine oléicole assez riche en biodiversité variétale, avec une stratégie de plantation d'un million d'hectares. Cette politique a permis à la surface oléicole algérienne de passer de 350.000 ha en 2012 à 471.657 hectares en 2017 (Orregia et Marinelli, 2017).

Dans ce contexte, il nous semble nécessaire d'accompagner le processus de plantation, afin de réaliser un développement harmonieux de l'ensemble de la filière oléicole, par l'amélioration de la compétitivité et un meilleur positionnement sur les marchés à l'export en encourageant la production d'huiles de qualité supérieure dans l'intérêt des oléiculteurs, des négociants et des consommateurs.

La qualité de l'huile d'olive vierge, la seule huile alimentaire pouvant prétendre au qualificatif de « naturelle », est intimement liée à ses valeurs nutritionnelles, biologiques et organoleptiques. En effet, le terme « qualité » englobe de nombreuses caractéristiques physico-

chimiques et organoleptiques qui sont fixées par des normes établies par des réglementations officielles telles que le Conseil Oléicole International (COI) et les instances européennes, notamment, la Communauté Européenne (CE). Les paramètres de qualité et d'authenticité de l'huile d'olive sur lesquels les normes sont fondées peuvent être influencées par plusieurs facteurs tels que: la variété, le stade de maturité à la récolte, les conditions climatiques, les facteurs ayant trait au cycle de production et de transformation, le site géographique de production et à la qualité des olives.

L'étude des facteurs ayant un impact direct sur la qualité de l'huile a suscité l'attention de plusieurs chercheurs, les premiers résultats obtenus ont montré particulièrement que la période de récolte des olives joue un rôle déterminant dans la production de l'huile d'olive de qualité. Cependant, la date de récolte connaît de grande fluctuation d'une altitude à une autre et dépend également de la variété cultivée. Ainsi, l'irrigation aussi peut avoir une influence sur la qualité de matière grasse.

L'objectif premier de notre travail est de prendre en charge l'impact de la date de récolte des olives sur les caractéristiques de l'huile. En Algérie, la récolte des olives s'étale pratiquement sur trois mois ou même plus, engendrant l'obtention d'huiles de qualité variable, tout au long de cette période.

Pour obtenir des huiles de qualité reconnue, il est donc nécessaire d'examiner l'évolution des différents paramètres pomologiques des olives et physico-chimiques de l'huile au cours du processus de maturation des olives afin de connaître le moment le plus favorable à la récolte, permettant d'optimiser le rapport entre un produit de qualité et un rendement élevé en huile.

De plus, les connaissances sur les effets éventuels du régime hydrique sur la qualité de l'huile d'olive demeurent encore fragmentaires. Cela tient, à la difficulté de différencier l'influence de l'irrigation de celle des nombreuses variables qui interagissent dans la détermination des caractéristiques de l'huile d'olive. Ainsi, notre second objectif est de comprendre l'incidence du facteur d'irrigation sur les propriétés analytiques et physico-chimiques de ce produit.

Afin de contribuer à la promotion du secteur oléicole en Algérie et spécifiquement en petite Kabylie, nous avons effectué une étude approfondie ayant pour finalité le développement durable de cette culture au niveau de notre zone d'étude située à Djaafra « Bordj bou Arreridj » à un moindre coût, en cherchant la période optimale de récolte des olives des variétés les plus

cultivées : *Chemlal, Buichret, Aghenfas et Mekki*. Nous avons cherché à identifier aussi le meilleur système d'irrigation (complémentaire ou pluvial), particulièrement pour la variété *Chemlal*. Nous nous sommes intéressés à suivre l'évolution des caractéristiques pomologiques des olives et physico-chimiques des huiles extraites des variétés ainsi citées au cours de la maturation.

Notre étude comporte trois grandes parties, la première partie fait l'objet d'une mise au point bibliographique assez détaillée sur l'olivier et l'huile d'olive dans le monde et particulièrement en Algérie, sur l'huile d'olive et ses différentes dénominations, la composition chimique de l'huile d'olive et les paramètres ayant un impact direct sur la qualité de ce produit.

La deuxième partie de cette thèse s'intéresse à la description du matériel végétal ainsi que les démarches expérimentales et les différentes techniques d'analyses utilisées. Nos résultats sont rapportés et discutés au niveau de la troisième partie.

# **SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE**

## **CHAPITRE 1 :**

### **L'OLIVIER DANS LE MONDE ET EN ALGÉRIE**



## **I. Origine et diffusion de l'olivier**

L'olivier a une origine très ancienne, son apparition et sa culture remonte à la préhistoire. Plusieurs auteurs ont montré que l'origine de l'olivier se situe en Asie mineure où il est très abondant et forme de véritables forêts. En effet sa zone de culture est très étendue allant de la Syrie à la Grèce, bien que d'autres hypothèses la situent dans la basse Egypte, en Ethiopie, dans les montagnes de l'atlas et dans certaines régions de l'Europe (COI, 1998). À partir du VI<sup>ème</sup> siècle avant J-C, la culture de l'olivier s'est étendue sur tout le bassin méditerranéen en passant par l'Algérie, la Tunisie, la Tripolitaine, la Sicile et à l'Italie méridionale.

Les romains poursuivirent la propagation de l'olivier dans tout les pays côtiers de la Méditerranée (Espagne, France...), en l'utilisant comme instrument spécifique dans leurs enquêtes pour l'établissement des villes. En dehors du bassin Méditerranée, la culture de l'olivier fait un bond avec la découverte de l'Amérique (1492). De Seville, les premiers oliviers arrivent aux Antilles, puis gagnent l'ensemble du cotisent américain. En 1560, on trouve des oliviers au Mexique, au Pirou, au Californie, au Chili et en Argentine. Au cours des périodes plus récente, l'olivier a poursuivie son expansion au delà de la Méditerranée, s'implantant dans des régions fortement éloignées de son lieu d'origine comme l'Afrique du Sud, l'Australie, le Japon et la Chine (COI, 1998).

Cependant malgré l'expansion de la culture de l'olivier sur tout le globe, le bassin méditerranéen reste toujours sa terre de prédilection où il prend toute sa force et sa splendeur. En effet, l'olivier au feuillage vert constitue une caractéristique de la flore et du paysage Méditerranéen et participe à la prévention de l'érosion des sols qui représente l'un des problèmes écologiques les plus importants des régions méditerranéennes et contribue à la beauté naturelle des sites sur lesquels il est cultivé.

L'olivier, élément culturel majeur de la plus part des régions méditerranéennes et d'un grand intérêt socio-économique. En effet, sa culture est à l'origine d'un bon nombre de manifestations sociales et culturelles liées à la gastronomie, au tourisme, à l'artisanat, aux traditions et aux moeurs des peuples méditerranéens.

## **II. Production et consommation de l'huile d'olive dans le monde**

L'huile d'olive est un produit typique de la région méditerranéenne, dont la production est essentiellement le fait de quelques pays situés sur les rives nord et sud de la mer

Méditerranée, et dont la consommation n'a historiquement guère dépassé ces limites géographiques (**Migdalas et al., 2004**).

La culture de l'olivier constitue une activité importante aussi bien pour l'économie que pour l'équilibre social et écologique. Cette culture couvre de nos jours plus de 11 millions d'hectares dans 47 pays des cinq continents. Toutefois, 98% de la production mondiale est concentrée dans le bassin Méditerranéen (**Oreggia et Marinelli, 2017**).

La production mondiale de l'huile d'olive a connu une tendance clairement à la hausse. En effet au cours de la période 1990/2017, la production mondiale a atteint 2,86 millions de tonnes en moyenne, alors qu'elle était de 1,863 millions de tonnes au cours de la décennie 80/90. Exceptionnellement, la campagne 2013/2014, représente l'année de la plus forte production en huile (3,25 millions de tonnes) enregistrée durant l'histoire de l'oléiculture (**COI, 2016**).

Par ailleurs, cette hausse est principalement due à une augmentation des superficies plantées en oliviers et aussi à l'introduction continue d'améliorations technologiques, et dans le contexte d'alternance de la production caractéristique de l'olivier, une année de charge dans certains pays producteurs (**Thabet, 2004**).

L'acteur principal du marché mondial de l'huile d'olive est l'UE. Au sein duquel, toutefois, l'Espagne, l'Italie et, dans une moindre mesure, la Grèce, assurent la quasi-totalité de la production européenne (97 %). Elle produit en moyenne 2.050 millions de tonnes par an durant sept ans entre 2010 et 2017 dont 530 000 tonnes désignés à l'exportation et importe en moyenne 161 500 tonnes. Actuellement, l'Espagne est en tête avec 62 % de la production totale de l'UE et 40 à 45 % de la production mondiale, suivant les années (**Oreggia et Marinelli, 2017**). À l'extérieur de l'UE, la Tunisie est le 2<sup>ème</sup> producteur de l'huile d'olive suivie de la Turquie et du Maroc (Figure 1a).

Parmi les autres pays producteurs, les données statistiques disponibles montrent que l'Algérie est un autre acteur important sur le marché mondial de l'huile d'olive en contribuant avec 2.1% dans la production mondiale.

Citons enfin d'autres producteurs émergents, comme la Jordanie, l'Afrique du Sud, l'Australie, la Nouvelle-Zélande, l'Iran, même si leur présence sur le marché mondial n'est pas comparable à celles de l'UE ou de la Tunisie (**COI, 2016**).

Les récents efforts de promotion commerciale ont stimulé l'intérêt pour la consommation de ce produit dans les pays où il n'était pas traditionnellement demandé, mais sa consommation demeure très concentrée dans les zones de production, en particulier dans l'Union européenne

qui occupe sans conteste le premier rang, sa consommation globale représentant plus des deux tiers de la consommation mondiale (Figure 1b). À l'intérieur de l'UE, l'Espagne, l'Italie et la Grèce assurent plus de 80 % de la consommation. Quant aux pays dits tiers, c'est-à-dire ceux qui ont récemment été pénétrés *via* les campagnes de promotion du Conseil oléicole international – les États-Unis, le Canada, l'Australie, le Brésil, le Japon et la Chine – leur consommation combinée est de l'ordre de 450 000 tonnes métriques, dont 300 pour les États-Unis (COI, 2016).

Même si la production et la consommation mondiales ont sensiblement augmenté, l'huile d'olive continue à n'occuper qu'une petite place sur le marché des huiles végétales liquides : 4 %. C'est pourquoi, dans l'esprit des consommateurs, familles comme restaurateurs, y compris ceux vivant dans les pays producteurs, elle peut facilement être remplacée par les huiles de cuisine et, à table, par du beurre (Vossen, 2007).

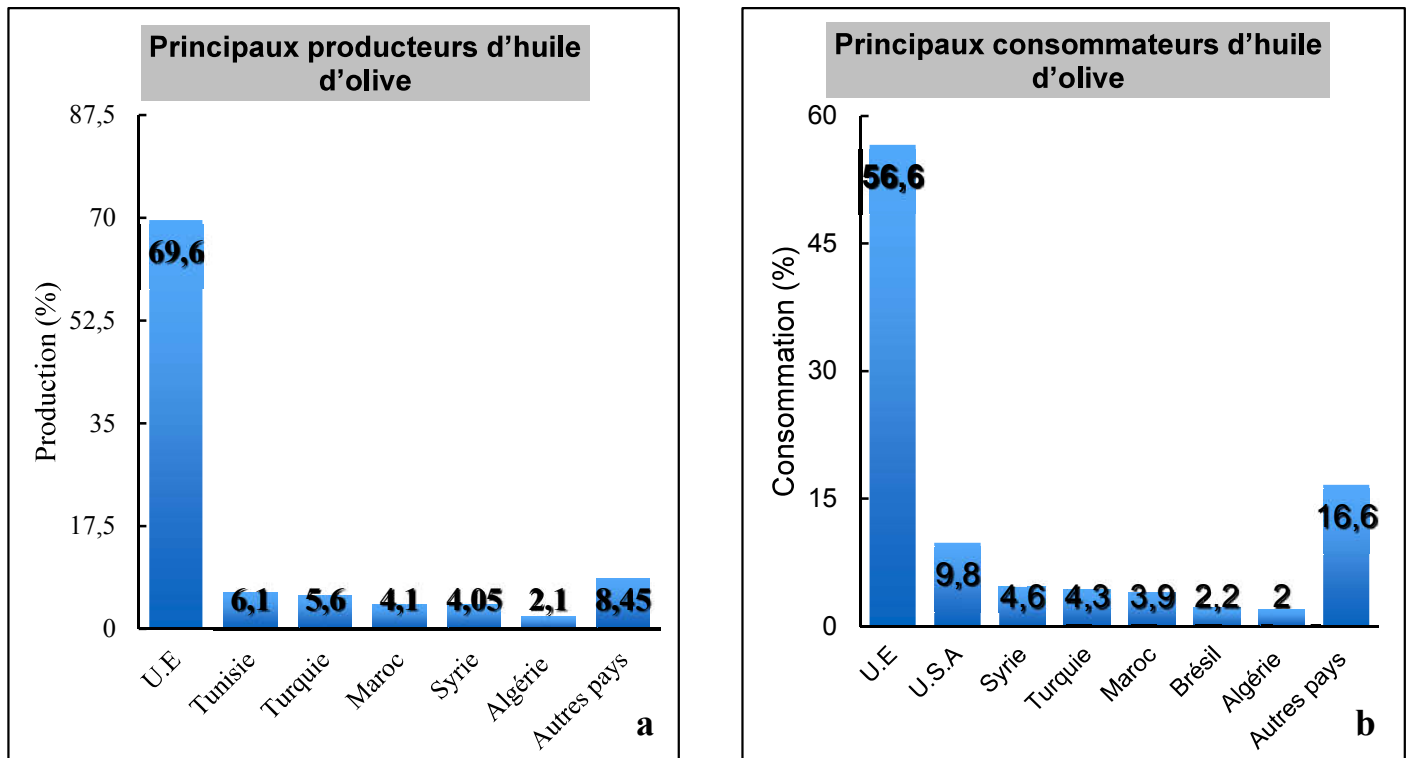


Figure 1. Les principaux producteurs (a) et consommateurs (b) mondiaux d'huile d'olive (COI,2017).

### III. Importance du secteur oléicole en Algérie

En Algérie, la culture de l'olivier est très ancienne. Les phéniciens furent les premiers à introduire cette culture en Afrique du nord et particulièrement en Algérie. En effet, les nombreux vestiges de pressoirs d'olive datant de l'époque romaine dans certains coins reculés des hauts-plateaux montrent bien que la culture de l'olivier était déjà répandue sur le territoire algérien.

L'oléiculture représente la culture fruitière la plus répandue, elle compte dans notre pays près de 34.739.080 de pieds en occupant 5.54% de la surface agricole utilisée (SAU). Selon les données du Ministère de l'agriculture, les surfaces oléicoles cultivées en Algérie ont augmenté presque cinq fois plus depuis plus d'un siècle: de 100 000 hectares en 1900 à 471.657 hectares en 2017. Par contre, la production d'huile d'olive n'a pas suivi l'augmentation des surfaces cultivées et a enregistré une allure assez aléatoire, elle a fluctué selon les conditions climatiques. Durant la campagne oléicole 2003/2004, le pic de production a ainsi été atteint avec près de 69 500 tonnes d'huile d'olive, ensuite la production s'est abaissée jusqu'à atteindre 21 500 tonnes en 2006/2007. Globalement, la production moyenne d'huile d'olive en Algérie atteignait 31.200 tonnes au cours de la décennie 1990/2000. Cependant, au cours de la période entre 2000 et 2017, la production s'est élevée en moyenne à 41.500 tonnes et a même atteint les 83.000 tonnes en 2015/2016 (Figure 2).

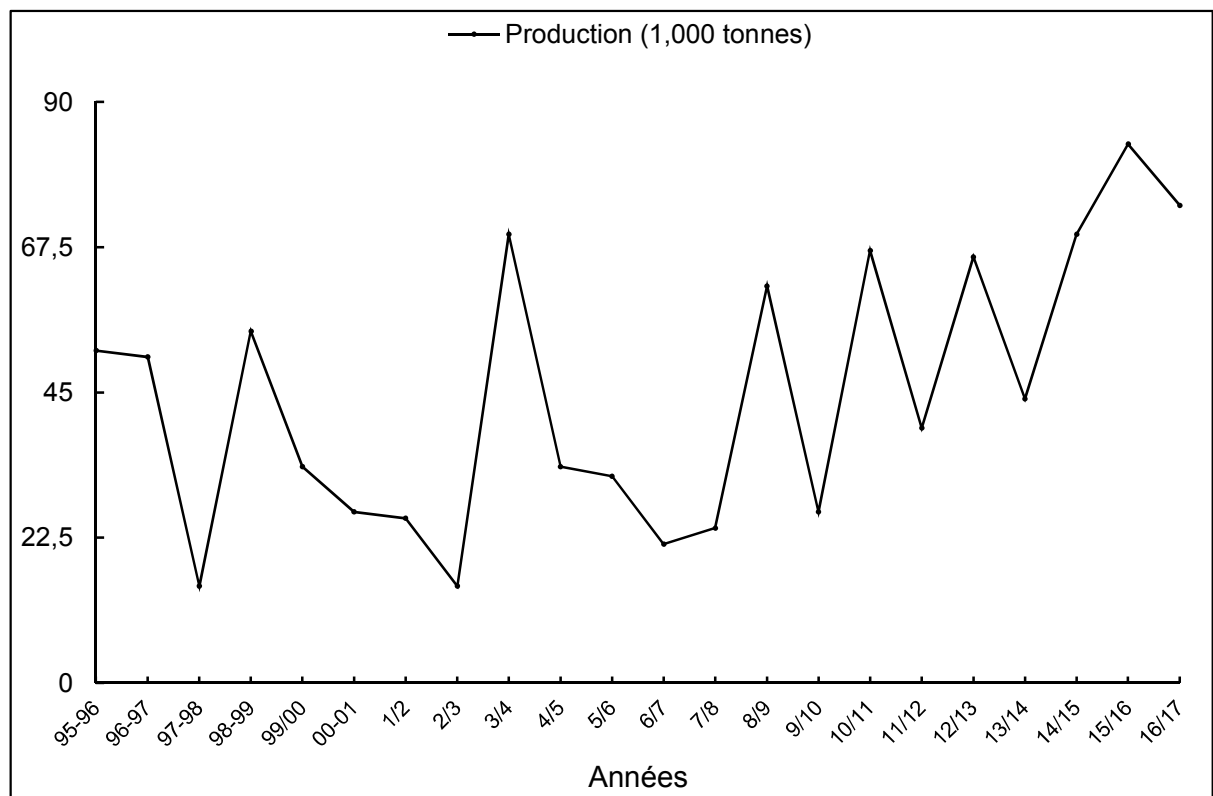


Figure 2. Evolution de la production oléicole en Algérie (1995-2017) (COI, 2017).

La faiblesse de la production s'explique par plusieurs facteurs (Lazzeri, 2009) liés au climat, aux apports des engrais et fumures, au labour régulier, à l'irrigation, à la taille de formation (qui augmente l'ampleur de l'arbre) et de fructification (élimine les branches inutiles) et à la protection contre les parasites et insectes.

Par conséquent, l'Algérie a une production assez faible par rapport aux autres pays de la Méditerranée, et est classée en 6ème position après l'union européenne, la Tunisie, la Turquie, la Syrie, le Maroc, (2,1% de la production mondiale et 2% de la consommation mondiale) (Figure 1a et 1b)

La superficie oléicole est répartie notamment sur l'Est, essentiellement dans les wilayas de Jijel - Skikda – Mila, Guelma et Batna, sur les zones de la région centrale du pays, réparties essentiellement entre les wilayas d'Ain Defla, Blida, Boumerdès, Tizi Ouzou, Bouira, Bejaia, Bordj Bou Arréridj et sur les zones de la région Ouest, représentée essentiellement par les wilayas de :Tlemcen, Mascara, Sidi Belabes et Relizane (Figure 3b).

En général, le système de production oléicole en Kabylie est caractérisé par des petites exploitations à caractère privé, morcelé, dans l'indivision et la surface moyenne par exploitation oléicole est très réduite. Cependant, les grandes exploitations oléicoles sont situées vers le centre et le sud, et plus précisément dans les haut-plateaux. Le secteur oléicole en Algérie, fait fonctionner un tissu industriel renfermant 1992 huileries (maâsara, système de presse et système de centrifugation à trois phases). Depuis l'année 2009, le ministre de l'Agriculture et du Développement Rural algérien a lancé un programme d'implantation d'un million d'hectares d'oliviers essentiellement dans les hauts plateaux afin de relancer la filière, et exhorte les agriculteurs à utiliser plus de techniques modernes et de mécanisation afin d'améliorer au mieux la qualité du produit.

En fait, des études antérieures ont montré que la trituration des olives par les procédés classiques et traditionnels, le mauvais choix de la période de récolte, engendrent de nombreuses pertes, tant sur le plan quantitatif que qualitatif et de ce fait malgré l'importance du patrimoine oléicole algérien, cette culture ne participe pas suffisamment aux besoins de la consommation nationale en huile, et par conséquent on fait recours aux importations massives des huiles à graines.

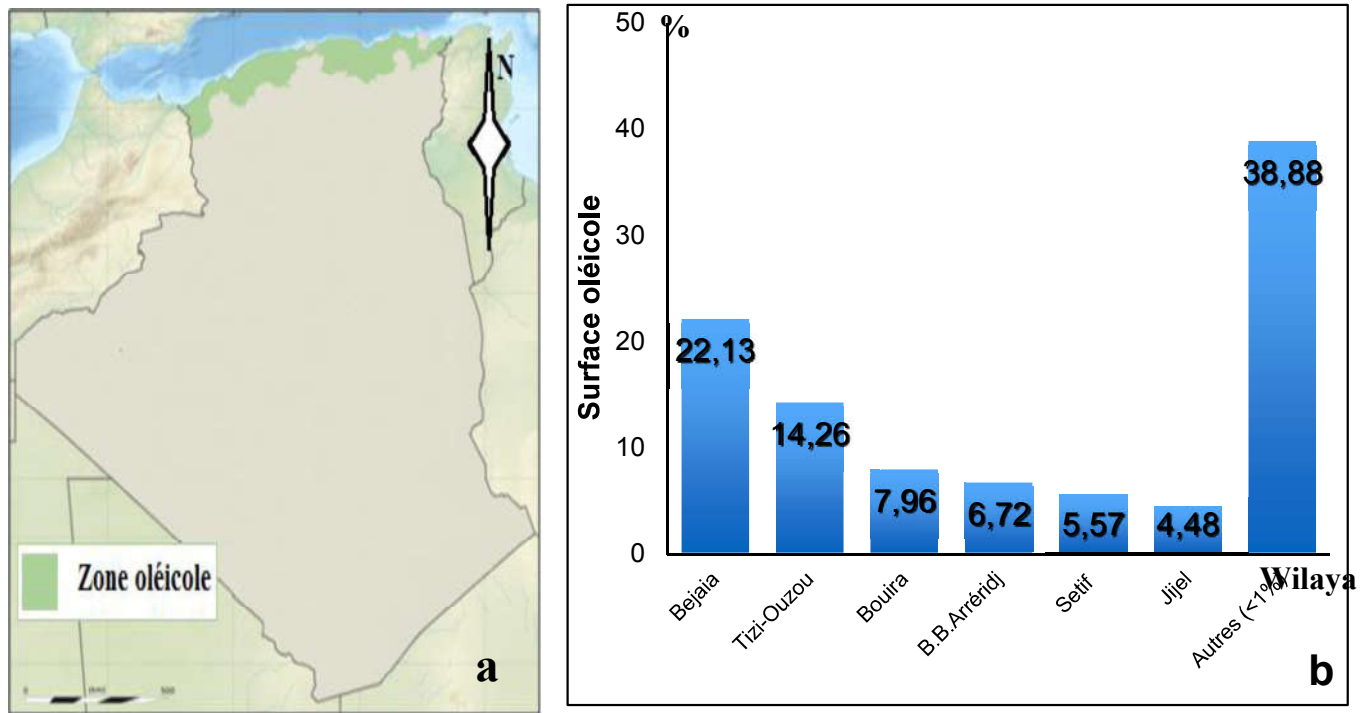


Figure 3 : Répartition de la zone oléicole en Algérie (a: sur la carte géographique, b: en pourcentage (Oreggia et Marinelli, 2017)).

#### IV. Principales variétés algérienne d'olivier

Le patrimoine variétal oléicole algérien est très riche, l'institut technique de l'arboriculture fruitière et de la vigne a répertorié 72 variétés autochtones dont 36 sont homologuées, le reste est en cours de réalisation (Mendil et Sebai, 2006).

La variété *Chemlal* qui est caractérisée par une bonne production d'huile, se classe au premier rang en occupant plus de 45% de la superficie oléicole, et se rencontre principalement dans toute la Kabylie du littoral au Sud de Mchedallah, et dans la vallée de la Soummam. La variété *Sigoise* destinée essentiellement pour la production des olives de table est classée en deuxième position en occupant 25% de la superficie oléicole, elle est concentrée dans l'Ouest du pays. La variété *Azeradj* vient en deuxième position en occupant environ 10% de la superficie oléicole et se rencontre surtout dans la vallée de la Soummam.

Il existe aussi environ 88 autres variétés étrangères introduites de toute la méditerranée durant la phase coloniale tel que les variétés françaises : la *Cornicabra*, la *Sevillane* la *Lucque*, la *Frontoio* et la *Leccino* (Mendil et Sebai, 2006). L'analyse phylogénétique et de la structure des populations divise les accessions des oliviers algériens en deux principaux groupes

correspondant aux oliviers traditionnels tel que (*Chemlal, Azeradj* et *Limli*) et des hybrides entre l'oléastre et les variétés traditionnelles (**Boucheffa et al, 2016**).

## **V. Importance du secteur oléicole à Bordj Bou Arréridj**

La wilaya de Bordj Bou Arréridj se classe en quatrième position par rapport à la surface oléicole occupée en Algérie estimée de 26 196 ha qui représente 6.72% (Figure 3b) (**DSA, 2017**). Les oliveraies sont localisées essentiellement dans les montagnes caractérisées par des conditions topographiques difficiles et une pluviométrie annuelle moyenne de 500 à 800 mm. La plus part des oliviers proviennent du greffage sur place de l'oléastre qui pousse à l'état sauvage et sont d'un âge supérieur à 50 ans.

La production totale de la wilaya est produite essentiellement par les communes suivantes: Medjana, Mansoura, Hasnaoua, El-Hamadia. La seule subdivision de Medjana (Teniet El nasr, Djaafra, El Main, Tefreg, Colla) représente 90% de la production totale.

# **SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE**

## **CHAPITRE 2 :**

### ***GÉNÉRALITÉS SUR L'OLIVIER***



## I. Caractéristiques botaniques de l'olivier et du fruit

L'olivier (*Olea europea L.*) appartient à la famille des oléacées qui comprend environ 30 genres et 600 espèces. L'olivier cultivé ou domestique, appartient au genre *Olea*, espèce *europea*, sous espèce, *sativa* qui comprend les différentes variétés cultivées et multipliées végétativement. C'est la seule espèce qui donne des fruits comestibles. L'autre sous espèce est l'oléastre, contient les oliviers sauvages et désigne en fait des arbustes ou des arbres, à branches courtes, à petites feuilles rondes ou légèrement allongées et à petits fruits généralement sphériques contenant un noyau relativement important (Turille, 1951).

L'olivier est un arbre typiquement méditerranéen, originaire d'un climat subtropical sec, il s'adapte dans des conditions d'environnement extrêmes comme la chaleur et la sécheresse. C'est un arbre qui pousse bien dans un sol aéré, néanmoins, il est capable de s'adapter à plusieurs types de sols. La distribution du système racinaire est fonction du type de sol. Dans les sols aérés, les racines peuvent atteindre 6 à 7 mètres ou plus. Pour des sols moins aérés, le système racinaire latéral est plus développé. Dans un sol lourd et non aéré, l'olivier s'adapte en développant un réseau de racines superficielles.

De point de vue morphologique, l'olivier est un arbre de grandeur moyenne, toutefois, il peut atteindre une hauteur de 10 mètres dans des cas extrêmes. Généralement, il présente une fondaison arrondie, rarement érigée. L'olivier est un arbre polymorphe, c'est à dire que les feuilles du stade juvénile sont différentes de celles du stade adulte. Cependant, les arbres multipliés par voie végétative ne possèdent pas une forme de feuilles juvénile (COI, 1997).

L'olive est le principal fruit de l'olivier, c'est une drupe plus ou moins sphérique à mésocarpe charnu, riche en lipides, de taille variable. Il est composé de trois parties différentes à savoir:

- Une partie extérieure appelée épicarpe ou peau, représente 1,5 à 2 % du poids total du fruit. Elle est recouverte d'une matière cireuse, la cuticule, imperméable à l'eau.
- Une partie intermédiaire appelée mésocarpe ou pulpe qui représente 65 à 83% du poids total du fruit. Elle est constituée de cellules dans laquelle vont être stockées les gouttes de graisses qui forment l'huile d'olive durant la lipogenèse.

- Une partie centrale: l'endocarpe ou os, c'est la partie lignifiée du fruit qui protège la graine. On désigne habituellement par noyau l'ensemble formé par l'endocarpe et la graine (Figure 4). L'importance de chaque fraction dépend surtout de l'espèce et de l'état de maturité du fruit (Balatsouras, 1997).

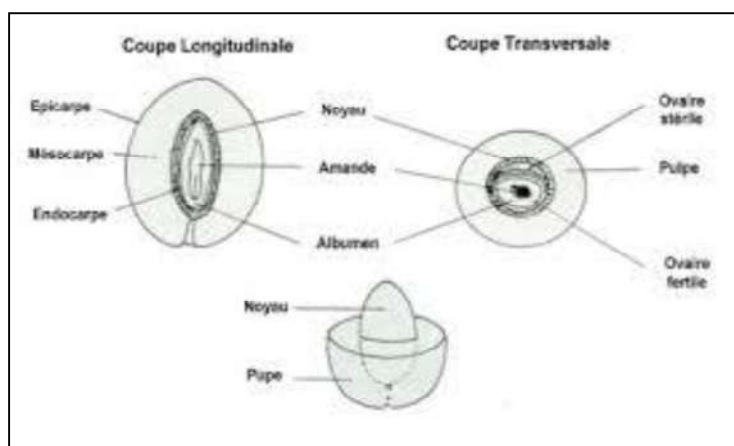


Figure 4. Composition du fruit d'olivier.

## II. Exigences écologiques de l'olivier

### II.1. Température

L'olivier s'adapte bien à des conditions extrêmes de l'environnement, où les grandes chaleurs et les sécheresses estivales sont quasi-permanentes. Il apprécie les fortes amplitudes thermiques entre le jour et la nuit qui facilitent la migration des produits de photosynthèse grâce à l'abaissement notable des températures nocturnes.

L'olivier craint le froid, en effet, il résiste jusqu'à  $-8^{\circ}\text{C}$  à  $-10^{\circ}\text{C}$  en repos végétatif hivernal. A  $0^{\circ}\text{C}$ , les dégâts peuvent être plus importants, surtout au moment de la floraison (Wallali et al., 2002). La sensibilité de l'olivier aux basses températures est liée à plusieurs facteurs, tel que: l'état végétatif de l'arbre, la durée de la période des basses températures, la résistance de la variété, l'état sanitaire de l'arbre, etc. Toutefois, l'olivier peut supporter les températures élevées de l'été qui peuvent atteindre  $40^{\circ}\text{C}$  surtout lorsque son alimentation hydrique est suffisante (Loussert et Brousse, 1978).

Dans le cas contraire (insuffisance en eau, à  $35-38^{\circ}\text{C}$ ), la croissance végétatif s'arrête à  $40^{\circ}\text{C}$  et plus, des brûlures endommagent l'appareil foliacé, et peuvent engendrer la chute des fruits (Wallali et al., 2002).

## **II.2. Irrigation**

L'eau est un facteur principal qui conditionne la vie des végétaux. L'olivier a besoin d'eau qui intervient dans l'accélération de sa croissance et de sa mise à fruit. L'irrigation exerce également une forte influence, sur la végétation, sur la production, sur le développement du fruit et en conséquence sur les huiles. Il est montré qu'avec 600 mm bien répartie, l'olivier végète et produit normalement, entre 450 et 600 mm, la production est possible à condition que les capacités de rétention en eau du sol soient suffisantes (sol profond argilo-limoneux), alors qu'avec une pluviométrie inférieure à 200 mm, l'oléiculture est économiquement non rentable.

Généralement le climat méditerranéen est connu par l'irrégularité des précipitations annuelles et la mauvaise répartition des pluies. C'est ainsi, que les grandes quantités de précipitations tombent en hivers, période de repos de l'arbre, toutefois les précipitations pendant l'été sont pratiquement nulles ou même sans effet à cause de l'évaporation. Néanmoins, avec toutes ces conditions, l'olivier peut s'adapter à l'irrégularité de ce régime hydrique en puisant en profondeur le peu d'humidité contenue dans le sol (terrain favorable à la pénétration des racines) et en exploitant un grand volume de terre (faible densité de plantation) (Wallali et al., 2002).

## **II.3. Texture du sol**

Les facultés d'adaptation de l'olivier aux conditions climatiques sont en étroite relation avec les qualités pédologiques. En effet, le sol par ses propriétés physico-chimiques joue un rôle important dans le processus d'alimentation hydrique des plantes. La nature du sol dépend de l'efficacité des pluies (infiltration, stockage et évaporation) et la facilité d'extraction de l'eau par les racines (Loussert et Brousse, 1978). En effet, le sol doit être profond, perméable, bien équilibré en éléments fins qui comporte 50% d'argile et limons et 50 % en éléments grossiers (sables moyens et grossiers) (Wallali et al., 2002).

## **III. Huile d'olive: Qualité et classification**

Le terme qualité est défini comme étant une combinaison des attributs ou des caractéristiques du produit qui peut avoir une signification importante dans la détermination du degré 'd'acceptabilité' de ce produit par les consommateurs.

Pour l'huile d'olive la qualité est défini à partir des perspectives commerciales, nutritionnelles et organoleptiques qui sont liées essentiellement à la composition chimique de

l'huile. La valeur nutritionnelle de l'huile d'olive augmente avec le taux élevé en acide oléique et en composés mineurs comme les phénols et les stérols.

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

L'huile d'olive, en fonction de ces caractéristiques organoleptiques (saveur et odeur) et analytiques (le degré d'acidité et autres) a fait l'objet de classement et des dénominations suivantes effectuées par le (COI, 2016).

- Huile d'olive vierge extra : l'acidité, exprimée en acide oléique doit être inférieure à 0,8 g/100 g d'huile. Au niveau des caractéristiques organoleptiques, cette huile a une présence de fruité et une absence de défaut ;
- Huile d'olive vierge : l'acidité, exprimée en acide oléique doit être inférieure à 2 g/100 g d'huile. Au niveau des caractéristiques organoleptiques, cette huile a une présence de fruité et une présence possible de défauts légers ;
- Huile d'olive vierge lampante : ce type d'huile a une acidité supérieure à 2 g/100 g d'huile. Cette huile est qualifiée d'impropre à la consommation et doit être destinée au raffinage.
- Huile de grignons d'olives : ce type d'huile a une acidité inférieure à 1 g/100 g. Elle est obtenue par traitement des grignons d'olive par des solvants ou d'autres procédés physiques.

## **IV. Composition chimique de l'huile d'olive**

L'huile d'olive est un mélange complexe de différents composés chimiques avec une fraction saponifiable pondéralement majeure constituée principalement de triacylglycérols (98%), de faibles quantités d'acides gras libres, d'acylglycérols partiels, de phospholipides et une fraction insaponifiable mineure qui, entre autres, renferme les différents constituants responsables des propriétés antioxydantes et de l'arôme d'huile d'olive. Il existe aussi plusieurs composés hydrophiles, présents dans le fruit et que l'on retrouve dans une moindre proportion dans l'huile d'olive (Kiritsakis, 1991).

### **IV.1. Composition de la fraction saponifiable**

Elle est constituée pour l'essentiel de triacylglycérols (TAG) mais contient également des acylglycérols partiels des phospholipides (40-135 mg/kg) ainsi que des glycolipides.

### IV.1.1. Acides gras

Les acides gras sont les constituants de base de la grande majorité des lipides, ils se trouvent généralement liés au glycérol en formant les triacylglycérols ou à l'état libre suite à l'hydrolyse de ces derniers. Les acides gras sont constitués d'une chaîne carbonée dont la longueur peut varier de 4 à 22 atomes de carbone. Dans les huiles végétales, les acides gras prédominants sont ceux à 16 et à 18 atomes de carbones **(Degreyt, 1998)**.

L'huile d'olive possède un profil d'acides gras caractéristiques **(Boskou, 1996)** dominé par:

- L'acide oléique (C<sub>18:1</sub>), dont la présence en grande quantité distingue l'huile d'olive des autres huiles alimentaires et lui confère les caractéristiques d'une huile mono insaturée, intermédiaire entre les graisses d'origine animale et les huiles de graines polyinsaturées **(Boussenadji, 1995)**.
- L'acide linoléique (C<sub>18:2</sub>) dont la présence dans l'huile d'olive en quantités notables peut contribuer à son oxydation au cours du stockage **(Ryan et al., 1998)**.
- L'acide palmitique (C<sub>16:0</sub>), dont il constitue le principal acide gras saturé à 16 atomes de carbones dont il est responsable de la figeabilité de l'huile à basse température **(Ryan et al., 1998)**,
- Les acides gras mineurs sont : les acides stéarique (C<sub>18:0</sub>), palmitoléique (C<sub>16:1</sub>) linoléique (C<sub>18:3</sub>), arachidonique (C<sub>20:0</sub>), béhénique (C<sub>22:0</sub>), lignocérique (C<sub>24:0</sub>) et eicosénoïque (C<sub>20:1</sub>).

On trouve également de très faibles quantités (<0,2 %) d'acides heptadécanoïque (C<sub>17:0</sub>) et heptadécénoïque (C<sub>17:1</sub>) **(Fedeli, 1997)**.

La composition acide de l'huile d'olive constitue le premier critère de pureté de ce produit exigé par la norme pour le contrôle de l'authenticité de l'huile. Les limites de la composition en acides gras fixées par la norme du COI, sont mentionnées dans le tableau 1 **(COI, 2016)**.

Comme on peut le constater, il y a une nette prédominance de l'acide oléique (mono-insaturé) une moyenne quantité d'acide palmitique et d'acide linoléique et une quantité acceptable d'acide linoléique et stéarique.

La présence des liaisons doubles rend les acides gras insaturés sensibles à l'oxygène en donnant lieu au phénomène de l'auto-oxydation. L'huile d'olive présente sous cet aspect, une composition acide à instauration faible par rapport aux autres huiles végétales et contient de nombreuses substances antioxydantes lui permettant de maintenir une stabilité particulière.

Les variations observées généralement dans la composition en acides gras de l'huile d'olive proviennent essentiellement des variétés mais également du climat, de latitude et du degré de maturation des olives au moment de la récolte (**Kiritsakis, 1991; Inglese, 1994; Lazzez et al, 2002**)

**Tableau 1. Limites de la composition acide de l'huile d'olive (COI, 2016)**

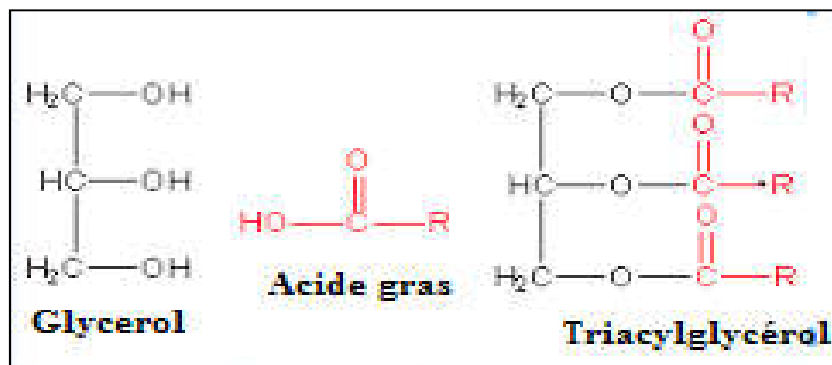
Acide Gras	Limites (%)
Acide myristique (C14:0)	≤ 0,05
Acide palmitique (C16:0)	7,5-20
Acide palmitoléique (C16:1)	0,3-3,5
Acide heptadécanoïque (C17:0)	≤ 0,3
Acide heptadécénoïque (C17:1)	≤ 0,3
Acide stéarique (C18:0)	0,5-5
Acide oléique (C18:1)	55-83
Acide linoléique (C18:2)	3,5-21
Acide linoléique (C18:3)	≤ 1,0
Acide arachidique (C20:0)	≤ 0,6
Acide gadoléique (C20:1)	≤ 0,4
Acide béhénique (C22:0)	≤ 0,2
Acide lignocérique (C24:0)	≤ 0,2

#### IV.1.2. Les triacylglycérols

Ils forment entre 98 à 98.5% de la masse de l'huile d'olive. Ce sont des triples esters d'acides gras (semblables ou différents) et de glycérol (qui est un trialcool) (Figure 5). Les TAG sont des molécules très hydrophobes, constituant une forme de réserve de l'énergie (**Boskou, 1996**).

L'étude comparative de la composition des TAG de quelques huiles d'olive vierges d'origine tunisienne (**Abaza et al., 2002 ; Ben Temime et al., 2006a**), italiennes (**Baccouri et**

*al.*, 2007a) et françaises (Ollivier et *al.*, 2000) a permis de distinguer de nombreuses espèces moléculaires de TAG, composants majeurs de l'huile d'olive. Les plus importantes espèces moléculaires sont la trioléine (OOO), suivie par la dioléopalmitine (POO), la dioléolinoléine (OOL) et la palmitooléolinoléine (POL). Les autres espèces moléculaires (POLn, PLL, OLL, PPO, SOO) sont mineures et présentent un faible pourcentage. L'utilisation des techniques diverses dans l'analyse des TAG peut expliquer la différence de la détection de quelques espèces moléculaires dans les huiles analysées. La présence dans l'huile d'un taux élevé en triacylglycérols comportant l'acide oléique et inversement des taux faibles de triacylglycérols avec de l'acide linoléique constitue un indice favorable de l'authenticité de l'huile d'olive; cependant, c'est plutôt le taux de la tri-linoléine qui constitue un paramètre certain pour identifier l'ajout des faibles quantités d'huiles de graines à l'huile d'olive (Cunha et Oliveira, 2005). Les triacylglycérols provenant d'acides gras saturés ou tri-insaturés sont absents dans l'huile d'olive (Tiscornia et *al.*, 1982).



Parmi les méthodes établies pour le contrôle de l'authenticité de l'huile d'olive, la détermination de la composition en acides gras et en triacylglycérols, qui semble être très utile (Ollivier, 2003 ; Cunha et Oliveira, 2005). Il est d'usage de débiter une analyse de recherche d'adultération d'une huile par la caractérisation de sa composition en acides gras. Cette détermination permet de détecter des ajouts d'huile linoléique (% C<sub>18:2</sub> > 50%) ou d'une huile linoléique (% C<sub>18:3</sub> > 7%) à des teneurs de l'ordre de 10 à 20% dans l'huile d'olive qui est une huile oléique. En effet, la composition acide de l'huile d'olive est particulière et caractéristique (Ollivier, 2003). Ce type d'analyse a montré des faiblesses depuis l'apparition sur le marché du tournesol oléique (à teneur en C<sub>18:1</sub> > 80%), d'où l'importance de l'analyse des triacylglycérols. En effet, la détermination de la teneur en (LLL) dont les conditions opératoires ont été décrites à l'Annexe VIII du règlement CEE n°2568/91 (COI, 2016) est propre à résoudre

le mélange complexe de TAG en les séparant par groupes caractérisés par le même nombre de partition (ECN) et par espèces chimiques.

### **IV.1.3. Les phosphatides**

Les phosphatides ou les phospholipides sont constitués d'une molécule de glycérol estérifiée en position 1 et 2 par des acides gras et en position 3 par un phosphate, ce dernier est lié à acide aminé ou à un sucre.

Dans les huiles végétales, on rencontre souvent les phosphoglycériques, qui sont des phosphatides dans lesquels un hydrogène libre de l'acide phosphorique est substitué par un groupe amino-alcool. **(Marchal, 1989)**.

## **V. Composition de la fraction insaponifiable**

Si l'huile d'olive est constituée pour l'essentiel de triacylglycérols, elle contient, par ailleurs, un grand nombre d'autres composants de nature non glycéridique, présents en faibles quantités (1 à 2% de l'huile d'olive). Ces composants dits «mineurs» sont structurellement très hétérogènes et forment la partie insaponifiable de l'huile d'olive, ils sont responsables du goût et du parfum unique de ce produit, ainsi que de sa stabilité **(Velasco et al., 2002 ; Gallina et al., 2005)**. Ils sont également bénéfiques pour la santé humaine en prévenant des processus délétères comme l'oxydation des lipides par les radicaux libres **(Bendini et al., 2007)**. On peut séparer les composants mineurs de l'huile d'olive en composés phénoliques, tocophérols, pigments, composés aromatiques, hydrocarbures terpéniques et en stérols.

### **V.1. Les pigments**

La couleur de l'huile est une caractéristique de base de la qualité des huiles d'olive vierges. La couleur vert-jaune est attribuée à la présence de nombreux pigments : les chlorophylles, les caroténoïdes et les anthocyanes **(Giuffrida et al., 2007)**. Les chlorophylles a et b sont les principaux pigments chlorophylliens identifiés dans l'huile d'olive ; qui montrent une absorbance optimale à 670 nm **(Kiritsakis et Markakis, 1987)**.

#### **V.1.1. Chlorophylle**

Les pigments chlorophylliens se trouvent dans l'huile d'olive sous forme a et b. Ces pigments possèdent dans leur structure un atome de magnésium qui se dégradent facilement sous l'action de la lumière en donnant naissance aux phéophytines a et b de couleur marron perdant



ainsi, l'atome de magnésium responsable de la couleur verte de ces composés (**Degreyt, 1998**). Plusieurs travaux de recherche ont montré que ces pigments sont à l'origine de la couleur caractéristique de l'huile d'olive et de l'activité oxydative de ce produit. En effet, il est bien établi que les chlorophylles sont dotés d'un pouvoir pro-oxydant lorsque l'huile d'olive est exposée à la lumière et d'une action antioxydante à l'obscurité (**Rahmani et Csallani, 1991; Minguez-Mosquera, 1991; Gandul-Rojas et Minguez-Mosquera, 1996**).

Les chlorophylles jouent un rôle primordial dans l'activité oxydative des produits alimentaires traités, grâce à leurs propriétés anti-oxydantes à l'obscurité et pro-oxydantes en présence de lumière (**Fakourelis et al., 1987**). La présence de ces pigments dans l'huile d'olive vierge dépend des facteurs génétique (**Abaza et al., 2005**), des facteurs agronomiques particulièrement le degré de maturation des fruits (**Salvador et al., 2001**), des conditions climatiques (**Ben Temime et al., 2006b**), ainsi que des méthodes d'extraction (**Roca et Minguez-Mosquera, 2001**).

Les pertes en pigments de l'huile, principalement des chlorophylles se déroulent au cours du processus d'extraction provoquant la libération des acides causant ainsi, la transformation des chlorophylles en phéophytines probablement par l'élimination des ions  $Mg^{2+}$ . Par ailleurs, l'analyse des chlorophylles et des phéophytines a été récemment considérée dans l'identification des traitements technologiques telle que la désodorisation des huiles de mauvaise qualité (**Giuffrida et al., 2007**). Les chlorophylles sont présents dans l'huile d'olive en très faible quantité allant de 1 à 20 ppm, dont 40 à 80 % sont des phéophytines qui sont des produits de dégradation des chlorophylles (**Ranalli, 1992; Rahmani, 1987**). Selon **Fedeli et al (1997)**, les teneurs en chlorophylle a et b et en phéophytine a et b varient respectivement de 1 à 10 ppm et de 0,2 à 24 ppm. A cet égard **Rahmani (1987)** a rapporté que la concentration en phéophytines dans l'huile d'olive varie respectivement de 7 à 48 ppm et de 1 à 13 ppm dans les huiles extraites d'olives mi noir. La teneur en chlorophylles dans les huiles d'olive est en relation très étroite avec plusieurs facteurs tels que le cultivar, le type du sol, les conditions d'extraction et le degré de maturation des olives.

### V.1.2. Carotènes

Les carotènes sont des molécules très conjuguées, ce qui explique leur forte absorption dans le domaine du visible. Elles sont synthétisées exclusivement par les végétaux.

Les principaux caroténoïdes identifiés dans l'huile d'olive sont le  $\beta$ -carotène, la lutéine et les xanthophylles (**Roca et Minguez-Mosquera, 2001**). Par ailleurs, des études récentes ont signalé la présence de néoxanthine et violaxanthine (**Giuffrida et al., 2007**).

Les caroténoïdes présentes dans l'huile d'olive vierge particulièrement le  $\beta$ -carotène, sont caractérisés par leur propriété désactivant de l'oxygène et sont donc des inhibiteurs très efficaces de la photo-oxydation induites par les pigments chlorophylliens (**Perrin, 1992**). Il semble toutefois que l'effet protecteur du  $\beta$ -carotène ne se manifeste qu'à des teneurs supérieures à 1ppm (**Rahmani, 1989**).

### V.1.3. Anthocyanes

La pulpe de l'olive, renferme des substances colorantes liposolubles (chlorophylles a et b et caroténoïde) et des substances hydrosolubles qui sont les anthocyanines. Ces derniers composés sont des pigments de couleur rouge, bleu ou violette et résultent de la combinaison d'un composé phénolique avec un sucre. La synthèse des anthocyanines dans la pulpe de l'olive dépend principalement de la variété du fruit, de sa phase de maturation, du climat plus ou moins ensoleillé, de l'endroit où il est cultivée et de l'exposition directe des olives aux rayons solaires.

Ces composés sont généralement éliminés dans les eaux de végétation (margines) au moment de l'extraction à cause de leur solubilité maximale dans l'eau alors qu'une très petite quantité de ces composés passe dans l'huile d'olive (**Rahmani, 1989**).

### V.2. Les tocophérols

Les tocophérols sont des composés phénoliques apolaires. Ils représentent une famille très homogène de composés, constitués d'un reste hydroquinone substitué par un ou plusieurs groupes méthyles, et d'une chaîne poly-isoprénique plus ou moins saturée. Ils présentent plusieurs sous-familles : l' $\alpha$ -tocophérol (c'est la vitamine E proprement dite), le  $\beta$ -tocophérol, le  $\gamma$ -tocophérol et le  $\delta$ -tocophérol (**Mäkinen, 2002**).

### V.3. Les stérols

Le nom stérol dérive du mot Grec « Stéréos » (solide) auquel est ajouté la terminaison « ol » caractéristique des alcools, sa signification étymologique est donc « alcool solide ». Ce sont des alcools tetracycliques formés de quatre bloc comportant 17 atomes de carbone, une fonction OH au C<sub>3</sub>, deux groupements methyl en C<sub>10</sub> et en C<sub>13</sub> et une chaîne latérale aliphatique greffée en C<sub>17</sub> (**Degreyt, 1998**).

Les stérols végétaux ou phytostérols sont naturellement présents dans les huiles et les

Nom usuel	Structure
-----------	-----------

aliments d'origine végétale, ils représentent une proportion substantielle de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive vierge d'environ 30 à 60% (**Soulier et Farines, 1992**). Jusqu'à nos jours, on a identifié plus de 40 phytostérols.

La composition stérolique de l'huile d'olive est spécifique, elle est caractérisée par un taux particulièrement élevée en  $\beta$ -sitostérol (70 à 90%), substance qui s'oppose à l'absorption intestinale du cholestérol (**Kamal-Eldin et al, 1998**), suivi du  $\Delta 5$ -avenasterol (5 à 20%), du campesterol (1 à 5%) et du stigmasterol (0,5 à 2 %).

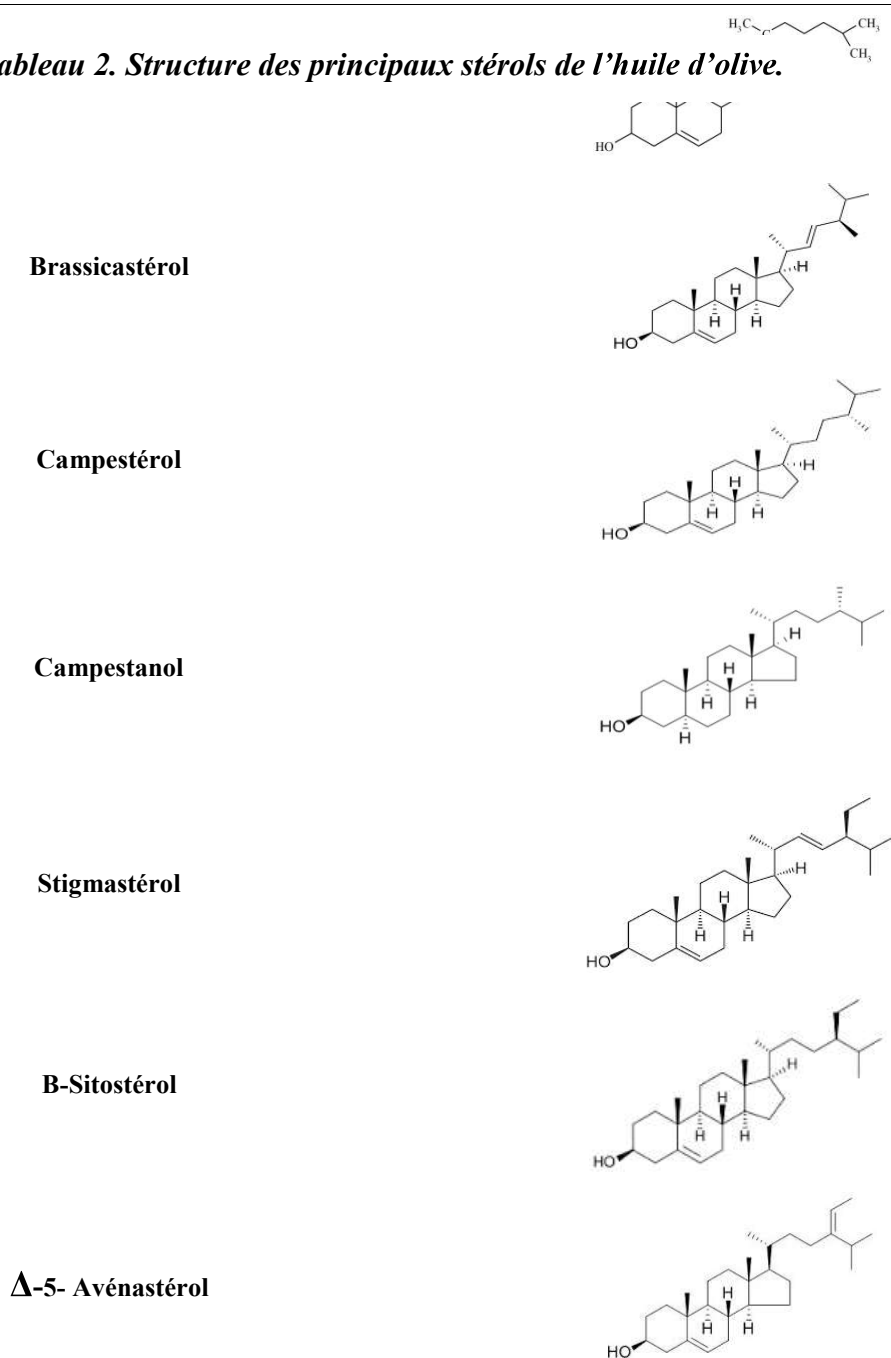
De nombreux autres stérols sont présents dans l'huile d'olive en très faibles teneurs, on peut citer en particulier: le cholestérol, le campestanol, le  $\Delta$ -7- campestérol, le chlérosterol, le  $\Delta$ -5-avénastérol, le  $\Delta$ -5,24-stigmastadiénol, le  $\Delta$ -7-stigmasténol et le  $\Delta$ 7-avénastérol (**Guietérrez et al., 1999 ; Stiti et al., 2002 ; Gorinstein et al., 2003**).

Ces composés se trouvent dans l'huile d'olive sous forme libre et estérifiée avec les acides gras. Sur le tableau 2, figure la structure des principaux composés stéroliques de l'huile d'olive (**Boskou, 1996**).

Sous l'angle thérapeutique, les phytostérols possèdent certaines propriétés qui les rendent très intéressant pour la santé humaine. Ainsi, une quantité élevée en  $\beta$ -sitostérols, ce qui est le cas de l'huile d'olive qui peut avoir une action hypocholesterolémiant (**Law , 2000 ; Normen et al, 2005 ; Demonty et al, 2009**).

Sous un autre angle, les stérols sont les constituants des membranes cellulaires, ils sont à l'origine de la biosynthèse des autres stéroïdes. Le cholestérol par exemple joue le rôle de précurseur pour la biosynthèse de nombreuses hormones indispensables au fonctionnement des organismes. Une quantité suffisante en cholestérol et une teneur élevée en  $\beta$ -sitostérol sont nécessaires pour l'organisme humain (**Saenz et al., 1998**).

Tableau 2. Structure des principaux stérols de l'huile d'olive.



Outre ces qualités nutritionnelles et diététiques, leur composition revêt une grande importance analytique ; elle est considérée comme étant un critère relatif à la constitution, permettant le contrôle de l'authenticité des huiles d'olive vierges. Leur quantification permet de repérer les mélanges avec les huiles d'autres catégories (raffinées, décolorés, ...) ou avec les huiles de graines (**Morderet, 1999**) et de déceler ainsi les fraudes (**Fedeli, 1997**). A titre d'exemple l'huile de colza, contient des teneurs considérables en brassicastérol (100-1100g/kg),

toutefois l'huile d'olive distingue par des concentrations très élevées en  $\beta$ -sitostérol (683–2610 mg/kg) et en  $\Delta^5$ -avenastérol (34-266 mg/kg) (**Aparicio et Aparicio Ruiz, 2000**).

#### V.4. Les alcools

##### V.4.1. Les dialcools triterpéniques

L'erythrodiol et l'uvaol sont des triterpènes pentacycliques bi-fonctionnels, composant typique de l'épicarpe de l'olive (**Sánchez, 2004**). Leur dosage est très important, parcequ'ils sont présents en quantité réduite (moins de 4,5% du total de la fraction stérolique) dans les huiles de pression, alors que leurs concentrations sont plus élevés dans les huiles obtenues à l'aide de solvants (huile de grignon d'olive), du fait de leur solubilité relative dans l'huile (**Amelotti, 1985**). Ces deux composés sont utilisés comme indicateur de pureté de l'huile d'olive (contrôle de fraude) (**Angerosa et al., 2004; Reina et al, 1997**).

##### V.4.2. Les alcools aliphatiques

Les alcools aliphatiques les plus rencontrés dans l'huiles d'olive sont: le docosanol C22, le tetracosanol C24 et l'hexacosanol C26 . L'identification des alcools aliphatique est un paramètre très utile pour l'authentification des huiles d'olive (**Rivera et al., 2004**).

#### V.5. Les hydrocarbures terpéniques

Les hydrocarbures de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive ont été étudiés par plusieurs auteurs. **Eisner et al. (1965); Bastic et al. (1978)** ont affirmé que le squalène (C<sub>30</sub>H<sub>50</sub>) est l'hydrocarbure majeur de l'huile d'olive. En effet, ce triterpène représente entre 85 à 90% de la fraction totale en hydrocarbures. Le squalène est un triterpène qui apparaît dans la voie de la biosynthèse du cholestérol dans le règne animal et végétal. En effet, c'est le précurseur biochimique des stérols (**Psomiadou et Tsimidou, 1999**). La présence des hydrocarbures dans l'huile d'olive dépend du cultivar (**De Leonardis et al., 1998**) et de la méthode d'extraction de l'huile (**Nergiz et Unal, 1990**). En effet, ils diminuent remarquablement durant le processus de raffinage (**Lanzon et al., 1994**).

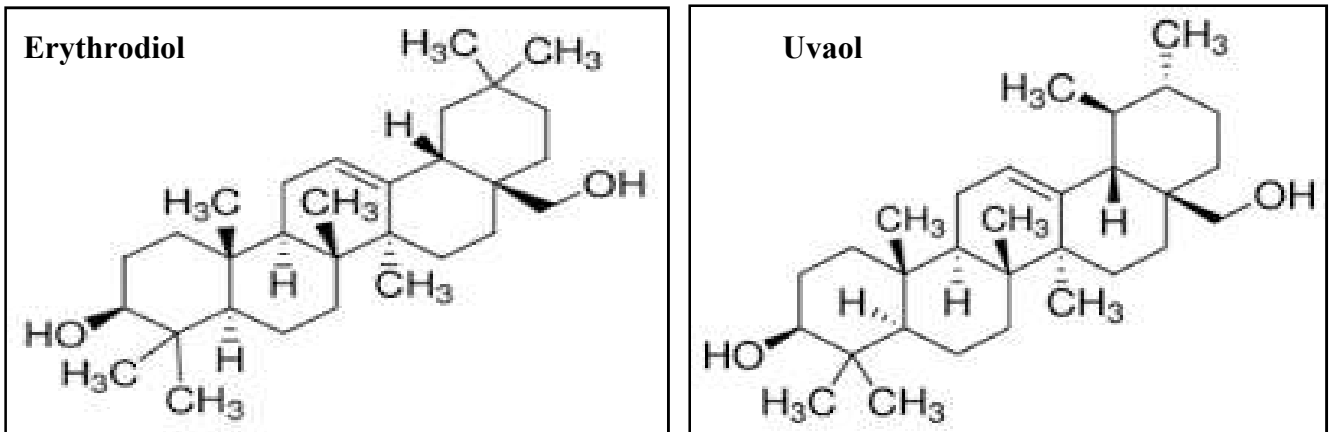


Figure 6. Principaux dialcools triterpéniques de l'huile d'olive.

## V.6. Les composés phénoliques

**Macheix *et al.* (1990)** ont défini les composés phénoliques comme étant des métabolites secondaires de grande diversité structurale, ayant une large distribution phylogénique et possédant un noyau aromatique lié à un ou plusieurs substituants hydroxyles (**Ryan *et al.*, 1998**). Les propriétés anti-oxydantes et la valeur biologique peuvent être attribuées en grande partie à ces composés (**Montedero, *et al.*, 1992**). De même, ils contribuent à accroître la stabilité de l'huile d'olive au cours du stockage (**Kiritsakis, 1998**).

## VI. Autres constituants de l'huile d'olive

### VI.1. Les substances inorganiques

La pulpe de l'olive est riche en substances inorganiques, dont principalement le potassium, suivi du calcium, du magnésium, du chlore, du phosphore.... etc. Ces substances se perdent en grande partie dans les eaux de lavage au cours des différentes phases d'extraction de l'huile. Cependant, la quantité restante de ces substances inorganiques à la fin du traitement permet de considérer l'huile d'olive comme une bonne source de minéraux nécessaires au développement de l'organisme humain (**Heredia-Moreno, 1989**).

### VI.2. Les composés aromatiques

L'huile d'olive convenablement extraite à partir des fruits frais et en bon état sanitaire, se distingue par un arôme délicat et unique fortement apprécié par les consommateurs. Les spécificités organoleptiques d'une huile d'olive vierge par rapport aux huiles raffinées sont attribuées à toute une gamme de composés volatils présents à très faibles concentrations,

appartenant à différentes classes chimiques : les aldéhydes, les alcools, les esters, les hydrocarbures, les cétones, les furanes et probablement d'autres composés volatils non encore identifiés (Kalua *et al.*, 2007).

## VII. Variables affectant la composition finale de l'huile d'olive vierge

La composition finale de l'huile d'olive vierge est le résultat d'un grand nombre de variables qui entrent en vigueur dès la formation de l'huile dans l'olivier jusqu'à sa consommation. Quelques-uns de ces variables montrent d'importants effets sur les concentrations des différents composés modifiant ainsi la stabilité à l'oxydation. Ils peuvent être divisés en trois groupes : ceux qui agissent soit avant, soit pendant soit après l'extraction de l'huile.

De nombreux facteurs tels que la variété, l'environnement, le climat, le sol, les pratiques culturales, l'âge de l'arbre, la maturité des fruits et leurs états sanitaires sont impliqués dans la composition initiale différente des huiles au cours de sa formation dans l'olive.

### VII.1. Les variables qui agissent avant l'extraction de l'huile

#### VII.1.1. Le cultivar

Le cultivar est le facteur le plus déterminant qui caractérise la composition chimique de l'huile d'olive. Les recherches menées ont montré une parfaite corrélation entre la variété et les caractéristiques chimiques de l'huile correspondante (El antari, 2000; Sanchez, 1999; Grati-Kammoun, 1998). El Antari *et al* (2000), ont montré suite à une étude de plusieurs variétés que le taux en acide oléique est un indice variétal. Les taux les plus élevés ont été enregistrés dans les huiles des deux variétés *Leccino* et *Picholine marocaine* (70 à 73%), suivies de la variété *Manzanille* (de 64 à 68 %), alors que les huiles des deux variétés, *Picholine* du Languedoc et *Arbequina* présentent toutefois les taux les plus faibles de l'ordre de 63%.

Ces mêmes auteurs ont constaté que la composition stérolique permet également de différencier les huiles de plusieurs variétés. L'huile de la variété *Picholine marocaine* est la plus riche en stérols totaux (2238 à 2419 mg/Kg) par comparaison à celles provenant de plusieurs variétés, italienne, espagnoles ou grecques (El Antari, 2000).

Des différences inéluctables sont observées dans la stabilité et la concentration des composés mineurs antioxydants dans des huiles d'olive vierges obtenues à partir des variétés et des sites de plantation différents (Salvador *et al.*, 2001 ; Abaza *et al.*, 2005 ; Baccouri *et al.*, 2007a ; Ben Temime *et al.*, 2006a; Baccouri *et al.*, 2007a).

### VII.1.2. L'environnement: facteurs climatiques et zones géographiques

Outre l'impact de la variété sur la composition chimique de l'huile d'olive, les facteurs environnementaux influent d'une manière significative sur les caractéristiques de ce produit. **Pannelli et al., (1994)** ont montré en particulier que les conditions climatiques affectent sensiblement la composition de l'huile d'olive, en polyphénols, en alcools aliphatiques et en composés volatils.

D'autres études ont mis en exergue l'influence de l'altitude sur quelques composés mineurs de l'huile d'olive. Par ailleurs **Aparicio et al (1994)**, ont constaté que les huiles produites à partir d'oliviers plantés à des altitudes différentes diffèrent par leur teneur en stérols, en alcools terpéniques et en hydrocarbures. Les huiles issues des oliviers plantés dans des régions de haute altitude sont plus riches en antioxydants et sont par conséquent plus stables que celles issues des régions de basse altitude.

**Koutsaftakis et al., (2000)** ont étudié également l'influence du site d'origine sur plusieurs paramètres chimiques des huiles d'olive extra vierge de la variété *Koroneiki* provenant de cinq sites de culture. Ces travaux ont montré que les caractéristiques des huiles diffèrent d'une région à une autre, et sont influencées par les fluctuations climatiques enregistrées d'une année à une autre.

D'autre part, **Motilva et al. (2000)** ont souligné qu'une irrigation des oliviers entraîne la diminution des concentrations en phénols et par conséquent une baisse de la stabilité de l'huile à différentes dates de récolte. Les travaux de recherche ayant pour objectifs, l'étude de l'influence du site d'origine sur plusieurs paramètres chimiques peuvent contribuer à la recherche des marqueurs chimiques ou organoleptiques spécifiques liés au produit, qui peuvent se servir pour la production des huiles portant des signes de qualité.

### VII.1.3. Processus de maturation

La maturation des olives est un processus qui se prolonge pendant plusieurs mois, dont la durée dépend essentiellement de la zone de culture, des pratiques agronomiques et de la variété des olives. A ces paramètres s'ajoute l'allure climatique qui revêt une grande importance surtout sous l'angle de disponibilités en eau et des températures enregistrées pendant l'été et l'automne.

Le processus de maturation des olives est caractérisé par une série de mutations qui se produisent aussi bien de l'extérieur qu'à l'intérieur de l'olive. En effet, à l'extérieur du fruit, il se produit des modifications portant sur le grossissement des drupes, sur la couleur qui passe du



vert au jaune, puis au rouge violacé et vire enfin au violet foncé. Par contre à l'intérieur des olives, interviennent de nombreux processus de transformations chimiques et de synthèse des substances organiques tel que, les triacylglycérols qui constituent pratiquement dans leur intégrité, l'huile d'olive.

La maturation des olives est difficile à définir, car on ne dispose pas actuellement des critères objectifs. Selon **Montédéro (1989)**, le début de la maturation appelé souvent maturité verte est défini comme étant le moment où la teneur en chlorophylles dans le fruit commence à diminuer. Le terme, maturité verte désigne également le stade au cours duquel le fruit a pris une couleur verte claire, quelques jours avant l'accumulation de l'anthocyanines ou les fruits prennent une couleur foncée (**Ryan, 1998**).

La récolte des olives doit être effectuée à une époque qui permet de tirer un rendement maximal et assurer les meilleures caractéristiques qualitatives de l'huile produite, c'est ce qu'on appelle la maturité optimale. Toutefois, il est difficile parfois d'aboutir à ces deux objectifs simultanément car l'époque de la maturation physiologique de l'olive où la lypogénèse a atteint son maximum, ne coïncide généralement pas avec le stade de maturation qui permet d'obtenir une huile de meilleures caractéristiques qualitatives et organoleptiques.

En effet, il a été constaté que les huiles extraites à partir d'olives mûres sont pauvres en composés phénoliques et que leur acidité tend à être plus élevée que celles provenant des olives moins mûres (**Garcia, 1996**). Par ailleurs les paramètres liés à l'oxydation des huiles extraites telles que les extinctions spécifiques à 232 et 270 nm, caractéristiques des produits primaires et secondaires d'oxydation et de la stabilité oxydative, indiquent généralement une détérioration progressive de la qualité de l'huile au cours de la maturation.

**Garcia (1996) et Parlati (1994)**, ont constaté en particulier une augmentation de l'acidité libre responsable de la production des saveurs rances de l'huile et une diminution de la teneur en composés phénoliques au cours du processus de maturation du fruit. Une récolte tardive peut augmenter les risques de dommage sur les fruits suite aux éventuelles mauvaises conditions climatiques entraînant ainsi une altération de la qualité de l'huile extraite aussi bien sur le plan acide que sur celui de ses qualités organoleptiques.

Une étude, menée par une équipe de chercheurs marocains sur la *Picholine* local, ayant pour objectif la mise au point d'une méthode à la fois simple et fiable permettant de déterminer la période optimale de récolte des olives a montré que l'accumulation de l'huile est plus rapide au cours de la première phase de maturité. Les mêmes auteurs ont signalé en outre que la teneur totale en composés phénoliques dans les olives a augmenté pour atteindre un maximum de 148

mg/100g de pulpe fraîche et diminue au cours de la seconde phase de maturation correspondante au changement de la couleur des fruits du vert au violacé (**El Antari, 2000**).

Suite à cette analyse bibliographique, nous pouvons constater que les études relatives à la détermination de la période optimale de récolte des olives, repose principalement sur le suivi du rendement en huile dans les olives, sur l'analyse de quelques paramètres de qualité tel que l'extinction spécifique à 232 et 270 nm, l'acidité libre, l'indice de peroxyde et les teneurs en quelques composés majeurs. Il serait donc intéressant d'élargir cette étude en examinant l'évolution de quelques composants mineurs de l'huile tels que, les stérols, les tocopherols, les alcools afin de pouvoir bien cerner la période adéquate de récolte des olives permettant d'accéder à des huiles au maximum de leur paramètres de qualité.

#### **VII.1.4. Etat sanitaire des fruits**

L'état sanitaire des olives a un effet considérable sur la stabilité de l'huile (**Evangelisti et al., 1994**). En effet, pendant et après la récolte, les olives peuvent être détériorées, facilitant ainsi le contact des lipases avec leurs substrats et l'augmentation des micro-organismes qui contribuent à la lipolyse. En outre, le stockage des olives dans des conditions inappropriées (dans des sacs en plastique ou empilés), nuit considérablement à la qualité sensorielle des huiles issues de ces olives (**Kiritsakis et al., 1998**).

### **VII.2. Les variables qui agissent pendant l'extraction de l'huile d'olive**

De nombreuses recherches ont étudié l'influence des différentes étapes de l'extraction sur la qualité et la stabilité de l'huile d'olive vierge.

#### **VII.2.1. Le broyage**

Dans les systèmes d'extraction modernes continus, les moulins à pierre ont été remplacés par des broyeurs à marteaux métalliques. Ces derniers moulins présentent l'inconvénient d'incorporer des traces de métaux et de l'air dans les huiles, ce qui favorise l'oxydation lipidique. En outre, **Alloggio et Caponio (1997)** ont trouvé que les huiles obtenues à partir de pâte d'olives provenant des broyeurs à marteaux avaient une concentration plus élevée en phénols que celles issues à partir de pâte d'olives provenant des moulins à pierre traditionnels.

L'élévation de la température survenant pendant le malaxage de la pâte d'olive entraîne une meilleure extraction des phénols et par conséquent, une stabilité de l'huile plus élevée (**Ranalli et al., 2001**). Au contraire, une dilution de la pâte d'olive avec de l'eau, ainsi que l'augmentation de son temps de malaxage engendrent un effet opposé à cause de la rétention des

composés phénoliques dans la phase hydrique (**Parenti et al., 2000**). En revanche, l'addition de talc alimentaire à la pâte d'olive brise l'émulsion et entraîne une augmentation considérable de la stabilité oxydative de l'huile obtenue (**Cert et al., 1996**). De même, l'addition d'enzymes à activité pectinolytique, cellulolytique et/ou hemicellulolytique a permis d'obtenir des huiles riches en composés phénoliques (**Garcia et al., 2001a**).

### VII.2.2. Les systèmes d'extraction de l'huile

Les systèmes d'extraction de l'huile ne modifient pas sa composition en acide gras. Cependant, un ajout hydrique pendant cette phase engendre une concentration inférieure en composés phénoliques. En effet, **Di Giovacchino et al. (1994)** ont montré que les huiles obtenues en utilisant un système d'extraction par pressage de la pâte d'olives, possèdent les teneurs les plus élevées en phénols et en ortho-diphénols et sont par conséquent plus stables à l'oxydation, comparées aux huiles issues d'un système de centrifugation de la pâte d'olives. Ceci serait dû à l'addition d'eau tiède dans les pâtes d'olive dans les systèmes de centrifugation en trois phases.

D'autre part, les huiles vierges obtenues par un système de centrifugation en deux phases qui n'exige pas une addition d'eau, ont montré une résistance plus prononcée à l'oxydation que celles obtenues par le système de centrifugation en trois phases (**Cert et al., 1996 ; Salvador et al., 1998 ; De Stefano et al., 1999**). En plus, elles contiennent des teneurs plus élevées, en phénols, en ortho-diphénols et en tocophérols et des concentrations plus faibles en pigments (**Angerosa et Di Giovacchino, 1996**).

### VII.2.3. La filtration

La filtration, opération généralement effectuée avant la mise à la consommation de l'huile afin d'assurer la limpidité du produit en éliminant les colloïdes hydratés qui y sont dispersés, peut également altérer la qualité de l'huile d'olive du fait qu'elle engendre une exposition excessive de l'huile à l'air. Ainsi, les huiles filtrées sont moins stables que celles non filtrées. En effet, les colloïdes hydratés que contiennent les huiles non filtrées jouent un rôle de stabilisateur et d'antioxydant et/ou de tampon contre l'acidité croissante. La filtration est donc déconseillée si on veut augmenter la conservation de l'huile (**Tsimidou et al., 2005 ; Gomez-Caravaca et al., 2008**).

### VII.3. Les variables qui agissent après l'extraction de l'huile

Une fois l'huile d'olive extraite, la détérioration oxydative peut être influencée par de nombreux paramètres externes tels que la disponibilité de l'oxygène, la température, la lumière et la contamination métallique pendant le stockage. **Ben Tekayai et Hassouna (2005)** ont montré que la lumière accélère la photo-oxydation des huiles en réduisant significativement leurs teneurs en chlorophylles dès les trois premiers mois de stockage suite au phénomène de blanchiment et dont l'intensité est fonction du taux des pigments dans l'huile.

Récemment, **Méndez et Falque (2007)** ont observé que l'huile d'olive extra vierge entreposée dans les réservoirs métalliques peut être rapidement oxydée. À cet égard, l'acier inoxydable est plus approprié au stockage de l'huile afin d'éviter la présence de facteurs nuisibles tels que la lumière et les métaux.

## VIII. Intérêt nutritionnel de la consommation de l'huile d'olive

Élément clé du «régime méditerranéen», l'huile d'olive est largement plébiscitée par le corps médical, qui a démontré son action bénéfique dans la prévention de certaines maladies. Ces bienfaits pour la santé proviennent de la composition même de l'huile d'olive, riche en acides gras mono-insaturés et en antioxydants naturels tels que les phytostérols, les caroténoïdes, les tocophérols et les phénols hydrophiles (**Perez-Jimenez, 2005**).

### VIII.1. Intérêt nutritionnel des acides gras mono-insaturés

Les modifications oxydatives des LDL, liées à l'oxydation des acides gras polyinsaturés constituent une étape clé de la pathogénie de l'athérosclérose. Plusieurs études ont démontré que les LDL d'individus consommant des graisses mono-insaturées sont moins sensibles aux modifications oxydatives que les LDL des individus recevant des régimes riches en acides gras polyinsaturés (**Abuajah et al, 2015**).

### VIII.2. Intérêt nutritionnel des pigments

Les chlorophylles et les caroténoïdes ne sont pas synthétisés par les tissus animaux, cependant les cellules animales sont capables de les modifier chimiquement afin de les assimiler. De nombreuses études ont montré que ces pigments végétaux jouent des rôles importants dans la santé humaine (**Franceschi et al., 1994**). Des investigations récentes ont indiqué un avantage potentiel d'une alimentation riche en caroténoïdes sur la santé ; en effet, ces molécules ont présenté des propriétés antioxydantes et semblent agir comme des agents préventifs contre les

maladies cardiovasculaires et des pathologies dégénératives ophtalmologiques (**Landrum et Bone, 2001**). En outre, d'autres travaux, ont souligné l'activité anti-cancérogène du  $\beta$ -carotène et d'autres caroténoïdes (**Van Poppel et Goldbohm, 1995**).

### VIII. 3. Intérêt nutritionnel des stérols

Les effets anti-tumoraux des phytostérols, et tout particulièrement du  $\beta$ -sitostérol, ont été largement étudiés. **Von Holtz et al. (1998)** ont observé sur des cellules cancéreuses humaines de la prostate, traitées par le  $\beta$ -sitostérol, une diminution de 24% de la croissance par rapport aux mêmes cellules traitées par le cholestérol. Par ailleurs, il semble que le  $\beta$ -sitostérol soit efficace dans le traitement de l'hyperplasie bénigne de la prostate (**Wilt et al., 1999 ; Klippel et al., 1997**). Outre ces découvertes, des articles ont rapporté des effets bénéfiques du  $\beta$ -sitostérol *in vitro* sur des cellules tumorales du côlon ou du sein (**Awad et al., 2000**). En revanche, **De Stefani et al. (2000)** ont mis en évidence une corrélation négative intéressante entre les apports totaux de phytostérols et le cancer de l'estomac.

### VIII.4. Intérêt nutritionnel des composés aromatiques

**Kubo et al. (1995)** ont prouvé l'activité anti-microbienne des molécules appartenant au vaste groupe des composés aromatiques, parmi ces molécules figurent des composés non cycliques comme l'hexanal, le nonanal, le 1-héxanol, le 3-héxanal, le 2-heptenal ou le 2-nonenal, ainsi que des hydrocarbures cycliques mono- et sesquiterpéniques comme le 3-carène ou le  $\alpha$ -farnésène. La plupart de ces composés exercent une activité antimicrobienne contre toute une gamme de germes parmi lesquels *Staphylococcus aureus*, *Streptococcus mutans*, *Escherichia coli*, *Candida utilis*, et *Aspergillus niger*. Comme certaines de ces bactéries et champignons, ou les toxines qu'ils produisent, sont dangereuses pour l'être humain, cette protection antimicrobienne constitue un facteur supplémentaire susceptible de contribuer aux effets bénéfiques de l'huile d'olive sur la santé.

**MATERIEL ET  
METHODES**

## **I. Matériel végétal**

Notre étude a été réalisée durant la campagne oléicole 2013/2014. Elle a porté sur quatre variétés à huile, qu'elles s'agissent d'une variété principale qui est *Chemlal* et trois autres variétés secondaires à savoir *Aghenfas*, *Buichret*, et *Mekki*, mais qui sont largement répandus au niveau la région de Kabylie et spécifiquement à Djaafra. Les quatre variétés ont été bien identifiées en étudiant les caractéristiques morphologiques de l'arbre, de fruit et de l'endocarpe.

- **Description de la variété *Chemlal***

La variété *Chemlal* de la Kabylie est connue par sa vigueur et sa productivité et malgré l'émergence de nouvelles variétés récemment introduites dans nos vergers, cette variété contribue toujours par la plus grande part dans la production nationale en huile. La variété *Chemlal* est connue par d'autres synonymes tel que: *Achamlal*, *Achamli* et *Achemlal*.

Cette variété a un arbre vigoureux à port dressé. Les feuilles sont relativement denses, d'une longueur et largeur moyenne.

L'olive *Chemlal* est un petit fruit, de poids moyen de 2g à pleine maturité, les noyaux présentent une surface lisse et une forme elliptique.

- **Description de la variété *Aghenfas***

La variété *Aghenfas* est classée en troisième position en matière de superficie oléicole en occupant 10% du verger national dont l'origine se trouve à Bougaa (Sétif). C'est une variété à double aptitude (Huile et olive de table) et très résistante au froid et à la sécheresse.

Cette variété a un arbre de vigueur moyenne à port étalé. Les feuilles sont lancéolées d'une longueur et largeur moyenne.

L'olive *Aghenfas* est un fruit de poids élevé de 5 g à pleine maturité, les noyaux présentent une surface rugueuse et une forme elliptique.

- **Description de la variété *Buichret***

La variété *Buichret* ou *Bouichret* est une variété locale à une seule aptitude (huile) qui se trouve en association avec la variété *Chemlal*. Son origine vient de Tazmalt. Elle occupe environ 7% du verger national.

Cette variété a un arbre de vigueur faible à port dressé. Les feuilles sont lancéolées, longues et d'une largeur moyenne.

L'olive *Buichret* est un fruit de poids moyen de 3 g à pleine maturité, les noyaux présentent une surface rugueuse et une forme allongée.

- **Description de la variété *Mekki***

La variété *Mekki* est une variété à une seule aptitude (huile) qui est connue par sa grande résistance au froid et au sécheresse. Elle occupe environ 5% du verger national. *Mekki* a un arbre de vigueur moyenne à port étalé. Les feuilles sont elliptiques d'une longueur et largeur moyenne. L'olive *Mekki* est un fruit de moyen poids de 3 g à pleine maturité, les noyaux présentent une surface lisse et une forme elliptique.



*Figure 7. Photos des variétés (a): Chemlal, (b) Aghenfas, (c):Buichret, (d): Mekki.*



## II. Présentation du site de récolte

L'étude a été réalisée pendant la campagne oléicole 2013/2014 dans les vergers d'oliviers situés à Djaafra, wilaya de Bordj Bou Arreridj, partie Nord-Est de l'Algérie, comme le montre la figure 8. La latitude et la longitude de la zone sont respectivement  $36^{\circ}20'27''$  N et  $4^{\circ}46'3''$  E. Quatre variétés kabyliennes autochtones ont été sélectionnées pour cette étude: *Aghenfas*, *Buichret*, *Chemlal* et *Mekki*. Chaque variété se situe dans un verger mono-variétal. Les vergers choisis sont situés à environ 400 m d'altitude et caractérisés par les mêmes conditions pédo-climatiques, soumis aux mêmes pratiques culturelles et les oliviers sont conduits en sec, à l'exception d'un seul verger occupé par la variété *Chemlal* dont les arbres ayant reçu des apports hydriques réguliers (irrigation complémentaire) pendant la saison sèche, c'est à dire entre le mois de juin et le mois de septembre (système goutte à goutte). Sur la carte ci-dessous est représentée la région où nous avons effectué les prélèvements d'olive des quatre variétés.



Figure 8. Carte représentant la localisation de la zone d'étude.

## III. Echantillonnage

Les échantillons d'olive qui ont servi dans cette étude ont été prélevés périodiquement tous les quinze jours en s'étalant sur tout le processus de maturation; allant d'un stade de maturité précoce

(septembre) correspondant au stade vert des olives jusqu'à la maturité totale c'est à dire la phase de murissement des olives (janvier), ce qui fait huit différentes dates de récolte.

Les olives ayant servi à l'extraction des huiles sont saines et fraîches. Elles ont été cueillies à la main à hauteur de l'homme sur toute la frondaison de l'arbre. Chaque échantillon représentatif pèse environ 3kg d'olive cueillis à partir de douze arbres.

#### **IV. Taux de la matière grasse**

L'objectif principal de la culture de l'olivier est la production de l'huile, de ce fait la détermination du taux de la matière grasse est un paramètre qui requiert une très grande importance sur le plan économique, celui-ci peut être déterminé à l'aide d'un appareil Soxhlet.

##### **• Principe**

Il consiste à réaliser l'extraction de l'huile à partir des olives desséchées (30g) dans une étuve à 105°C pendant 24 heures, en utilisant le solvant (hexane). Le rendement est évalué par la pesée de l'huile obtenue (AOCS, 1975).

$$R = ((M - M_0) / M_{pe}) \times 100$$

M: Masse en gramme du ballon contenant l'huile.

M<sub>0</sub>: Masse en gramme du ballon vide.

M<sub>pe</sub>: Masse en gramme de la prise d'essai (la pâte sèche).

#### **V. Extraction de l'huile d'olive**

L'extraction de l'huile a été effectuée à partir de 3 kg d'olives fraîches à l'aide d'un Oléodoseur de type « MC2 Ingeniería y Sistemas S.L. Sevilla, Espagne ».

La technique d'extraction utilisée comporte quatre étapes:

- L'effeuillage: cette opération consiste à séparer les feuilles des olives.
- Le broyage: les olives sont broyées à l'aide d'un broyeur mécanique à marteaux jusqu'à l'obtention d'une pâte finement broyée.
- Le malaxage: la pâte ainsi obtenue est introduite dans un bol et soumise au malaxage durant environ 20mn à une température de 25°C.

- La centrifugation: la pâte malaxée est transvasée dans une centrifugation à bol cylindrique ouvert muni d'un orifice pour la sortie des liquides. La centrifugation est réalisée à une vitesse de 3000 tr/mn durant 3 minutes. L'huile et la margine sont récupérées dans une éprouvette, alors que les grignons restent collés sur les parois du bol de la centrifugeuse.
- Le mélange huile-margine ainsi obtenu subit une décantation naturelle basée sur la différence de densité entre les deux liquides, qui sont respectivement 0,92 pour l'huile et 1,015 à 1,086 pour les margines. La phase supérieure constituée d'huile est recueillie dans un flacon, conservé à l'obscurité et au réfrigérateur à 4°C jusqu'au moment des analyses physico-chimiques.

## • VI. Détermination de l'indice de maturité

- L'indice de maturité est un paramètre qui pourrait renseigner d'une façon globale sur l'état de maturation des fruits. Cette méthode est appliquée sur un lot de 100 fruits choisis au hasard. La couleur est appréciée d'une façon visuelle sur ces olives, selon une échelle de coloration variant d'une peau verte-intense à une peau noire et une pulpe entièrement violette. Selon **Uceda et Hermoso en 2001**, cet indice varie de 0 à 7.

$$IM = (0 \times n_0) + (1 \times n_1) + (2 \times n_2) + (3 \times n_3) + (4 \times n_4) + (5 \times n_5) + (6 \times n_6) + (7 \times n_7) / 100$$

- Indice 0: olive à épiderme vert intense ou vert foncé.
- Indice 1: olive à épiderme jaune ou vert jaunâtre.
- Indice 2: olive à épiderme jaunâtre présentant des taches ou zones rougeâtres.
- Indice 3: olive à épiderme rougeâtre ou violet clair.
- Indice 4: olive à épiderme noir et pulpe entièrement vert.
- Indice 5: olive à épiderme noir et pulpe violette jusqu'à la moitié de son épaisseur.
- Indice 6: olive à épiderme noir et pulpe violettes jusqu'au noyau.
- Indice 7: olive à épiderme noir et pulpe entièrement foncée.
- $n_0 \dots n_7$ : Le nombre des olives à la classe correspondante.
- 0-7: Numéro de la classe.
- 100: Nombre des olives.

## **VII. Détermination des indices analytiques**

L'acidité libre, l'indice de peroxyde et sont évalués selon les méthodes officielles décrites dans le Règlement EEC 2568/91 (EEC, 1991).

### **VII.1. Acidité**

#### **• Principe**

Elle correspond à la teneur en pourcentage d'acide gras (exprimée en acide oléique) présent dans l'huile d'olive et représente un paramètre important dans l'évaluation de sa qualité.

Le principe repose sur la neutralisation des acides gras à l'aide d'une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium de normalité 0,5mole/L pour donner des savons.

#### **• Mode opératoire**

La détermination est effectuée sur l'échantillon filtré. 5g d'huile d'olive est dissout dans 50 ml du ether éthylique (V/V), puis titré, en agitant, avec la solution d'hydroxyde de potassium (KOH) à 0,1N en présence de 0,3ml de la solution de phénolphtaléine à 1% dans l'éthanol, jusqu'à virage de l'indicateur (coloration rose). L'acidité, exprimée en pourcentage est égale à :

$$A (\% \text{ d'acide oléique}) = (V - V_0) * N * M / 10 * m$$

**V et V<sub>0</sub>**: volume en ml des solutions de KOH nécessaires pour neutraliser l'échantillon et le blanc respectivement (ml).

**N**: normalité exacte, en moles /litre, de la solution titrée de KOH utilisé ;

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

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

### **VII.2. Indice de peroxyde**

#### **• Principe**

C'est la quantité de peroxyde présent dans l'échantillon, exprimée en milli-équivalents d'oxygène actif contenu dans un kilogramme de produit, oxydant l'iodure de potassium avec libération

d'iode. L'indice de peroxyde nous permet d'évaluer l'état de fraîcheur de l'huile. Le principe repose sur le titrage de l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .

• **Mode opératoire**

1g d'huile d'olive est pesé dans une fiole de 250 ml et mélangé avec 10ml de chloroforme ; le tout est agité. 15ml d'acide acétique glacial ainsi que 1ml d'Iodure de potassium (KI) sont ajoutés. Le mélange est agité pendant 1mn et laissé reposer pendant 5mn à l'abri de la lumière et à une température de 15 à 25°C. 75ml d'eau distillée sont additionnés suivi d'un titrage de l'iode libéré avec une solution de thiosulfate de sodium [C ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ )] à 0,01N en agitant vigoureusement et en employant la solution d'amidon (1g/100ml) comme indicateur jusqu'à disparition de la couleur.

Un essai à blanc est effectué simultanément. L'indice de peroxyde en milli-équivalent d' $\text{O}_2$ /kg est calculé selon l'équation :

$$\text{IP (meq d'O}_2\text{/Kg)} = (\text{V}-\text{V}_0) \cdot \text{N} \cdot 1000/\text{m}$$

**V et  $\text{V}_0$** : volumes en ml des solutions de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  nécessaires pour neutraliser l'échantillon et le blanc respectivement (ml).

**N** : Normalité de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .

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

### **VII.3. Analyse spectrophotométrique dans l'ultra-violet**

Les diènes et les triènes conjugués sont à doser dans l'huile d'olive selon la norme du Conseil Oléicole International (**COI, 2016**). Cet examen spectrophotométrique dans l'ultraviolet peut fournir des indications sur la qualité d'une matière grasse. La détermination de l'absorbance à 232 nm et au voisinage de 270 nm permet la détection des produits d'oxydation des acides gras insaturés, lorsqu'ils ont une structure diénique conjuguée (exp: hydroperoxyde linoléique C18 : 2), et des produits secondaires d'oxydation ayant une structure triénique (dans le cas de la présence d'acides gras à trois doubles liaisons). Les échantillons d'huile d'olive de 10 mg sont dilués dans du cyclohexane (25ml), jusqu'à l'obtention de densités optiques (DO) inférieures à 1. La lecture des absorbances est effectuée dans une cuve en quartz par rapport à celle du solvant, sur un spectrophotomètre, équipé d'une fibre

optique d'1 cm d'épaisseur. Les valeurs sont exprimées comme extinction spécifique  $E_{cm}^{1\%}$  notée de façon conventionnelle par K et exprimé comme suit :

$$K = A_{\lambda} / C * S$$

$A_{\lambda}$  : Absorbance à la longueur d'onde  $\lambda$ ,  $C$  : Concentration du cyclohexane en g/100ml,  $S$  : chemin optique (1cm).

## **VIII. Etude de la fraction saponifiable de l'huile d'olive**

### **VIII.1. Analyse des acides gras**

#### **a. Obtention des esters méthyliques des acides gras**

Avant de faire l'analyse des acides gras par chromatographie en phase gazeuse (CPG), il est nécessaire de les convertir en dérivés non polaires à faible poids moléculaire : des esters méthyliques. L'identification des acides gras par CPG est possible par la détermination du temps de rétention par comparaison avec celui d'un mélange d'acides gras témoins. Les esters méthyliques sont produits par une méthode de saponification à froid selon la méthode de **Christie (1998)**.

Environ 3 gouttes d'huile sont reprises par 1ml d'heptane dans un tube et le contenu est agité pendant 2secondes tout en maintenant le tube bouché. 0,2ml de NaOH méthanolique (2mol/l) est ajouté et le tube est agité vigoureusement pendant 10 secondes, ensuite placé dans un bain marie à 50°C pendant 20 secondes tout en continuant de maintenir le bouchon fermé. Après ce délai, le tube est agité encore une fois pendant 10secondes puis 0,4 ml d'HCl méthanolique (1mol/l) est ajouté suivi d'une agitation. Après décantation, la phase organique contenant les esters méthyliques est recueillie et diluée 10 fois dans de l'heptane, puis transvasée vers le flacon d'analyse de la chromatographie en phase gazeuse.

#### **b. Analyse des acides gras par chromatographie en phase gazeuse**

Les esters méthyliques sont analysés par chromatographie en phase gazeuse à l'aide d'une chromatographie de type: Shimadzu série 17 A chromatograph. Le mélange à analyser est introduit au moyen d'une seringue dans un premier four chauffé aux environs de 250°C : la chambre d'injection. Le mélange se volatilise dans la chambre et passe dans le circuit sous forme de gaz. Le mélange gazeux est ensuite entraîné par le gaz vecteur dans le four principal et pénètre dans la colonne

chromatographique. La colonne est l'élément séparateur dont la paroi intérieure est recouverte d'une mince couche séparatrice. En passant dans la colonne, les constituants de l'échantillon interagissent avec cette couche : en fonction des affinités chimiques qu'ils ont avec elle, ils sont retenus plus ou moins longtemps dans la colonne. Une analyse est bien menée lorsque les molécules introduites ensemble sortent successivement de la colonne. La détection d'un type de molécules en sortie de colonne produit un pic sur le chromatogramme. Le chromatogramme est un diagramme qui présente sur l'axe horizontal le temps passé dans la colonne (temps de rétention) en fonction de l'intensité du signal sur l'axe vertical.

Les paramètres de la méthode d'analyse sont résumés comme suit :

- Injecteur : Speed, T° = 250° C- Volume injecté : 1µl
- Colonne Capillaire CP-Select CB, type WCOT Fused Silica de longueur 50m, de diamètre intérieur 0,25mm, de diamètre extérieur 0,39mm et d'épaisseur de film 0,25mm
- Pression du gaz vecteur (He) : 130Kpa
- Détecteur : FID, T = 250° C 3°C/ mn 6°C/mn
- Programme de température : 140° C -----200° C-----240° C - Temps d'analyse : 26 minutes.

En effet, les chromatogrammes ainsi obtenus sont formés d'un ensemble de pics correspondant aux esters méthyliques de différents acides gras présents dans les échantillons d'huiles. Le pourcentage de chaque acide gras est donné par la formule suivante:

$$\% \text{ Acide gras} = \left( \frac{S}{\sum S} \right) \times 100$$

**S**: Surface du pic correspondant à l'acide gras considéré.

$\sum S$ : Somme des surfaces de tous les pics du chromatogramme et qui correspond à la totalité des acides gras.

## VIII.2. Analyse des triacylglycérols

### a. Préparation de l'échantillon contenant les fractions triacylglycérols totales

0.3 ± 0.001 g d'échantillon d'huile sont dissous dans 10 ml du mélange (2-propanol/acétonitrile/n-hexane (2:2:1; v/v)). Tous les solvants sont filtrés avant leur utilisation à travers un filtre disque (Lida) dont les pores ont 0.45 µm de diamètre.

### b. Séparation des espèces moléculaires des triacylglycérols par HPLC

La séparation des espèces moléculaires formant les triacylglycérols (TAG) est réalisée par HPLC (chromatographie liquide à haute performance). C'est une chromatographie de partage entre une phase stationnaire solide et une phase mobile liquide. La chromatographie liquide permet de séparer les différentes espèces de TAG selon leur longueur de chaîne carbonée (en fonction du nombre de carbone formant les trois chaînes d'acides gras) et selon leur degré d'insaturation. Les triacylglycérols sont fractionnés dans un chromatographe HPLC, modèle HP 1100 Series instrument (Agilent Technologies, Palo Alto, CA, USA) équipé d'une pompe binaire, un dégazeur et un système d'injection automatique (autosampler). Dans nos analyses, nous avons utilisé une colonne Luna C18 (Phenomenex, Torrance, CA, USA), 5 µm diamètre des particules, 25 cm × 3.00 mm diamètre intérieur couplée à une précolonne C18 filtre (Phenomenex) à température ambiante. Le volume injection est de 10 µl. Dans la phase éluante, le 2-propanol est utilisé comme étant la phase mobile A et l'acétonitrile comme étant la phase mobile B.

L'éluion a un débit de 0.7 ml/mn selon le gradient linéaire suivant : de 0 à 2 min 52% B, jusqu'à 4 min 58% B, 25 min 58% B, 30min 10% B, 37 min 52% B. L'identification des pics des triacylglycérols est réalisée par comparaison avec les chromatogrammes décrits dans la littérature (**Perrin et Prevot, 1986**) et plusieurs standards internes : PPO, SOO qui sont obtenus de Matreya (Pleasant Gap, PA, USA) et OOL, POO, OOO qui sont obtenus de Sigma Chemicals Co (St. Louis, MO, USA). L'appareil HPLC est couplé à un DDLE [détecteur par diffusion de la lumière avec évaporation : evaporative light scattering detector (ELSD)] modèle PL-ELS 1000 Series (Polymer laboratories, Varian Inc., Amherst, MA, USA). Ce détecteur est maintenu dans les conditions suivantes : température de l'évaporateur : 70 °C ; température du nébuliseur : 30°C ; ligne de transfert : 30 et flux de gaz : 1.0 l/min.



### **c. Intérêt de la détection par diffusion de la lumière avec évaporation (DDLE)**

Le détecteur par diffusion de la lumière avec évaporation est un détecteur universel couramment utilisé en chromatographie liquide. C'est un détecteur à haute sensibilité et versabilité permettant de détecter des solutés, même partiellement volatils, grâce à l'évaporation à basse température de la phase mobile. De plus, les cellules optiques de détection permettent d'obtenir des limites de détection de l'ordre du nanogramme.

Les trois points essentiels de la technologie du DDLE sont :

- 1- La nébulisation de l'éluant et la sélection des gouttelettes afin de minimiser le bruit de fond = production d'un aérosol (fines gouttelettes),
- 2- L'évaporation du solvant à basse température,
- 3- La détection : mesure de l'intensité du signal de lumière diffusée par les microparticules liquides ou solides.

Avec son système innovant à basse température breveté, les détecteurs DDLE permettent l'évaporation de la phase mobile à basse température, grâce à une parfaite maîtrise de la sélection des gouttelettes après la nébulisation et la protection de l'échantillon pour détecter tous les composés du mélange, y compris les semi-volatils et les thermolabiles. Cette étape cruciale est visible en continu du fait de la présence du nébulisateur en façade. Cet appareillage permet l'utilisation d'un gradient d'éluant, tout en conservant la stabilité de ligne de base, ce qui permet d'améliorer les séparations et de diminuer les temps d'analyse (Carelli et al., 1993 ; Macher et al., 2001 ).

## **IX. Etude de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive**

Les substances insaponifiables de nature non glycéridique sont constituées d'un mélange complexe de composés appartenant à des familles chimiques diverses. L'analyse de certains de ces composés tel que, les composés stéroliques, les alcools aliphatiques et terpéniques...etc nécessite une extraction et un fractionnement de l'insaponifiable. D'autres composés sont analysés directement sur une prise d'essai d'huile à savoir les pigments (chlorophylles et carotènes), et les arômes comme cela est indiqué sur le diagramme (Figure 9).

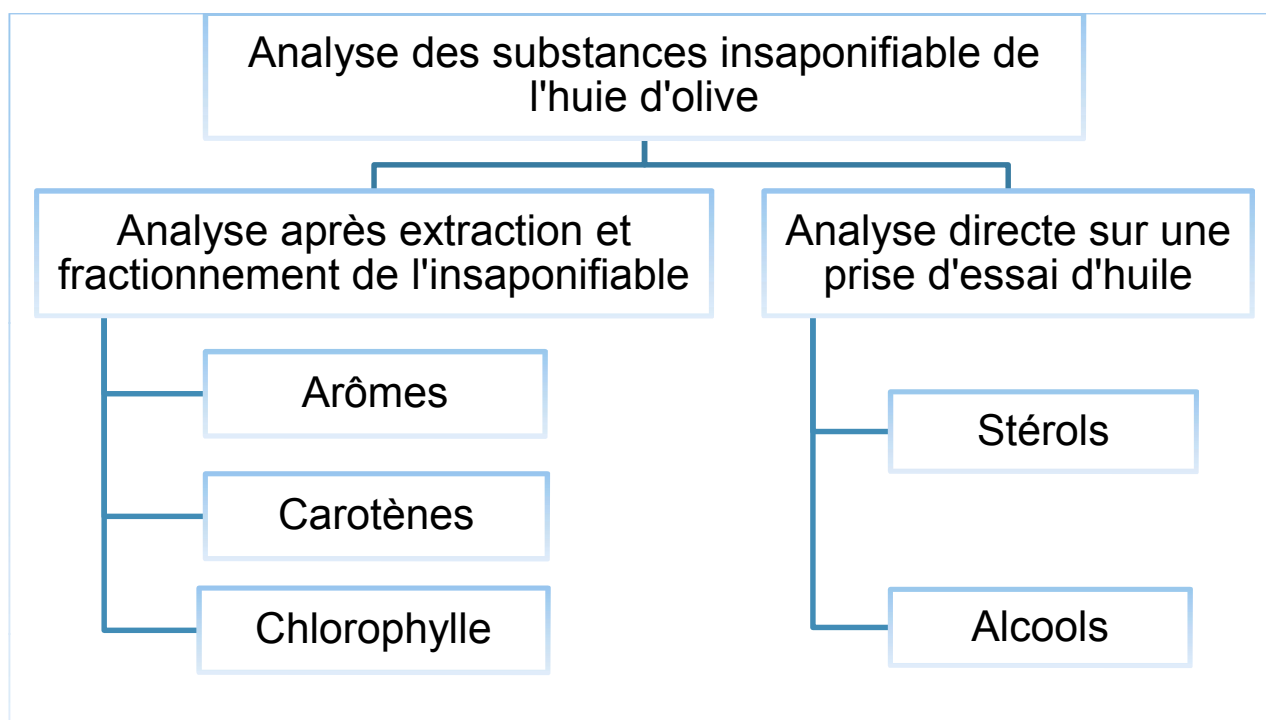


Figure 9: Diagramme de l'analyse des substances insaponifiables de l'huile d'olive

### IX.1. Extraction et dosage de l'insaponifiable

La fraction insaponifiable comprend diverses substances appelées «composés mineurs». Dans cette étude, nous avons effectué l'analyse des stérols, des composés phénoliques, des pigments (chlorophylles et carotènes) et des alcools aliphatiques et terpéniques. La méthode d'extraction et de dosage adoptée pour l'insaponifiable est celle du Règlement EEC 2568/91 et ses amendements ultérieures (EEC, 2011).

#### ► Extraction

Dans un ballon de 250 ml, on place 0.5 ml d' $\alpha$ -cholestanol à 0.2% et 0.25 ml d'eicosanol à 0.1% dans le chloroforme, ces composés représentent respectivement les standards internes des stérols et des alcools aliphatiques et triterpéniques, puis on évapore le chloroforme à l'aide d'un évaporateur rotatif à 30°C. Une prise d'essai de 5 g d'huile et 50 ml de KOH (2M) sont portés à ébullition dans un ballon de 250 ml équipé d'un réfrigérant à reflux.

Après une heure d'ébullition, on verse par le haut du réfrigérant 100 ml d'eau distillée. Après refroidissement, on transvase la solution dans une ampoule à décanter de 250 ml, on rince le ballon avec 200 ml d'éther éthylique et on agite vigoureusement pendant que le contenu est légèrement chaud. On laisse le mélange décanter puis on prélève la couche hydro-alcoolique et on refait l'extraction 2 fois avec 50 ml d'éther.

### ► Dosage de l'insaponifiable

Les fractions étherées sont réunies dans une ampoule contenant 40 ml d'eau distillée. La solution étherée est lavée 2 ou 3 fois avec 40 ml d'eau distillée jusqu'à ce que l'eau de lavage ne donne plus de coloration rose avec de la phénolphthaléine.

La solution étherée de l'insaponifiable est transvasée dans un ballon et le solvant est chassé sous pression réduite. Ensuite, on récupère avec un peu d'éther l'insaponifiable dans une capsule préalablement séchée et tarée, laquelle est placée dans une étuve à 100°C jusqu'au poids constant. La teneur en insaponifiable est déterminée par la relation suivante :

$$\text{Insaponifiable (\%)} = (\text{Masse de matière insaponifiable} \times 100) / \text{Masse de la prise d'essai d'huile}$$

## **IX.2. Fractionnement et analyse de l'insaponifiable**

### ► Préparation des plaques de gel de silice

On introduit 30g de gel de silice dans 60 ml d'eau distillée en présence de 0.78g de KOH. Après agitation, on place la pâte dans un étaloir et on l'étale en couche de 0.25 MM d'épaisseur sur des plaques en verre (20x20 cm) soigneusement nettoyées avec l'éthanol et l'acétone. On les laisse sécher pendant 15mn à l'air libre puis pendant une heure à l'étuve à 105°C (**European Union Commission, 2011**).

### ► Fractionnement de l'insaponifiable

20 mg d'insaponifiable sont dissout dans 0.5 ml de chloroforme puis déposé sur la plaque de gel de silice préalablement préparées. L'élution est réalisée par un mélange d'hexane/ether (65/35:V/V), puis la plaque est pulvérisée par une solution de 2,7-dichlorofluoreséine à 0.2% dans l'éthanol (**European Union Commission, 2011**).

## **IX.3. Isolement et analyse de la fraction stérolique, erythrodiol et uvaol**

La bande correspondant aux composés stéroliques est identifiée sous une lumière ultra-violette, en utilisant le Cholesterol (0.2% dans le chloroforme) comme stérol de référence. La bande est grattée puis lavée avec 10 ml de chloroforme. Après filtration, la solution stérolique obtenue est conservée à sec sous pression réduite.

En raison de leur faible volatilité, les stérols ont été silylés à l'aide d'un mélange de pyridine:hexanethyldisilazane/triméthylchlorosilane (9/3/1:V/V/V) dans les proportions de 50 µl pour 50 mg de stérols, la solution obtenue est gardée pendant 15 mn à la température ambiante puis filtrée par centrifugation. Le filtrat ainsi obtenu, est analysé par C.P.G dans les conditions suivantes :

- Chromatographe de type: Shimadzu serie 17 A chromatograph ;
- Colonne capillaire de type HP-5 (longueur: 30m,diamètre intérieur: 0.32mm), recouverte intérieurement de phase stationnaire polaire formée de 5% de diphenyl et de 95% of dimethylpolysiloxane imprégnée de carbowax 20M (épaisseur du film: 0.25µm) ;
- Détecteur de type: FID (flamme ionisation detector) ;
- Temperature de l'injecteur: 280 °C ;
- Isotherme colonne: 260°C ;
- Temperature du détecteur: 290 °C ;
- Quantité injectée: 5 µl ;
- Gaz vecteur: nitrogen ;
- Débit: 1 ml/min.

L'analyse qualitative de la fraction stérolique a été effectuée par comparaison des temps de rétentions observés avec ceux des différents stérols injectés à l'état pur.

La masse de chaque stérol exprimé en ppm est déterminée en se référant à la masse du standard interne ( $\alpha$ -cholestanol 0.2%) ajouté à la prise d'essai d'huile pour l'extraction de l'insaponifiable.

$$m \text{ Sterol X (ppm)} = (A_x \cdot m_s) / (A_e \cdot m) \cdot 1000$$

**A<sub>x</sub>** : Surface du stérol X.

**A<sub>e</sub>** : Surface de  $\alpha$ -cholestanol.

**m<sub>s</sub>** : Masse de  $\alpha$ -cholestanol ajoutée en mg.

**m** : Masse de la matière grasse en gramme.

#### **IX.4. Isolement et analyse des alcools aliphatiques et triterpéniques**

L'identification des alcools triterpéniques et aliphatique est plus délicate que celle des stérols. En effet les alcools triterpéniques sont biogénétiquement les résultats de divers modes de polycyclisation et de transposition de l'époxyqualène.

L'analyse de la fraction des alcools aliphatiques et terpéniques est effectuée de la même façon que les composés stéroliques, en effet après fractionnement de l'insaponifiable sur plaque CCM et

grattage de la bande correspondante aux alcools, celle-ci est lavée puis filtrée avec le chloroforme. Le filtrat ainsi obtenu est concentré à sec sous un courant d'azote et le produit obtenu est analysé par chromatographie en phase gazeuse après silylation à l'aide d'un mélange de pyridine/hexamethyldisilazane/trimethylchlorosylane dans les proportions suivantes: (9/3/1V/V/V) (**European Union Commission, 2011**).

L'analyse chromatographique est effectuée dans les conditions suivantes:

- Chromatographe de type: Shimadzu serie 17 A chromatograph, en appliquant un gradient de température pour la colonne. On commence par une température isotherme à 180°C pendant 8 minutes, puis on augmente la température jusqu'à 260°C à raison de 5°C par minute, cette température est maintenue pendant 15 minutes, ensuite on fait augmenter la température jusqu'à 270°C à raison de 6°C par minute, qui sera fixée pendant 30 minutes,
- 180°C (8min) 5°C/min 260°C (15min) 6°C/min 270°C (30min).
- Détecteur de type: FID (flamme ionisation detector),
- Temperature de l'injecteur: 280 °C,
- Temperature du détecteur: 290 °C.
- Quantité injectée: 5 µl,
- Gaz vecteur: nitrogen.
- Débit: 1 ml/min

L'identification des différents pics de la fraction des alcools aliphatiques et terpéniques est déterminée par comparaison des temps de rétention des différents alcools de l'échantillon analysé avec ceux observés pour chaque composé pur pris séparément.

La masse de chaque alcool exprimé en ppm est déterminée en se référant à la masse du standard interne (eicosanol 0.1%) ajouté à la prise d'essai d'huile pour l'extraction de l'insaponifiable, en appliquant la relation suivante:

$$\mathbf{m \text{ alcool X (ppm)} = (A_x \cdot m_e) / (A_e \cdot m) \cdot 1000}$$

**A<sub>x</sub>** : Surface de l'alcool X.

**A<sub>e</sub>** : Surface de l'eicosanol.

**m<sub>e</sub>** : Masse de l'eicosanol ajoutée en milligramme.

**m** : Masse de la matière grasse en gramme.

## IX.5. Détermination de la teneur en chlorophylle

La détermination de la teneur en pigments chlorophylliens dans l'huile d'olive est effectuée selon la méthode décrite par (Wolff, 1968 ; Mosquera Minguez et al, 1991). Elle consiste en une quantification par spectrophotométrie à des longueurs d'onde de 630, 670 et 710 nm. La teneur en chlorophylle est donnée par la relation suivante :

$$\text{Chlorophylle (ppm)} = [A_{670} - (A_{630} + A_{710})/2] / 0.1086$$

- $A_{630}$  : absorbance à 630 nm par rapport à une cuve de référence contenant de tétrachlorure de carbone.
- $A_{670}$ : absorbance à 670 nm
- $A_{710}$ : absorbance à 710 nm L : trajet optique = 1 cm
- **0,1086** : coefficient lié à l'appareil

## IX.6. Détermination de la teneur en caroténoïdes

Selon Mosquera Minguez et al, (1991) l'absorption des caroténoïdes ( $\beta$  carotène, xanthophylles, lutéine) montre que ces derniers absorbent dans le bleu et un peu dans le vert avec un maximum autour de 420, 440 et 460 nm. Ainsi, la détermination de la teneur en ces pigments dans l'huile d'olive sera basée sur une méthode spectrophotométrique. L'absorption à 470 nm est relative à la fraction des caroténoïdes.

Une prise de 7,5 grammes d'huile est introduite dans une fiole jaugée de 25 ml qui sera 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 :

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

## X. Analyse des composés volatils aromatiques

Les composés volatils aromatiques présents dans les huiles d'olive étudiées sont analysés par HS-SPME/GC-FID et HS-SPME/GC-MS.

### X.1. Conditions d'extraction des composés volatils aromatiques : micro-extraction en phase solide (SPME).

La micro-extraction en phase solide est une technique d'extraction sans solvant qui n'exige qu'un très faible volume d'échantillon d'huile. Elle comporte deux étapes:

a). La première étape d'extraction consiste en un équilibre de partage entre une phase solide et une phase liquide. On met  $1.5 \pm 0,001$  g d'un échantillon d'huile d'olive dans une fiole de 10 ml fermée avec un septum de silicone et on ajoute 0.15 g d'un standard interne : 4-méthyl-2-pentanone (FLUKA 99.7%, Buchs, Svizzera) de concentration  $5 \mu\text{g g}^{-1}$ .

La fiole est ensuite immergée dans un bain-marie à  $40^\circ\text{C}$  et l'échantillon préparé est maintenu sous agitation magnétique. Après 2 min de conditionnement, la phase solide constituée d'une fibre divinylbenzene/carboxen/polydiméthylsiloxane (DVB/CAR/PDMS) de dimensions ( $50/30\mu\text{m}$ , 2 cm de longueur, de Supelco Ltd., Bellefonte, PA) est exposée aux espaces de tête de l'échantillon. Les solutés se concentrent alors dans la phase solide polymère de la fibre pendant 30mn. Ensuite, les composés volatils de l'huile sont adsorbés sur l'adsorbant greffé sur la fibre de silice fondue. La SPME est une technique sensible grâce au facteur de concentration que la fibre peut produire (**Arthur et Pawliszyn, 1990**).

b). La seconde étape consiste en une désorption thermique des solutés adsorbés. Ainsi, la fibre de silice, recouverte du film polymère et protégée dans l'aiguille creuse, est immédiatement dérobée pendant 3 min dans un injecteur CPG chauffé à  $250^\circ\text{C}$ .

## **X.2. Analyses CG-SM et GC-FID : Analyses par chromatographie en phase gazeuse (CPG), couplée à une détection par spectrométrie de masse (SM) et à une détection par ionisation de flamme(FID).**

Les composés volatils sont identifiés et quantifiés par chromatographie en phase gazeuse à l'aide d'un chromatographe de marque Agilent 6890N Network équipé d'un détecteur à ionisation de flamme (FID) Agilent 5973 Network (Agilent Technologies, Palo Alto, CA, USA), couplé à un spectromètre (SM) quadripolaire de masse sélective. Les analytes sont séparés à travers une colonne ZB-WAX de 30 m x 0,25 mm de diamètre interne et dont l'épaisseur du film est de  $1 \mu\text{m}$  (Phenomenex, Torrance, CA, USA). La température de la colonne est maintenue à  $40^\circ\text{C}$  pendant 10 min puis elle est augmentée à raison de  $3^\circ\text{C}/\text{min}$  jusqu'à atteindre  $200^\circ\text{C}$ . La température du détecteur à ionisation de flamme (FID) est fixée à  $250^\circ\text{C}$ , la source des ions et la ligne de transfert sont maintenues, respectivement à 180 et  $230^\circ\text{C}$ . Concernant la spectrométrie de masse, l'ionisation est de type EI (electron ionization, jadis electron impact), dans ce cas on utilise la chaleur pour faire perdre des électrons à un filament de tungstène dans lequel passe un courant électrique. Ces électrons sont emportés dans un champ magnétique induit par un aimant, ce qui cause la formation d'un faisceau

d'électrons avec lequel les particules gazéifiées de notre échantillon vont entrer en contact. L'impact va briser les composés en molécules plus petites et ensuite les ioniser. A environ 70 V, le transfert d'énergie entre les électrons et les molécules organiques analysées est maximum.

Les impacts d'électrons des spectres de masse sont enregistrés à 70 eV énergie d'ionisation dans la gamme de masse 15-250 amu, 2 scan/s. Les analyses quantitatives sont réalisées par HS-SPME/GC-FID. Les quantités des composés volatils sont exprimées en micro-grammes de standard interne par kg d'huile. Les analyses qualitatives de la fraction volatile sont réalisées en utilisant HS-SPME/GC-MS.

L'identification des composés volatils présents dans les espaces de tête se fait :

- En comparant leurs temps de rétention avec ceux du logiciel commercial (NISTet Wiley, 2005);
- En utilisant la bibliothèque spectrale réalisée au laboratoire développée à partir de substances pures (hexanal, E-2-hexéanal, Z-3-hexen-1-ol, E-2-hexen-1-ol, 1- hexanol, hexylacetate, Z-2-pentenol, 3-pentanone, E-2-pental, 1-penten-3-ol, 1- penten-3-one, farnesene, limonene,  $\beta$ -ocimene,  $\alpha$ -pinene,  $\alpha$ -copaene, acide propénoïque, acide butanoïque, acide pentanoïque, acide hexanoïque, acide heptanoïque, acide octanoïque, acide 3,4-dihydroxyphenylacétique et acide gallique (Fluka pure 95-99%) (**Jennings et Shibamoto, 1980; Joulain et Konig, 1998; Joulain, et al., 2001**).

## **XI. Etude de l'effet de l'altitude sur l'indice de maturité**

Afin d'étudier l'effet de l'altitude sur l'indice de maturité, on a effectué une récolte des olives des quatre variétés précédemment étudiées (*Aghenfas, Buichret, Chemlal et Mekki*) dans la même zone d'étude et dans les mêmes conditions ainsi décrites dans la partie « matériel végétal », mais à deux autres altitudes différentes dont l'une est à 200 m et l'autre à 600 m.

## **XII. Analyse statistique**

Les différentes analyses statistiques appliquées dans notre étude ont pour objectifs de décrire la variabilité des observations et de déterminer leur niveau de signification. Elles ont été réalisées à l'aide d'un logiciel SPSS version 20. L'ensemble des données disponibles à partir des analyses physico-chimiques de l'huile ont été soumises à plusieurs traitements statistiques:



- ✓ L'analyse de la variance a été appliquée dans le but de déterminer si les facteurs: variété, maturité, régime hydrique présentent éventuellement des effets significatifs ou non sur les différents paramètres physico-chimiques des huiles correspondantes ;
- ✓ La recherche des corrélations entre les taux des deux paramètres ainsi que l'élaboration des équations de régression simples et multiples ;
- ✓ L'analyse discriminante linéaire (ADL) a été appliquée pour la recherche des marqueurs à partir des données quantitatives relatives aux paramètres analysés.
- ✓ Les valeurs des paramètres étudiés ont été exprimées en moyenne plus ou moins l'écart type et le nombre de répétition est trois (3).

# **RESULTATS ET DISCUSSION**

## **I. Etude de l'impact de la variété et du régime hydrique sur l'indice de maturité.**

L'indice de maturité (IM) est un paramètre qui pourrait renseigner d'une façon globale sur la phase phénologique des fruits. L'évolution de l'indice moyen de maturation des olives des différentes variétés étudiées *Chemlal* (cultivés en régime pluvial et en irrigation), *Aghenfas*, *Buichret* et *Mekki* en fonction de la date d'échantillonnage est consignée dans le tableau 3.

À la mi-septembre, l'épiderme des olives *Chemlal* (irrigué) est de couleur vert-intense et son IM faible (0.86), celui-ci augmente par la suite pour atteindre la valeur 3.27 vers la fin du mois de décembre. Lors de l'ultime prélèvement (début janvier), l'IM augmente jusqu'à 3.54. Par contre, les olives des variétés *Chemlal* (régime pluvial), *Aghenfas*, *Buichret* et *Mekki* qui sont caractérisées par un épiderme jaunâtre (IM variant entre 1.16 à 1.31) au mois de septembre voient leurs indices de maturation augmenter rapidement tout au long de la période d'échantillonnage pour atteindre des valeurs allant de 4.02 à 4.47 au mois de janvier.

Ainsi, on peut en déduire de ces observations que les variétés *Chemlal*, *Aghenfas*, *Buichret* et *Mekki* se caractérisent par une maturité précoce (mois d'octobre) comparée à la variété *Chemlal* (irrigué) qui fait preuve d'une maturation plus tardive (mois de novembre). Ces données confirment l'importance fondamentale de l'indice de maturation dans la différenciation entre les différents systèmes d'irrigation. En outre, on note une forte corrélation entre l'indice de maturité et la date de récolte allant de 0.95 à 0.99 ( $p < 0.001$ ), dans les échantillons *Chemlal* issus de culture pluviale et de culture irriguée et les fruits des variétés *Aghenfas*, *Buichret* et *Mekki*. Par ailleurs, nos résultats montrent une différence significative dans les indices de maturation des olives *Chemlal* obtenues à la même date en culture pluviale et ceux issus du régime d'irrigation (Tableau 3). L'irrigation est une variable qui retarde la maturation des fruits avec le temps en raison des valeurs faibles des indices de maturité dans le cas du système irrigué. **Ait Yacine et al. (2001)** ont signalé que l'indice de maturation est un facteur important pour l'estimation de la date de récolte optimale des fruits d'olivier.

**Tableau 3. Evolution de l'indice de maturité des olives des quatre variétés (Chemlal en régime pluvial et irrigué, Aghenfas, Buichret et Mekki) au cours de la maturation.**

	Fin Sep	MiOct	Fin Oct	Mi Nov	Fin Nov	Mi Dec	Fin Dec	Mi Jan
<i>Chemlal (pluvial)</i>	1.19 ±0.06 a	1.85±0.14 b	2.07±0.09bc	2.49 ± 0.15c	3.38±0.20de	3.30 ±0.13d	3.72 ±0.18 e	4.47 ±0.19 f
<i>Chemlal(Irrigué)</i>	0,86 ±0,12 a	1,11±0,30 a	1,45±0,41ab	1.89±0,26b	2,55±0,36c	3,01±0,47d	3,27±0,20d	3,54± 0,52e
<i>Aghenfas</i>	1.31 ±0.19 a	1.97 ±0.18b	2.30±0.11bc	2.53±0.15cd	3.07 ±0.22 e	3.63±0.19ef	3.44±0.44ef	4.02 ± 0.27f
<i>Buichret</i>	1.16 ± 0.13a	1.70 ±0.25b	2.46±0.09cd	2.39 ± 0.34c	3.41 ±0.40d	3.67±0.29de	3.82±0.19de	4.35 ±0.21 e
<i>Mekki</i>	1.26 ±0.17 a	1.74±0.14 b	2.17±0.26cd	2.10 ±0.23 c	3.20±0.19 d	3.45±0.22de	3.76±0.23ef	4.14 ±0.08g

## II. Etude de l'impact de la variété, de la maturité et du régime hydrique sur le taux en matière grasse par rapport au poids sec (MG/PS)

L'objectif principal de la culture de l'olivier est la production de l'huile. De ce fait, le taux en matière grasse des olives est un paramètre d'une importance capitale dans le choix de la période optimale de récolte.

Le taux en matière grasse totale par rapport au poids sec (MG/PS) est généralement le paramètre le plus important sur le plan commercial. Compte tenu du fait que le taux en matière grasse par rapport au poids frais dépend du taux en eau dans les olives (**Sánchez-Casas et al, 1999**), nous avons jugé utile et plus intéressant d'examiner le taux en matière grasse par rapport au poids sec (MG/PS), ce qui nous a permis à travers la figure 11 de suivre d'une manière précise l'évolution du pourcentage d'huile au cours de la maturation des olives.

Une étude menée sur l'évolution de la lipogénèse a montrée que la courbe relative à la formation de la matière grasse dans les olives présente trois phases (**Abasa et al , 2003**):

- Une première phase de biosynthèse très lente, durant laquelle se poursuit la croissance du fruit avec un taux relativement faible en matière grasse. Cette phase s'étale jusqu'à la 4<sup>ème</sup> semaine après la floraison (mois de juin).
- Une deuxième phase de biosynthèse accélérée des lipides, ou les fruits se chargent abondamment en matière grasse. Cette phase se prolonge jusqu'à la 21<sup>ème</sup> semaine après la floraison.
- Une troisième phase correspondante à une stabilisation de la teneur en matière grasse et qui précède le phénomène de sursaturation caractérisée par une diminution de la teneur en huile.

Il apparaît de la figure 10 que les olives de la variété *Chemlal* sont les plus riches en matière grasse par rapport à la matière sèche avec un taux maximum dans la variété *Chemlal* (51.36%), suivi de *Buichret* (46.88%), d'*Aghenfas* (45.96%) et de (*Mekki*) (45.35%).

Le suivie de l'évolution du taux en MG/PS des olives dans les quatre variétés est représenté par la figure 10. Il apparaît que la teneur en matière grasse dans les quatre variétés étudiées suit pratiquement des tendances parallèles durant le processus de maturation. L'ANOVA nous a montré que l'évolution de ces teneurs varient très significativement en fonction de la variété ( $p < 0.01$ ) et de la maturité ( $p < 0.001$ ).

Généralement, le taux moyen en MG/PS augmente au cours de la maturation pour marquer une stabilité à partir des stades moyennement avancés jusqu'au les stades les plus tardifs dans toutes les variétés. Les teneurs augmentent à partir du mois de septembre de 40.76, 39.80, 35.34 et 39.08% pour atteindre un maximum estimé à 52.97, 46.88, 45.95, 46.96% en mois de novembre, respectivement dans les variétés *Chemlal*, *Buichret*, *Aghenfas* et *Mekki*. Ensuite, les concentrations restent stables jusqu'au la fin de maturité (en janvier) dans l'ensemble des variétés étudiées.

Un tel résultats peut avoir un grand intérêt sur le plan économique dans la mesure ou une récolte tardive ne présente aucun avantage, essentiellement sur le plan de la quantité d'huile à produire.

En effet le stade de maturité joue le rôle le plus déterminant sur le taux en matière grasse par rapport au poids sec. L'augmentation progressive de ce paramètre observée au cours du processus de maturation des olives, permet de noter que le phénomène de biosynthèse lipidique qui s'est déclenché pendant le mois de juin se poursuit régulièrement et sans cesse jusqu'au mois de novembre.

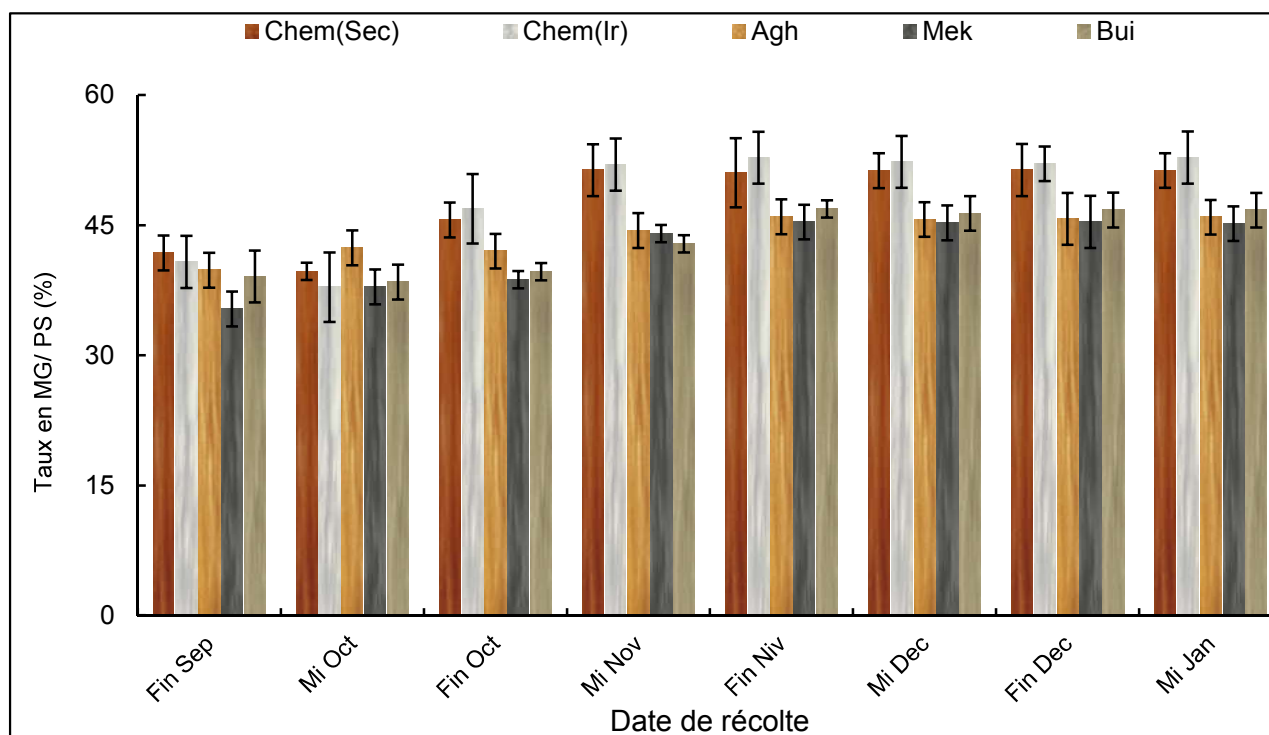
La variation du taux en matière grasse au cours du processus de maturation a été également observée par **Chimi et Atouati (2006)**, qui rapportent que le stade de maturité exerce un effet très hautement significatif sur le rendement en huile, avec une augmentation évaluée à 17.3% entre le stade vert et le stade noir des olives (**Cimato, 1990**).

L'analyse de la variance (ANOVA) montre qu'il n'existe pas un changement significatif en fonction du régime d'irrigation. La variété *Chemlal* de la parcelle irriguée est comparable à celle non irriguée entre le mois de novembre et janvier.

Par contre, certains auteurs ont montré que la teneur en huile est influencée par plusieurs facteurs dont notamment, le régime d'irrigation (**Loussert et Brousse, 1978, Wallali et al 1984**).

Alors que **El Antari et al (2000)**., ont montré lors d'une étude similaire que les olives récoltés dans les régions qui reçoivent les quantités en eau d'irrigation les plus élevées présentent des taux en matière grasse proches de celles non irriguées.

En effet, l'analyse statistique(ANOVA) effectuée sur l'ensemble de nos résultats a montré une différence significative ( $p < 0.01$ ) entre le taux en MG/PS selon les différents stades de maturité dans toutes les variétés. Ce résultat explique que la synthèse des lipides était active et régulière durant tout le processus de maturation.



**Figure 10.** Evolution des taux de MG/PS des quatre variétés (Chemlal issu de culture pluviale (Chem sec) et culture irriguée (Chem Ir), Aghenfas(Agh), Buichret (Bui), Mekki(Mek) au cours de la maturation.

### III. Indices analytiques liés à la qualité des huiles d'olive algériennes au cours de la maturation des fruits

La nécessité de promouvoir la qualité, qui sous-entend l'ensemble des caractéristiques d'un produit satisfaisant les exigences exprimées ou implicites du consommateur, s'est fortement imposée au cours des dernières décennies.

En ce qui concerne l'huile d'olive, le concept de qualité est souvent lié à celui d'adultération et on le confond fréquemment avec la notion d'«authenticité». L'authenticité est l'état d'un aliment naturel qui n'a subi aucune adultération, sophistication ou modification de sa composition (**Ryan et al., 1998**).

L'évaluation de certains paramètres physico-chimiques permet d'étudier la qualité de l'huile d'olive. Les caractéristiques physico-chimiques les plus communément déterminées sont l'acidité libre, l'indice de peroxyde et l'extinction spécifique.

### **III.1. Acidité libre**

L'acidité rend compte de l'altération hydrolytique qui concerne principalement la matière première. En effet, ce sont les micro-organismes qui se développent dans le fruit notamment après l'attaque d'insectes et les enzymes telles que les lipases qui sont les principaux facteurs responsables de l'augmentation de l'acidité (**Martinez Suarez, 1973**). La lipase, en s'attaquant aux triacylglycérols, provoque leur dégradation en entraînant la libération d'acides gras libres. Ainsi par «acidité libre», on entend la teneur de l'huile d'olive en acides gras libres, exprimée en pourcentage d'acide oléique (C18 :1) libre. La présence des acides gras libres dans l'huile est donc une anomalie résultant du mauvais état des fruits dont elle est extraite ou d'une élaboration ou conservation inadéquate.

Ce paramètre constitue l'un des facteurs de qualité exigée par la norme internationale de commercialisation de l'huile d'olive. Une acidité élevée, supérieures à 0.8% (limite supérieure exigée pour une huile vierge extra) peut être la cause de déclassement de l'huile lors de sa commercialisation (**COI, 2016**).

La figure 11 montre l'évolution de l'acidité des huiles de chacune des quatre variétés *Chemlal* (issus de culture pluviale et de culture irriguée), *Aghenfas*, *Buichret* et *Mekki* pendant le processus de maturation.

L'analyse statistique montre une différence significative entre les valeurs de l'acidité des quatre variétés étudiées *Chemlal* (régime pluvial et irrigué), *Aghenfas*, *Buichret* et *Mekki* pendant le processus de maturation ( $p < 0.1$ ). On observe une légère augmentation de cet indice de qualité au cours de la maturation des fruits des quatre cultivars étudiés. Ces résultats concordent avec ceux obtenus par **Kiritsakis et Tsipeli, (1992)** et **Salvador et al. (2001)** pour d'autres huiles d'olive vierges.

Les travaux de **Martinez-Suarez (1973)** ont prouvé qu'une récolte tardive des olives engendre des huiles ayant des valeurs d'acidité libre élevées à cause d'une augmentation de l'activité enzymatique, surtout celle des enzymes lipolytiques, dans des fruits sur-maturés et fragiles qui sont par conséquent particulièrement sensibles aux dégâts mécaniques et aux infections pathogènes. De la même manière, **Garcia et al. (1996)** ont observé une augmentation de l'acidité libre, responsable de la production des saveurs rances, au fur et à mesure de la

maturation des olives. Ainsi, la détermination d'une date de récolte optimale semble primordiale pour produire des huiles d'olive de bonne qualité.

Les valeurs moyennes dans les échantillons étudiés sont dans tous les cas inférieures à 0.8%, limite du degré d'acidité fixée par la norme du **COI (2016)** pour la catégorie extra-vierge. Ceci est expliqué par le fait que tous nos prélèvements sont obtenus à partir des olives manuellement récoltées, en parfait état sanitaire et rapidement transformées sans subir de stockage.

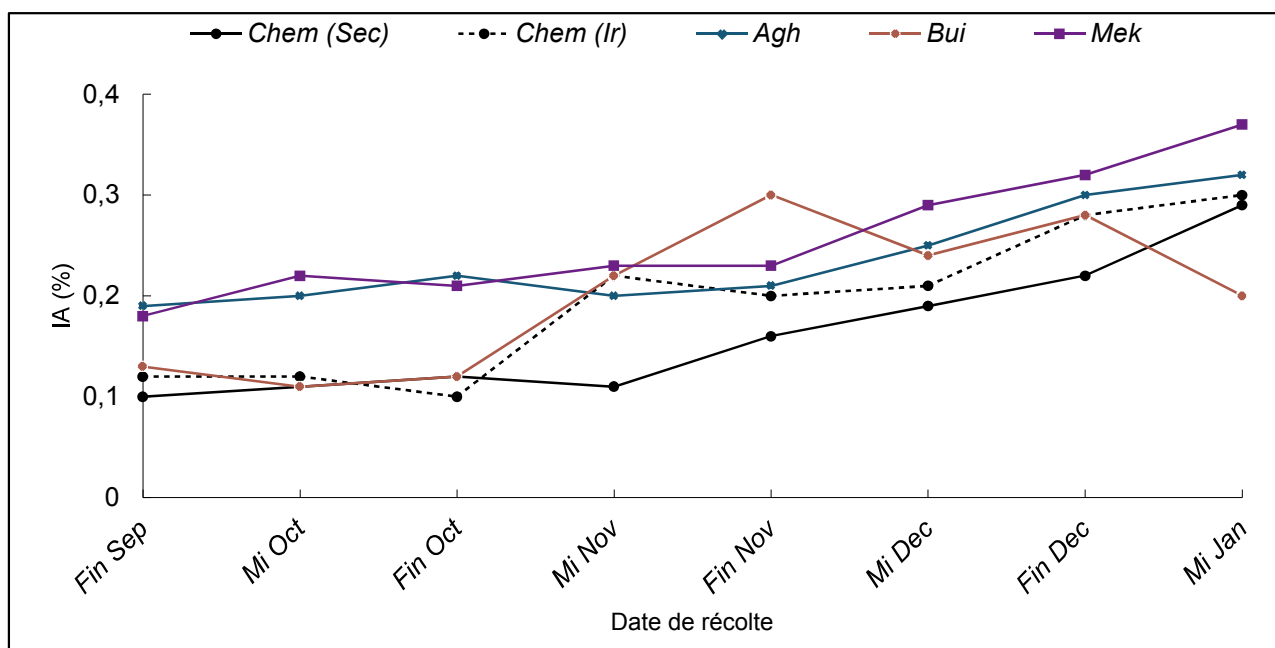


Figure 11. Evolution de l'indice d'acidité des huiles d'olive de quatre variétés (Chemlal issu de culture pluviale (Chem sec) et culture irriguée (Chem Ir), Aghenfas(Agh), Buichret (Bui), Mekki(Mek) au cours de la maturation.

### III.2. Indice de peroxyde

Exprimé en milli-équivalents d'oxygène actif par kilogramme d'huile, l'indice de peroxyde détermine les hydroperoxydes formés au cours du stockage d'huile d'olive. Il constitue l'un des moyens les plus directs de mesurer l'auto-oxydation lipidique (**Boskou, 1996**). D'après les résultats du tableau 4, on note que, pour toutes les variétés étudiées, l'indice de peroxyde diminue au cours du processus de maturation des olives. Ainsi, les huiles ayant des indices de maturation élevés, possèdent des valeurs de peroxyde plus faibles que celles obtenues en début de récolte des fruits. Ce comportement peut être attribué à une diminution dans l'activité enzymatique de la lipoxygénase (**Guitérrez et al., 1999**). Des résultats similaires sont également obtenus par **Uceda et al., (1990)** et **Salvador et al., (2001)**.



Toutefois, les valeurs de l'indice de peroxyde demeurent inférieures à 20 méq O<sub>2</sub>/kg, limite fixée pour l'huile d'olive extra vierge (COI, 2016), ce qui indique que ces huiles ne présentent pas une importante oxydation initiale et qu'elles ont une bonne aptitude à une conservation correcte.

En outre, l'acidité libre ainsi que l'indice de peroxyde ne semblent pas être affectés par l'irrigation des arbres de la variété *Chemlal*, d'ailleurs, nous ne notons pas de différences significatives entre les huiles obtenues en régime pluvial et celles issues d'arbres irrigués. Nos résultats sont en accord avec ceux obtenus par Tovar *et al.* (2003) dans l'huile d'olive de la variété *Arbequina*.

**Tableau 4. Evolution de l'indice de peroxyde des huiles d'olive de quatre variétés (*Chemlal* issu de culture pluviale et culture irriguée, *Aghenfas*, *Buichret*, *Mekki*) au cours de la maturation.**

Fin Sep	MiOct	Fin Oct	Mi Nov	Fin Nov	Mi Dec	Fin Dec	Mi Jan
7,43± 0,12 b	7,30 ± 0,22 b	7,32 ± 0,31 b	6,66 ± 0,11b	5,50 ± 0,45 a	5,63 ± 0,08a	5,78± 0,25 a	5,73 ± 0,55 a
8.46 ± 1.21ab	9.17 ± 2.11 b	8.45± 2.11 ab	8.17 ± 1.82ab	7.82 ± 1.84ab	6.18 ± 0.90 a	5.02 ± 0.80 a	5.51± 0.17 a
10.06 ± 0.33b	8.13 ± 2.32 a	9.82± 0.73 a	8.55 ± 2.26 a	8.17± 1.09 a	8.58 ± 3.03 a	6.89 ± 0.97 a	6.10 ± 0.60 a
9.24 ± 0.43 c	8.39 ± 1.69bc	8.2 ± 0.93 ab	6.92 ± 0.85ab	6.09 ± 0.28 a	5.33 ± 0.30 a	5.42 ± 0.53 a	5.34 ± 0.22 a
10.07 ± 0.73b	11.92 ± 0.72b	10.12 ± 0.78b	9.89 ± 0.59 b	10.47 ± 1.42b	8.99 ± 1.78 b	6.70± 1.51 a	6.50 ± 1.58 a

### III.3. Extinction spécifique

L'absorption dans l'ultraviolet (UV) est l'une des méthodes d'évaluation de l'état d'oxydation de l'huile d'olive. Les méthodes UV reposent sur la détermination des coefficients de l'extinction à 232 et à 270 nm, qui correspondent à l'absorption maximale des diènes et des triènes conjugués résultant de la décomposition de l'huile (Boskou, 1996). L'extinction spécifique à 232 nm peut être considérée comme un indicateur de «fraîcheur» de la matière première de l'huile, alors que la valeur à 270 nm rend compte à la fois de la formation des produits secondaires d'oxydation, et éventuellement de l'ajout des huiles raffinées (Mordret *et al.*, 1997).

Les variations de l'absorbance dans l'ultraviolet à 232 nm (produits primaires de l'oxydation) et celle à 270 nm (produits secondaires de l'oxydation), sont similaires à celles des indices de peroxyde: une diminution progressive au cours de la maturation des fruits. Guitérrez

*et al.* (1999) ont noté des résultats semblables pour la variété *Picual*. Les valeurs de l'extinction spécifique  $K_{232}$ ,  $K_{270}$  ne dépassent dans aucun cas les limites fixées pour l'huile d'olive extra vierge (COI, 2016) (Tableaux 5 et 6), ceci indique une oxydation secondaire minimale des huiles d'olive analysées, excepté les extinctions spécifiques à 270 nm des huiles de la variété *Chemlal* issues de la parcelle irriguée et la variété *Aghenfas* dont les valeurs paraissent être stables depuis le début jusqu'à la fin de maturation.

D'autre part, nous avons observé des variations significatives de l'absorbance dans l'ultraviolet à 232 nm et 270 nm en fonction du facteur génétique ( $p < 0.05$ ), et non pas du régime hydrique adopté. Généralement, les paramètres qui mesurent l'oxydation des huiles d'olive indiquent une détérioration progressive de la qualité de ce produit au fur et à mesure de son stockage (Méndez *et al.*, 2007).

**Tableau 5. Evolution de l'extinction spécifique  $K_{232}$  des huiles d'olive de quatre variétés (*Chemlal* issu de culture pluviale et culture irriguée, *Aghenfas*, *Buichret*, *Mekki*) au cours de la maturation.**

	Fin Sep	MiOct	Fin Oct	Mi Nov	Fin Nov	Mi Dec	Fin Dec	Mi Jan
<b><i>Chemlal (Irrigué)</i></b>	1,34 ± 0,08b	1,32 ± 0,05 b	1,35 ± 0,04 b	0,31± 0,03 b	1,22±0,08 ab	1,12 ± 0,06 a	1,15 ± 0,04 a	0,09 ± 0,08 a
<b><i>Chemlal (sec)</i></b>	1.30 ± 0.12 b	1.34 ± 0.30 b	1.33 ± 0.22 b	1.29 ± 0.15 b	1.23 ± 0.08 a	1.10 ± 0.14 a	1.11 ± 0.21 a	1.01 ± 0.12 a
<b><i>Aghenfas</i></b>	1.73 ± 0.18 b	1.82 ± 0.24ab	1.74 ± 0.25ab	1.57 ± 0.16ab	1.26 ± 0.31 a	1.13 ± 0.26 a	1.27 ± 0.11 a	1.14 ± 0.22 a
<b><i>Buichret</i></b>	2.22 ± 0.33ab	2.23 ± 0.11 b	2.14 ± 0.18ab	2.10 ± 0.28ab	1.99 ± 0.19 a	2.03 ± 0.21ab	1.72 ± 0.12 a	1.65 ± 0.09 a
<b><i>Mekki</i></b>	2.29 ± 0.11 b	2.22 ± 0.29ab	2.22 ± 0.32 ab	2.10 ± 0.25 a	2.15 ± 0.15 a	2.03 ± 0.05 a	1.75 ± 0.12 a	1.82 ± 0.06 a

**Tableau 6. Evolution de l'extinction spécifique  $K_{270}$  des huiles d'olive de quatre variétés (*Chemlal* issu de culture pluviale et culture irriguée, *Aghenfas*, *Buichret*, *Mekki*) au cours de la maturation.**

	Fin Sep	MiOct	Fin Oct	Mi Nov	Fin Nov	Mi Dec	Fin Dec	Mi Jan
<b><i>Chemlal (Irrigué)</i></b>	0,11 ± 0,03a	0,10 ± 0,02 a	0,13 ± 0,01a	0,09 ± 0,03a	0,12 ± 0,02a	0,10 ± 0,04 a	0,14 ± 0,02a	0,10 ± 0,05 a
<b><i>Chemlal (Sec)</i></b>	0.10 ± 0.04 a	0.13 ± 0.03 a	0.13 ± 0.04 a	0.10 ± 0.03 a	0.12 ± 0.01 a	0.11 ± 0.02 a	0.12 ± 0.02 a	0.09 ± 0.02 a
<b><i>Aghenfas</i></b>	0.16 ± 0.03 a	0.15 ± 0.03 a	0.15 ± 0.01 a	0.13 ± 0.02 a	0.11 ± 0.06 a	0.13 ± 0.01 a	0.12 ± 0.04 a	0.13 ± 0.04 a
<b><i>Buichret</i></b>	0.20 ± 0.02 b	0.19 ± 0.02 ab	0.17 ± 0.04 a	0.18 ± 0.01 ab	0.15 ± 0.03 a	0.13 ± 0.01 a	0.15 ± 0.02 a	0.14 ± 0.03 a
<b><i>Mekki</i></b>	0.14 ± 0.01 a	0.14 ± 0.03 a	0.15 ± 0.01 a	0.14 ± 0.03 a	0.15 ± 0.02 a	0.13 ± 0.05 a	0.15 ± 0.04 a	0.13 ± 0.03 a

## **IV. Etude quantitative et qualitative de la composition acide des huiles d'olive**

### **IV.1. Composition en acides gras**

#### **IV.1.1. Les acides gras majeurs**

La comparaison des huiles d'olive passe obligatoirement par une comparaison de leur composition acide ainsi que par une évaluation des proportions de leurs acides gras au cours de la maturité des olives.

Dans cette étude, nous avons soulevé, d'une part plusieurs remarques intéressantes sur l'évolution des proportions des acides gras au cours de la maturation des olives et d'autre part, la possibilité à travers cette composition de faire une distinction entre les différentes huiles étudiées.

La composition en acides gras totaux est qualitativement similaire entre les différents échantillons. Nous avons identifié les acides gras suivants : palmitique (C16:0), palmitoléique (C16:1), margarique (C17:0), margaroléique (C17:1), stéarique (C18:0), oléique (C18:1), linoléique (C18:2), linoléique (C18:3), arachidique (C20:0), gadoléique (C20:1), béhénique (C22:0) et lignocérique (C24:0) (Figure 12).

Nos données permettent de distinguer dans toutes les huiles d'olives étudiées :

- des acides gras majeurs: acides palmitique (C16 :0), stéarique (C18 :0), oléique (C18 :1) et linoléique (C18 :2),
- des acides gras mineurs: acides palmitoléique (C16 :1), linoléique (C18 :3) et arachidique (C20 :0),
- et des acides gras présents sous forme de traces : acides margarique (C17 :0), margaroléique (C17 :1), gadoléique (C20 :1), béhénique (C22 :0) et lignocérique (C24 :0).

Cette composition en acides gras de l'huile d'olive est analogue à celle observée par d'autres auteurs (Nergiz *et al.*, 2000; Aguilera *et al.*, 2005 ; Shibasaki, 2005).

L'analyse des résultats relatifs à la composition acide, nous permet de relever des variations des teneurs en fonction du processus de maturation des olives concernant principalement les acides gras majeurs; et certains acides gras minoritaires. Nous nous limiterons à présenter les modifications de ces derniers dans les différents échantillons considérés.

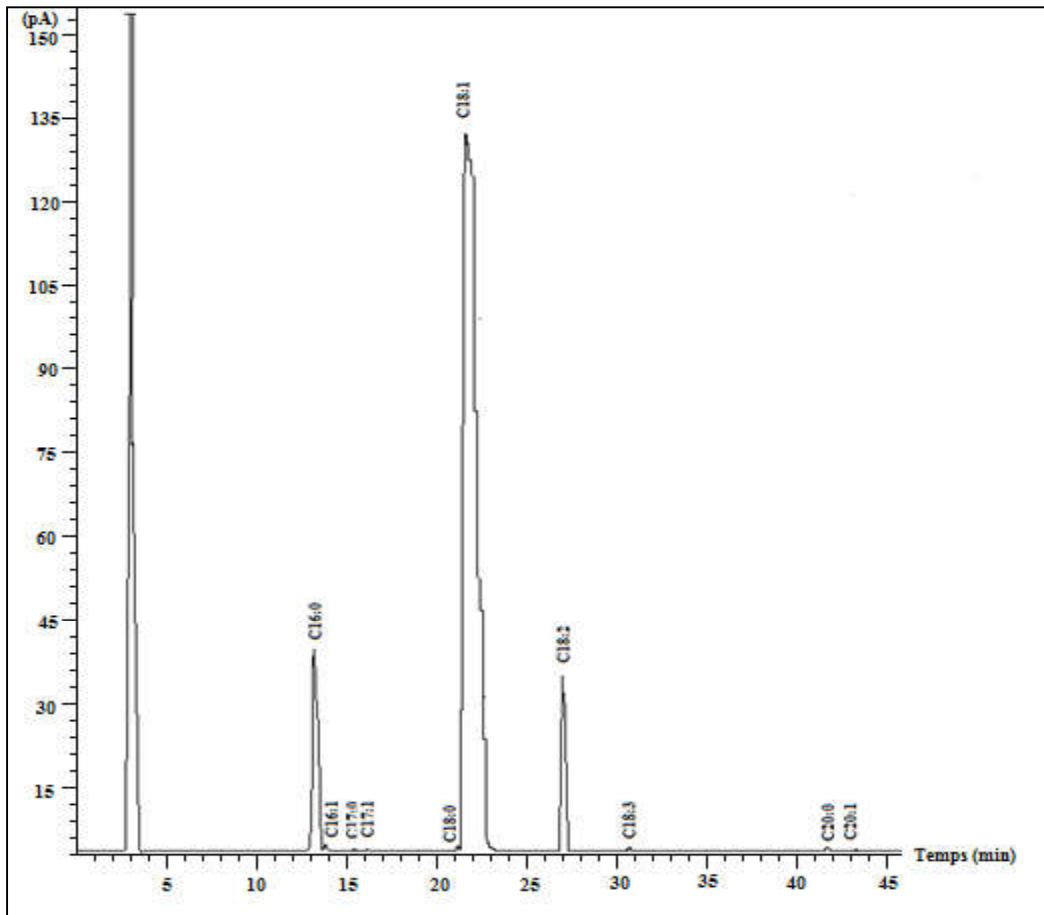


Figure 12: Un chromatogramme type des acides gras de l'un des échantillons d'huile d'olive de la variété Chemlal.

#### A. L'acide oléique (C18 :1)

L'acide oléique (C18 :1) est un acide gras mono-insaturé et il est le principal acide gras de l'huile d'olive. Sa prédominance constitue la principale originalité de cette huile et lui confère les caractéristiques d'une huile mono-insaturée. La richesse d'une huile en cet acide est un critère important de qualité (Boskou, 1996).

L'analyse des résultats obtenus montre :

- La dominance de cet acide gras mono-insaturé, durant toute la période de maturité dans toutes les variétés étudiées. Les huiles de *Chemlal* montrent pratiquement, tout au long du processus de maturation, une composition plus riche en cet acide (73.14 à 69.08%). Par comparaison à d'autres variétés locales ou étrangères, la variété *Chemlal* peut être classée parmi les variétés ayant un taux élevé en acide oléique. En effet, la variété *Chetoui* (de la Tunisie) et la variété *Koronéiki* (de la Grèce) qui sont classées parmi les variétés relativement riche en acide oléique

et qui ont des taux pouvant atteindre respectivement 70% en acide oléique (**Salvador et al, 1999**). Les autres variétés ont des teneurs oscillant entre 57.10 et 70.09%, entre 60.09 et 67.32% et entre 62.06 et 66.23% respectivement pour les variétés *Aghenfas*, *Mekki* et *Buichret* (Annexe, tableau 3).

Par comparaison à la valeur fixée par la réglementation du **COI en 2016** exigeant un taux en C18 :1 entre 55 et 83%, nous pouvons affirmer que toutes les huiles des variétés d'olive étudiées sont conformes à la norme et ne posent aucun problème de commercialisation.

Le taux en acide oléique s'est avéré qu'il est influencé par la variété. L'analyse statistique effectuée sur l'ensemble des données expérimentales montre une différence hautement significative ( $P < 0.001$ ) entre les taux moyens en acide oléique dans les différentes huiles algériennes étudiées.

Afin de mieux visualiser les résultats, la figure 13 met en évidence l'évaluation de l'acide gras C18 en fonction du facteur de maturation des fruits. Nous constatons pour tous les échantillons testés que les teneurs en acide oléique ont tendance à diminuer progressivement au cours du processus physiologique étudié. Cette diminution est plus accentuée pour les huiles *Aghenfas* (18.53%) que pour celles de la variété *Mekki* (10.66%) et *Buichret* (4.80%). Pour la variété *Chemlal*, on note une diminution moins prononcée en régime pluvial (2.81%) comparativement au régime irrigué (5.55%).

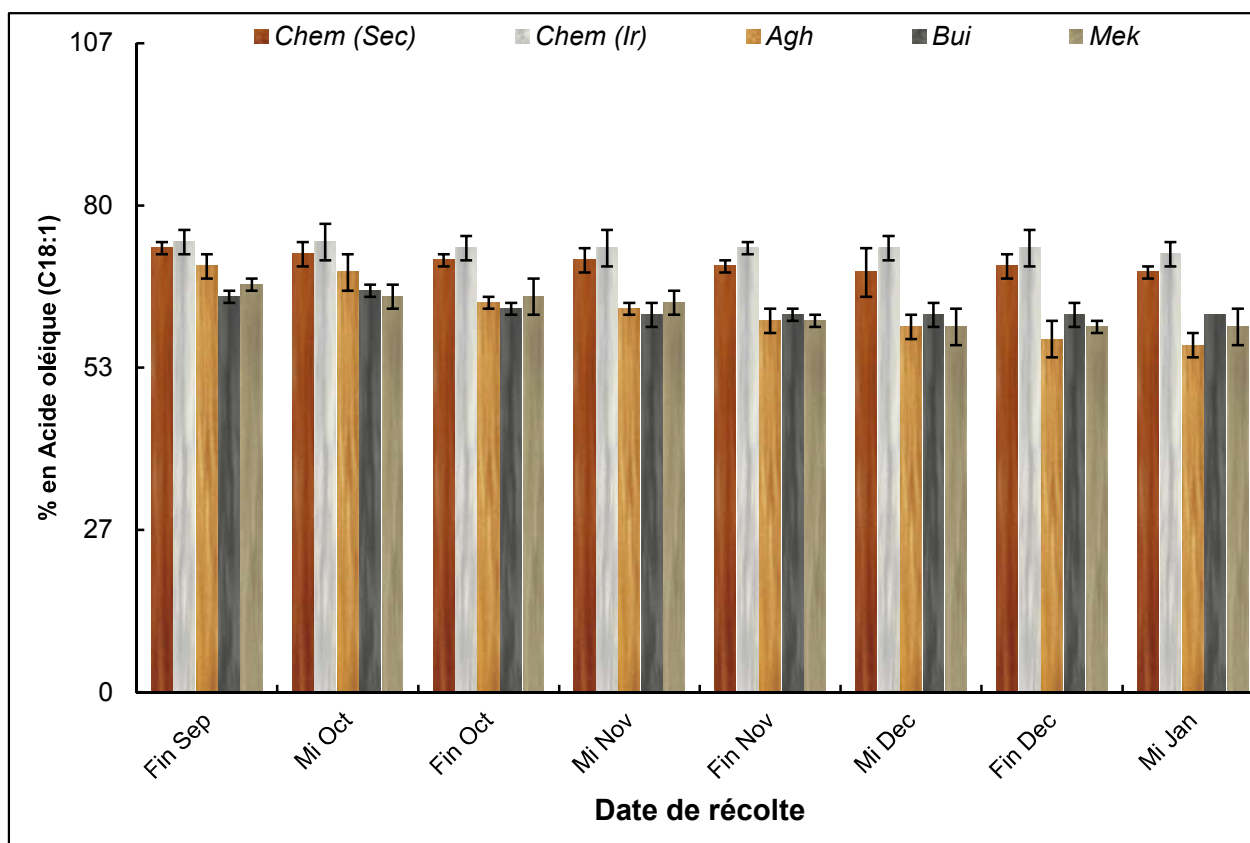
L'analyse de la variance (ANOVA) nous a permis de montrer que le stade de maturité peut influencer d'une manière hautement significative ( $p < 0.001$ ) le taux en acide oléique. Nos résultats semblent être en contradiction avec ceux obtenus par **Caselli et al., (1993)** qui ont toutefois montré que le niveau de l'acide oléique est constant quelque soient le stade de maturité. Par contre, **Sanchez Casas et al (1999)**, ont montré que le taux en acide oléique a tendance à augmenter sensiblement avec l'indice de maturité dans les fruits des variétés *Carrasquena* et *Cacernea*. Cette différence de comportement semble être due essentiellement à la nature du cultivar.

La variation du taux moyen en acide oléique en fonction de l'irrigation a été observée à l'aide de l'analyse effectuée par le test d'ANOVA qui a révélé une différence significative ( $p < 0.05$ ). En effet, les taux en acide oléique les plus élevés sont enregistrés chez la variété

*Chemlal* conduite dans des conditions irriguées que celle conduite en système pluvial, respectivement avec des valeurs moyennes entre 72.73% et 74.84% et entre 69.08% et 73.14%.

La variation du taux en acide oléique en fonction du système d'irrigation a été également observée par *Sifi*, qui a signalé que les huiles de plusieurs variétés irriguées (Kairouan et Sfax) sont plus riches en acide oléique que celles issues de culture pluviale (**Sifi, 2004**).

Des résultats analogues sur l'effet engendré par l'irrigation ont été mentionné par **Stefanoudaki et al.,(2001)** ces derniers ont constaté une influence hautement significative du système d'irrigation sur les acides gras de l'huile d'olive et plus particulièrement sur l'acide oléique, stéarique, linoléique et arachidique (**Stefanoudaki et al, 2001**). Dans le même contexte, **Angerosa et al. (1996)** et **Montedero et al. (1993)**, ont souligné que le taux en acide oléique est très affecté par la pluviométrie de toute l'année. La composition acide, dont notamment le



taux en acide oléique, s'est avéré donc un paramètre très variable qui est influencé essentiellement par la variété et le système d'irrigation.

**B. L'acide linoléique (C18 :2)**

L'acide linoléique (C18 :2) est un acide gras di-insaturé dont la présence dans l'huile d'olive en quantité notable peut contribuer à l'oxydation et au vieillissement de ce produit au cours du stockage (Ryan *et al.*, 1998). Les huiles d'olive étudiées présentent des taux relativement bas en acide linoléique, qui restent compris dans la fourchette des valeurs de la norme du conseil oléicole international (COI, 2016), c'est-à-dire entre 3,5 et 21%. Les teneurs maximales ont été estimées comme suit: 20.18, 19.95, 18.47, 18.38 respectivement dans les huiles des variétés *Mekki*, *Buichret*, *Aghenfas* et *Chemlal*.

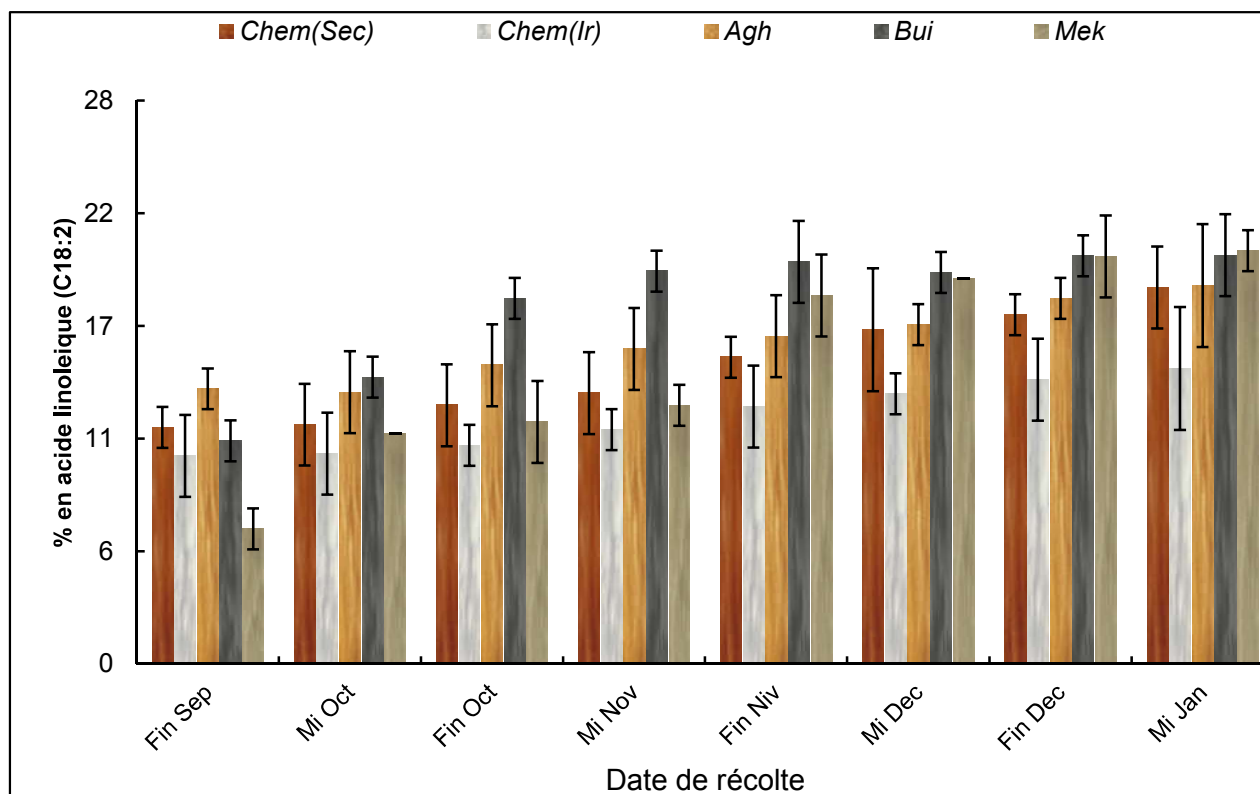
Les résultats relatifs à l'analyse de cet acide, consignés dans la figure 14, montrent que le taux d'acide linoléique évolue inversement à celui de l'acide oléique. L'analyse statistique montre une différence très significative dans les taux en cet acide en fonction de la maturité ( $p < 0.01$ ) et hautement significative en fonction de la variété ( $p < 0.001$ ). D'ailleurs, les pourcentage en C18 :2 augmentent progressivement au fur et à mesure que les fruits mûrissent. Cependant, cette tendance entre le début de maturité (en septembre) et la fin de maturité (janvier) est différente selon les échantillons. Elle est plus importante dans les huiles d'olive de *Mekki* (67.34%), puis *Buichret* (45.41%), ensuite *Chemlal* (37.21%) et enfin *Aghenfas* (27.28%).

Ces observations montrent bien qu'une récolte tardive des olives de l'ensemble des variétés étudiées peut ne pas être intéressante, du fait qu'elle peut donner dans certains cas une huile hors norme riche en acide linoléique susceptible d'être oxydée au cours du stockage, ce qui est préjudiciable à sa qualité et à sa commercialisation. L'augmentation du taux en acide linoléique au cours de la maturation a été observée par plusieurs chercheurs. **El Antari et al. (2003)**, ont remarqué que le taux en cet acide a tendance à la hausse avec l'avancement de la maturité pour la majorité des variétés étudiées. Le même phénomène a été constaté par **Caseli et al. (1993)**, qui ont expliqué cette augmentation par le fait qu'au cours du processus de maturation, les mécanismes de formation des triacylglycerols font apparaître un glissement en faveur des chaînes à C18 atomes de carbones plus ou moins insaturées avec remplacement

**Figure 13. Variation des taux en acide oléique des échantillons d'huiles d'olive algériennes (Chemlal issu de culture pluviale (Chem Sec) et culture irriguée (Chem Ir), Aghenfas(Agh) , Buichret (Bui), Mekki(Mek) pendant la maturation du fruit.**

préférentiel de l'acide palmitique par l'acide linoléique dans les espèces de triacylglycerols du type OPP et OOP vers OLL et OOL. En outre, l'augmentation des proportions en acide linoléique peut être attribuée à l'activation de l'enzyme oléate désaturase qui transforme le C18

:1 en C18 :2 (Sanchez et Harwood, 2002). Par ailleurs, il se dégage des données de la composition acide des huiles *Chemlal*, que les échantillons obtenus en régime d'irrigation récoltés à partir du mois de septembre jusqu'au mois de janvier montrent des taux plus élevés en C18 :1, C16 :0 et moins faibles en C18 :2 que ceux issus de la culture pluviale à la même date de récolte (Annexe: tableau 3, figure 13). Gomez-Rico *et al.* (2007) ont observé que les huiles



*Cornicabra* obtenues en conditions d'irrigation se distinguent par des taux plus élevés en acides palmitique et linoléique et moins faibles en acide linoléique que celles issues à partir d'arbres non irrigués.

Par conséquent, le rapport acides gras monoinsaturés/ acides gras polyinsaturés a remarquablement régressé, au fur et à mesure que l'indice de maturation a augmenté pour toutes les huiles testées (Tableau 6). En effet, des corrélations négatives sont enregistrées  $r^2 = -0.954$  (*Chemlal* en régime pluvial);  $r^2 = -0.936$  (*Chemlal* en régime irrigué) et  $r^2 = -0.884$  (*Aghenfas*),  $r^2 = -0.865$  (*Mekki*),  $r^2 = -0.844$  (*Buichret*). ( $p < 0.001$ ).

### C. L'acide palmitique (C16 :0)

L'acide palmitique (C16:0) est le principal acide gras saturé. C'est un acide qui est responsable, à taux élevé et à basse température, de la figeabilité de l'huile. Sa détermination

Figure 14. Variation des taux en acide linoléique des échantillons d'huiles d'olive algériennes (*Chemlal* issu de culture pluviale (*Chem sec*) et culture irriguée (*Chem Ir*), *Aghenfas*(*Agh*), *Buichret* (*Bui*), *Mekki*(*Mek*) pendant la maturation du fruit.



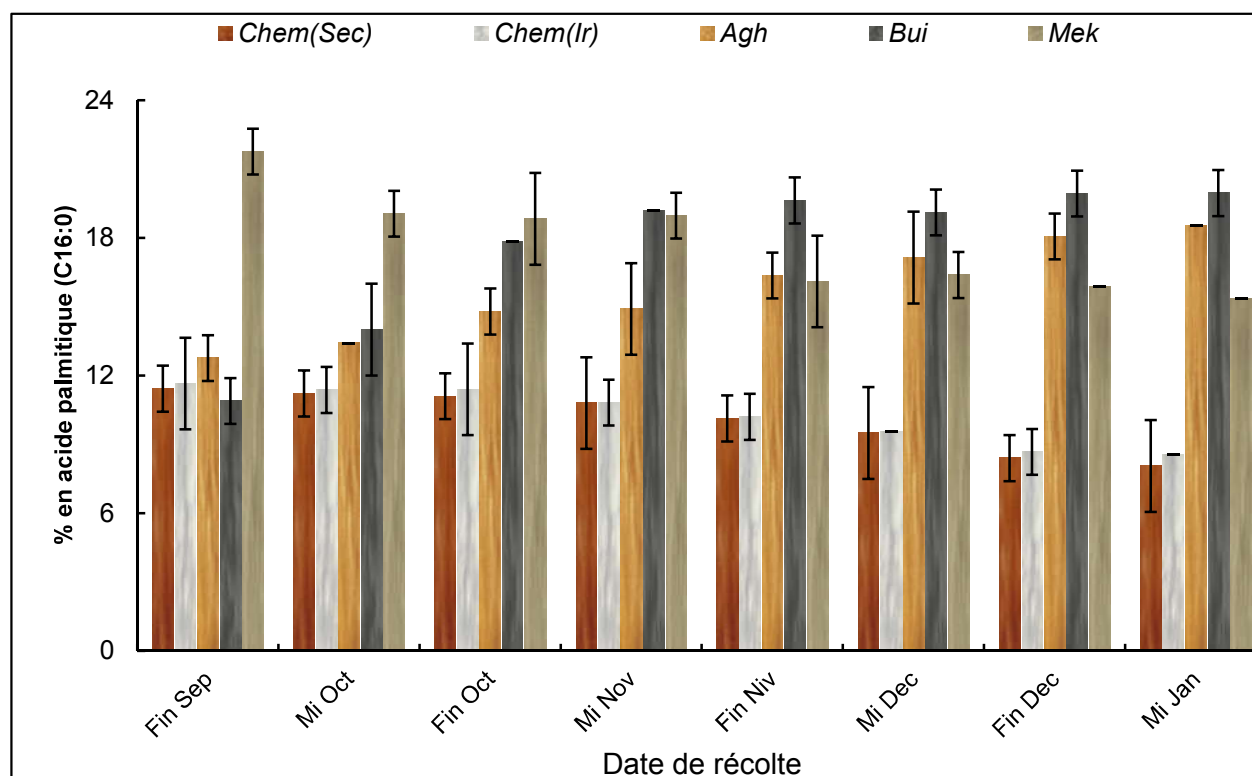
revêt une grande importance, puisqu'elle donne une idée préliminaire sur le degré de saturation d'une huile. Des taux assez élevés en cet acide dans une huile d'olive entraînent une augmentation de sa figeabilité et par conséquent peut nuire à sa commercialisation (**Ryan et al., 1998**). La norme du conseil oléicole international exige un taux en C16 :0 compris entre 7.5 et 20%. Nous constatons que toutes les huiles étudiées sont conformes à cette norme. Le suivi de l'évolution du taux en acide palmitique au cours de la maturation des olives de l'ensemble des variétés est représenté par la figure 15.

De l'analyse des différents échantillons d'huile, il en ressort que le taux en cet acide peut dépasser dans certains cas la valeur maximale de 20 fixée comme étant la limite supérieure de la norme de commercialisation de l'huile d'olive (**COI, 2016**). En effet, Un seul échantillon d'huile est hors norme avec un taux maximale de l'ordre de 21,76 %, à savoir celui correspondant au premier stade de maturité en mois de septembre de la variété *Mekki*. Compte tenu que la cueillette des olives commence habituellement vers le mois de novembre, les taux en acide palmitique de la variété *Mekki* est toujours inférieur à 20% au delà de cette période. Ainsi on peut noter un impact hautement significative ( $P < 0.001$ ) de la maturité sur l'évolution de la concentration en acide palmitique dans toutes les huiles des variétés étudiées.

L'analyse de la variance a montré que le taux en acide palmitique varie très significativement ( $P < 0.01$ ) en fonction de la variété, alors qu'il n'existe pas de différence entre les teneurs en ce composé entre les huiles de la variété *Chemlal* cultivé dans des conditions pluviales et irriguées.

L'évolution du taux moyen en acide palmitique calculé à partir des valeurs obtenues pour les quatre variétés, fait apparaître une nette diminution au cours du processus de maturation. Respectivement pour les variétés, *Chemlal*, *Mekki* et *Buichret*, des taux moyens maximaux de l'ordre de 11.43, 21.76 et 19.16% ont été observés pendant les premiers stades de maturité (mois de septembre) suivie d'une diminution régulière et sensible pouvant atteindre des valeurs moyennes de 8.06, 15.36 et 13.48 % pendant la phase de puisement du fruit (en janvier). Ces observations sont soutenues par une corrélation négative avec  $r^2 = -0,774$ ,  $r^2 = -0,775$ ,  $r^2 = -0,774$ , ( $p < 0.001$ ) entre ces taux et l'indice de maturité respectivement des huiles *Chemlal*, *Mekki* et *Buichret*. **Nergiz et al. (2000)** ont également mis en évidence une diminution des taux en C16 :0 au cours de la maturation des fruits.

Cependant, dans le cas des huiles *Aghenfas*, nos résultats montrent que les taux en C16 :0 augmentent sensiblement au cours de ce processus physiologique de 12.76% (en septembre) à 18.54% (en janvier). Cette tendance à l'augmentation des taux en C16 :0 au cours de la



maturation des olives a été déjà observé chez la variété *Cornicabra* par **Salvador et al. (2001)**. A l'inverse de ce que nous avons observé pour l'acide oléique et linoléique, l'analyse statistique nous a montré que l'irrigation n'a pas un effet sur les teneurs et l'évolution de l'acide palmitique.

**Figure 15.** Variation des taux en acide palmitique des échantillons d'huiles d'olive algériennes (Chemlal issu de culture pluviale (Chem Sec) et culture irriguée (Chem Ir), Aghenfas(Agh), Buichret (Bui), Mekki(Mek) pendant la maturation du fruit.

#### IV.1.2. Les acides gras minoritaires

D'autres acides gras ont été identifiés dans l'huile d'olive, on cite en particulier l'acide stéarique (C18:0), l'acide linoléique (C18:3) et l'acide palmitoléique (C16:1). Sur le plan quantitatif, ces acides gras sont de moindre importance mais constituent des indicateurs de caractérisation variétale des olives (**Grati-Kammoun, 2001**).

##### A. L'acide linoléique (C18:3)

L'analyse des différents échantillons d'huile a montré que le taux en acide linoléique n'a jamais dépassé la limite de 0,9% tolérée par la norme internationale de commercialisation de l'huile d'olive et ceci quelque soit le stade de maturité, la variété et le système d'irrigation.

Une baisse du taux en acide linoléique durant le processus de maturation des olives a été enregistrée, il passe de 0,52% à 0,31% dans la variété *Chemlal* irrigué; de 0,54% à 0,41% dans

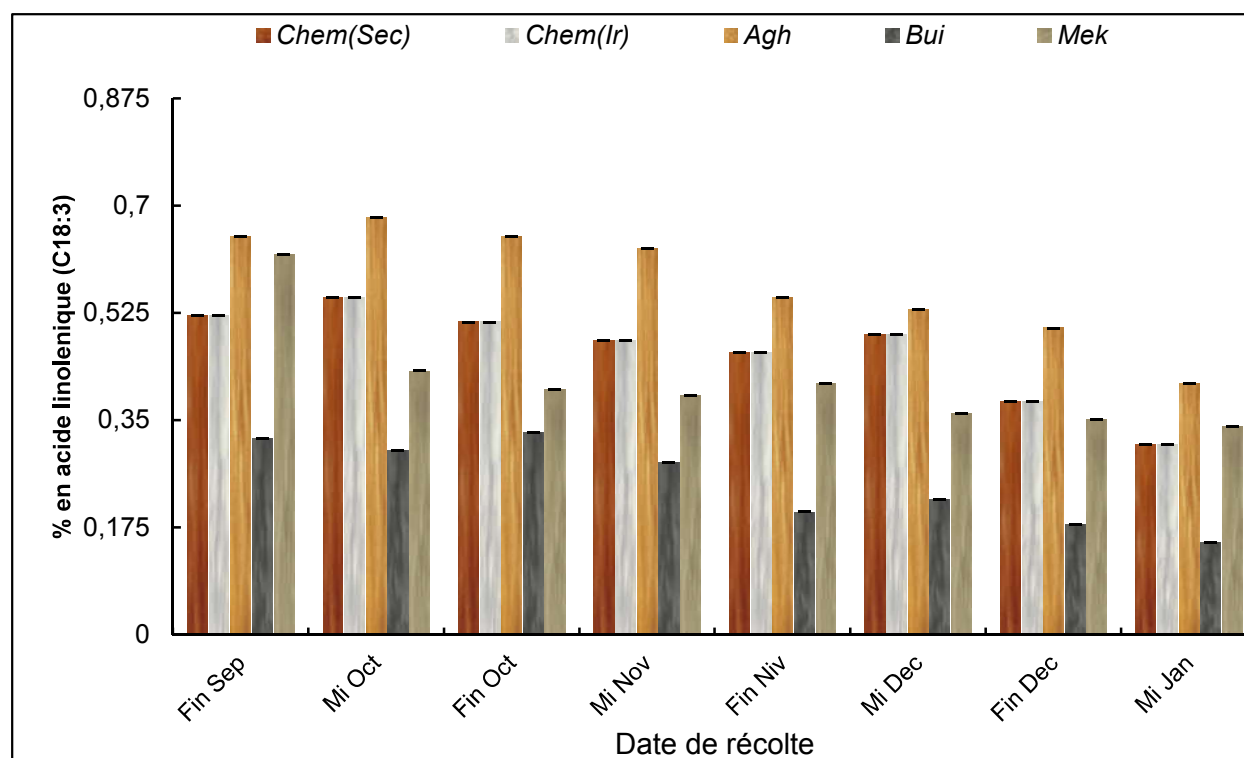
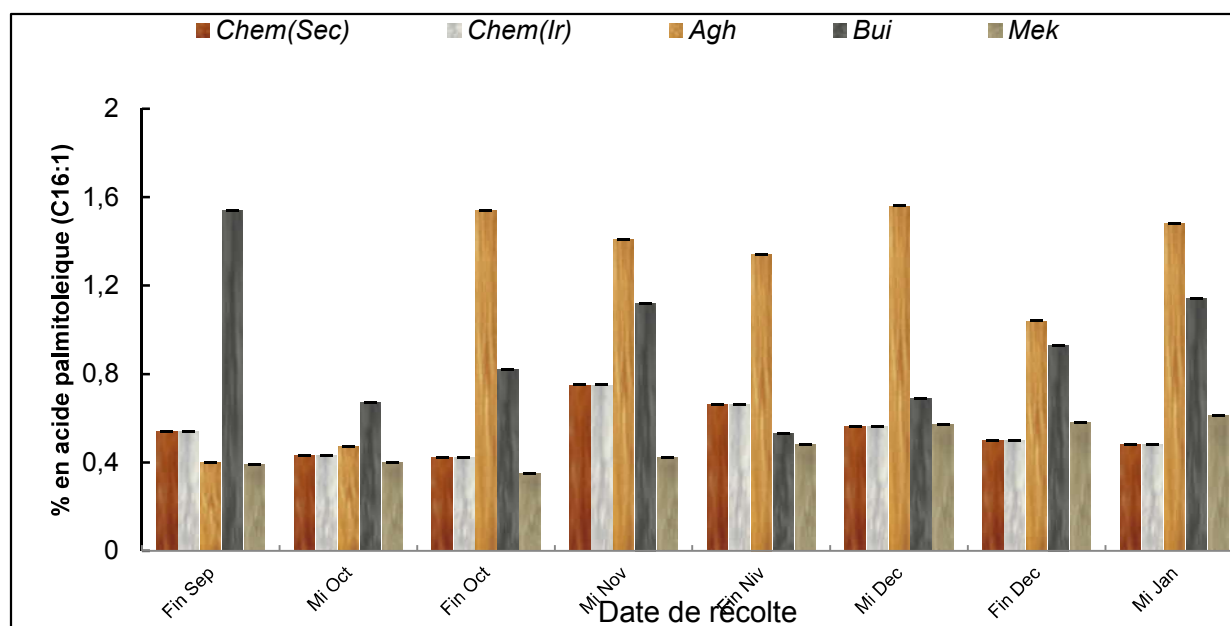


Figure 16. Variation des taux en acide linoléique des échantillons d'huiles d'olive algériennes (*Chemlal* issu de culture pluviale (*Chem Sec*) et culture irriguée (*Chem Ir*), *Aghenfas*(*Agh*), *Buichret* (*Bui*), *Mekki*(*Mek*) pendant la maturation du fruit.

la variété *Chemlal* non irrigué; de 0,65% à 0,41% dans la variété *Aghenfas*; de 0,62% à 0,34% *Mekki* et de 0,32% à 0,15% dans la variété *Mekki*, durant la période allant du mois de septembre au mois de janvier (Figure 16).

Il est remarqué que le taux de cet acide dans les huiles de quelques variétés du bassin méditerranéen, à savoir la *Picholine* Marocaine, la *Blanguita* de Elvas et de plusieurs variétés italiennes telle que, la *Leccino*, la *Nociara*, et l'*Ogliarolo Salentina*, est relativement élevé et dépasse la limite exigée par la norme ce qui est à l'origine de déclassement de ces huiles au cours de leur commercialisation (El-Antari et al, 2003; Dettori, 1993).

### B. L'acide palmitoléique (C16:1)



S'agissant de l'acide palmitoleique, tout nos échantillons d'huile présentent des taux voisins de 2% et sont donc conformes à la norme exigeant un taux compris entre 0.3% et 3.5%. Il est à souligner que la variété *Aghenfas* présente le taux relativement le plus élevé en acide palmitoléique (1.56%) par comparaison à la variété *Mekki* dont le taux ne dépasse guère 0.61% (Figure 17). Par ailleurs, l'analyse statistique a révélé que le taux en cet acide n'est pas influencé

**Figure 17. Variation des taux en acide palmitoleique des échantillons d'huiles d'olive algériennes (Chemlal issu de culture pluviale (Chem Sec) et culture irriguée (Chem Ir), Aghenfas(Agh), Buichret (Bui), Mekki(Mek) pendant la maturation du fruit.**

par le stade de maturité.

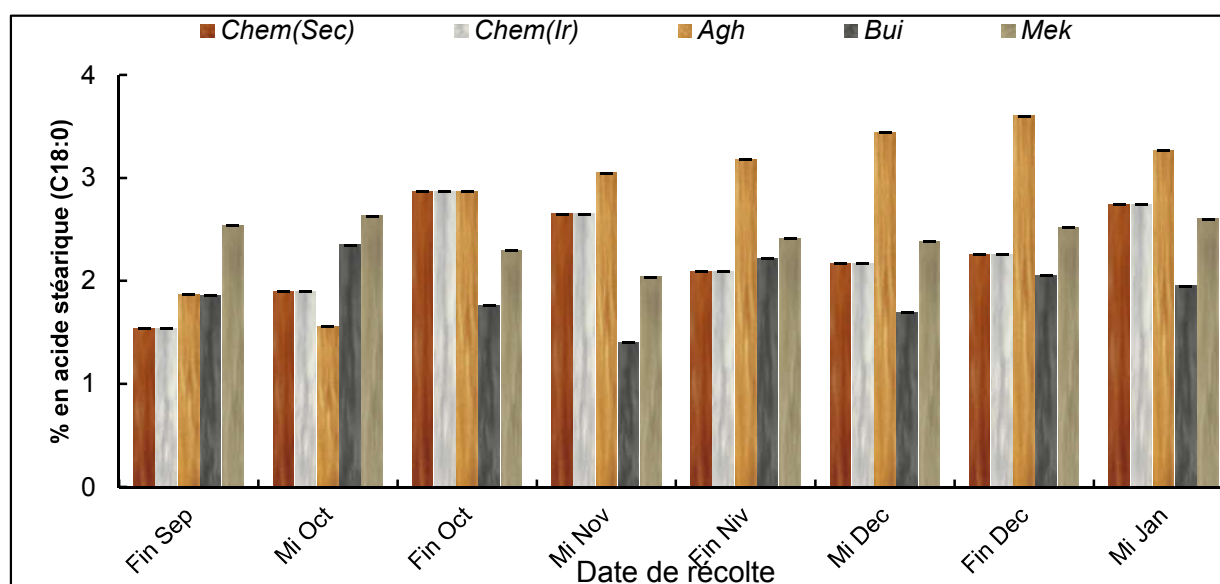
### C. L'acide stéarique (C18:0)

Durant cette campagne oléicole, nous avons remarqué que le taux moyen en acide stéarique oscille entre (1.40 et 3.60 %) pour la totalité des échantillons d'huile des quatre variétés étudiées. L'analyse statistique a montré qu'il n'existe aucune différence significative dans les teneurs de cet acide gras en fonction de la variété ou l'indice de maturité (Figure 18).

**D. En ce qui concerne les autres acides gras minoritaires** identifiés dans l'huile d'olive à savoir le C17:0, le C17:1, le C20:0, le C20:1 et le C24:0 leurs proportions sont tellement faibles qu'il est pratiquement impossible de suivre leur évolution en fonction de la variété, de la maturité, et de l'irrigation.

❖ Conclusion

De l'ensemble de nos résultats relatifs à la composition acide des différents échantillons d'huiles analysés, nous pouvons conclure que les huiles produites de nos variétés présentent une composition acide très équilibrée riche en acide oléique, un taux modéré en acide linoléique et en acide palmitique. Par ailleurs, aucune corrélation n'a été décelée entre les pourcentages en acides gras mineurs qui sont présents à l'état de traces dans les huiles d'olive mono-variétales étudiées et les indices de maturation. L'évolution des taux des différents acides gras en fonction de la maturation des olives a été étudiée par plusieurs auteurs. **Guitérrez et al. (1999)** ont prouvé qu'à l'exception des acides palmitique, linoléique et linoléique, la composition acide des huiles d'olive des variétés *Picual* et *Hojiblanca* ne montre pas de



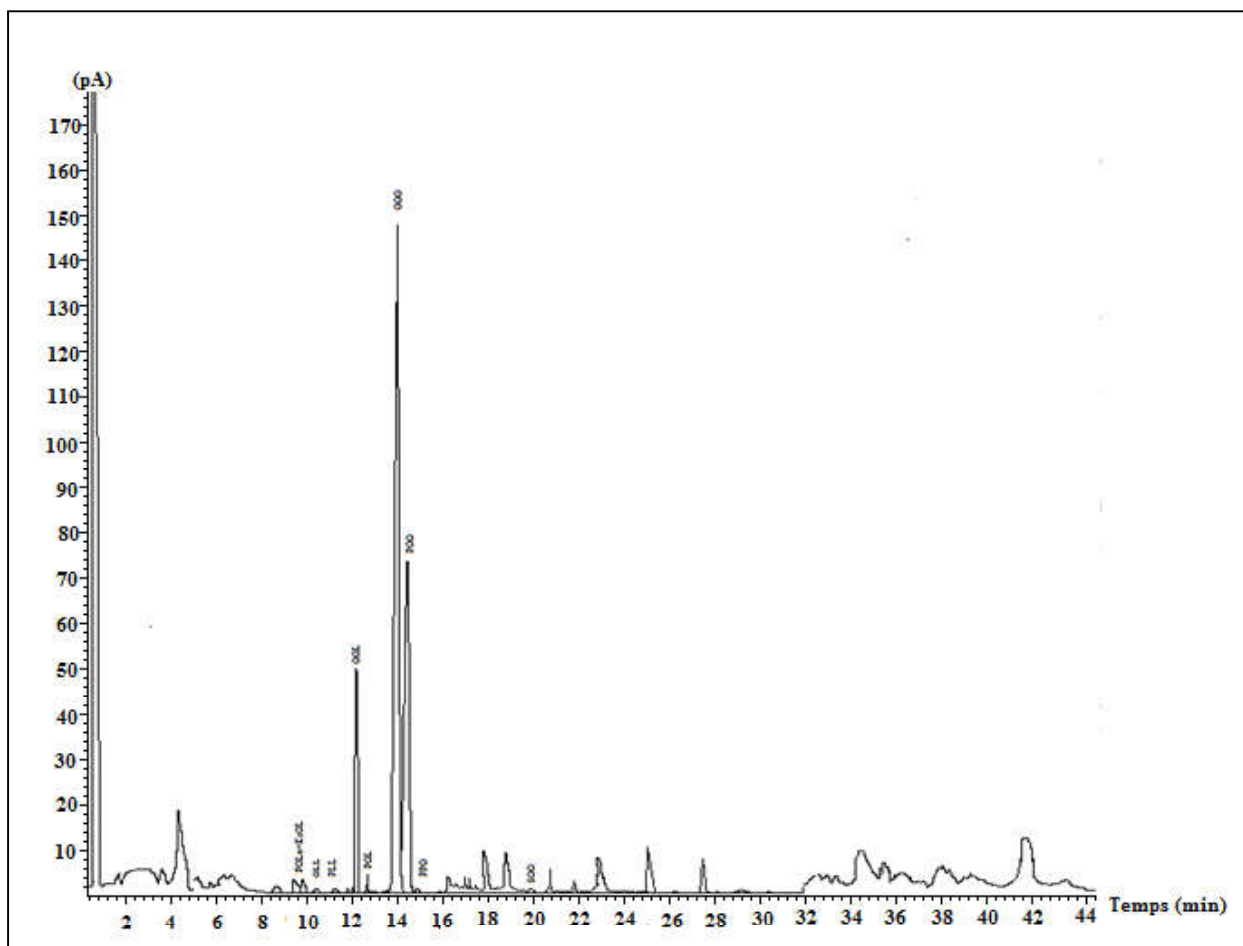
**Figure 18.** Variation des taux en acide stéarique des échantillons d'huiles d'olive algériennes (Chemlal issu de culture pluviale (Chem Sec) et culture irriguée (Chem Ir), Aghenfas(Agh) , Buichret (Bui), Mekki(Mek) pendant la maturation du fruit.

variation tout au long du processus de la maturation.

#### **IV.2. Composition en triacylglycérols**

La partie saponifiable de l'huile d'olive est formée principalement de triacylglycérols (99%). L'analyse des espèces moléculaires des triacylglycérols (TAG), des échantillons d'huiles d'olive séparées par HPLC et détectées par DDLE, permet l'identification et la quantification essentiellement de dix TAG. Toutes les huiles analysées sont caractérisées par quatre principaux TAG : La OOO (trioléine), POL (palmitooléolinoléine), la POO (dioléopalmitine) et la OOL (dioléolinoléine); en effet, leurs taux dépassent 89% des surfaces totales des pics du profil chromatographique, alors que, les autres espèces moléculaires tels que la PLL, OLL, PPO, SOO et la POLn+EeOL sont relativement peu représentées dans les huiles étudiées (Figure 19).

La POLn et la EeOL ont des temps de rétention très voisins, ainsi, leurs pics se chevauchent. Il est à remarquer que les composés triglycéridique provenant exclusivement d'acides gras saturés et tri-insaturés tel que: le SSS, le PPP, et le LnLnLn sont totalement absents dans tous les échantillons étudiés.



Tous les échantillons d'huile d'olive analysés sont caractérisés par l'abondance de la

**Figure 19: Un chromatogramme type des triacylglycérols de l'un des échantillons d'huile d'olive de la variété Chemlal.**

trioléine (OOO) (toujours supérieure à 30%). Le pourcentage le plus faible en ce TAG est enregistré pour les huiles *Chemlal* obtenues dans le système pluvial. Ce résultat est en parfait accord avec ceux obtenus avec d'autres variétés tunisiennes en l'occurrence, la variété *Chetoui* et la variété *Tounsi* ou le OOO est le triacylglycérol majeur de l'huile de ces variétés (**Grati-Kammoun, 1998, Ben Temime, 2006b**).

On enregistre une diminution régulière en trioléine (OOO) au cours de la période allant du mois de septembre jusqu'au mois de janvier ou le taux varie respectivement de 30.84 à 50.49%, de 35.30 à 49.65%, de 40.23 à 45.85% et de 45.41 à 48.73% respectivement pour les variétés *Chemlal*, *Aghenfas*, *Mekki* et *Buichret* (Figure 20).

Il est à remarquer qu'il existe une parfaite corrélation entre le taux en acide oléique et celui en trioléine ou la diminution du taux de ce dernier est généralement accompagné d'une baisse de celui en acide oléique au cours de la maturation.

La structure triglycérique des huiles d'olive étudiées montre, en plus, la présence de grandes quantités de POO comprises entre 9.10% et 36.60% respectivement pour les huiles d'olive des variétés *Buichret* et *Mekki*.

Une variation significative du POO a été observée au cours du processus de maturation, on enregistre une baisse du taux en POO passant de 27.38 à 18.04%, de 36.60 à 26.05% et de 16.85 à 8.52% respectivement dans les huiles des variétés *Chemlal*, *Mekki* et *Buichret*. Par contre, le taux en ce composé dans les huiles de la variété *Aghenfas* montre un comportement différent. On assiste à une diminution pendant les premiers stades de maturité passant de 19.54% au mois de septembre à 9.22% au mois de novembre suivie d'une augmentation pour atteindre sa valeur initiale en fin de maturité (Figure 21).

Les huiles de la variété *Mekki* se distinguent par des taux plus élevés en POL (6.20-12.67%) et plus faibles en OOL (7.46-15.36%) comparées aux autres variétés.

La présence dans une huile d'olive des taux élevés de triacylglycérols comportant l'acide oléique (O) et inversement des taux faibles en triacylglycérols avec de l'acide linoléique (L) constitue un indice favorable de l'authenticité (**Mordret, 1997**).

Comme précédemment observé pour les acides gras, la composition en triacylglycérols des huiles de l'ensemble des variétés étudiées montre des variations selon le stade de maturation du fruit.

Les changements majeurs observés dans le profil triglycéridique concernent principalement une importante diminution des taux en OOO. En effet, le pourcentage en ce TAG chute considérablement au cours de la maturation du fruit. Ces observations sont corroborées par des corrélations négatives avec l'indice de maturité  $r^2=0.952$  et  $r^2=0.776$ , ( $p<0.001$ ), respectivement, dans les échantillons *Chemlal* issus de culture pluviale et irriguée. Toutefois, les huiles *Chemlal* obtenues en conditions pluviales, présentent des corrélations négatives importantes entre les pourcentages en POO et l'indice de maturité ( $r^2= -0.888$ ,  $p < 0.001$ ). Ces corrélations sont également mises en évidence pour les huiles *Chemlal* issu de culture irriguée, *Mekki* et *Buichret*, même si elles sont moins remarquables ( $r^2= -0.719$ ,  $r^2= -0.722$ ,  $r^2= -0.720$ ,  $p<0.001$ ).



Les proportions en OOL sont positivement corrélées avec l'indice de maturité avec  $r^2 = 0.970$  dans les huiles *Chemlal* et  $r^2 = 0.887$  dans les huiles *Aghenfas*,  $r^2 = 0.845$  dans les huiles *Mekki* et  $r^2 = 0.760$  dans les huiles *Buichret* ( $p < 0.001$ ).

Parallèlement à la baisse du POO, nous avons détecté au cours du processus de maturation une augmentation du taux en OLL, ce composé est moins abondant que le OOL, présente des taux comparables dans les huiles des quatre variétés, dont la teneur la plus élevée (3.05%) est enregistrée dans la variété *Chemlal* alors que la moins faible (0.10 %) est trouvé dans la variété *Aghenfas* (Figure 22).

Par ailleurs, il semble que l'irrigation a une influence très significative ( $p < 0.01$ ) sur les taux des espèces moléculaires (OOO, POO et OOL).

Les huiles d'olive *Chemlal* issues du régime d'irrigation montrent des variations dans les pourcentages en POO et OOL. En effet, à l'exception de la première date de récolte des fruits, les huiles *Chemlal* obtenues en culture pluviale sont moins riches en POO que celles provenant de la parcelle irriguée. Dans ces dernières, on a enregistré pour des indices de maturation supérieurs à 3, des taux moins faibles en OOL.

Par ailleurs, comme on l'a noté pour les huiles *Chemlal* obtenues en régime pluvial, les taux en OOO dans les huiles issues du régime d'irrigation ont tendance à diminuer progressivement au cours de la maturation des fruits, mais en partant de pourcentages plus élevés (Figure 19). Les taux en POL montrent une corrélation positive avec l'indice de maturité et qui est plus importante dans les huiles *Chemlal* obtenues de la parcelle non irriguée ( $r^2 = 0.874$ ,  $p < 0.001$ ). Cependant, dans les conditions de la culture irriguée, cette corrélation est estimée de 0.781, ( $p < 0.001$ ).

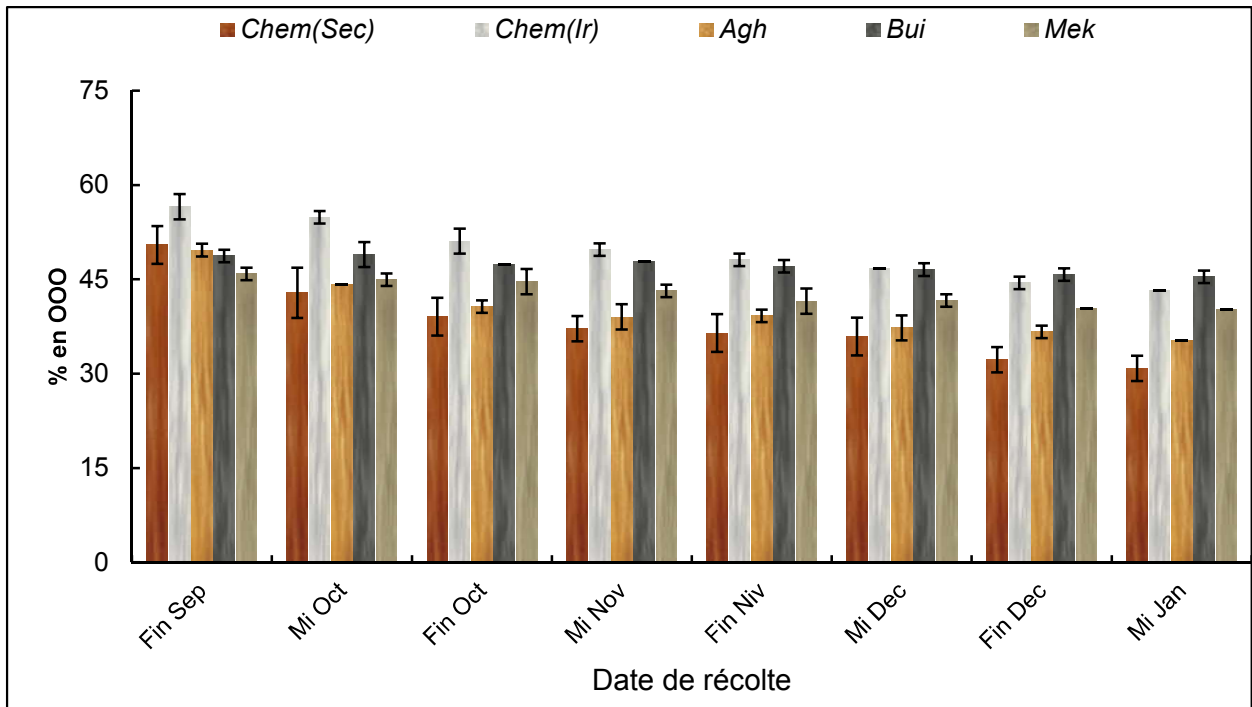


Figure 20. Variation des taux en triacylgycérol OOO des échantillons d'huiles d'olive algériennes (Chemlal issu de culture pluviale (Chem Sec) et culture irriguée (Chem Ir), Aghenfas(Agh) , Buichret (Bui), Mekki(Mek) pendant la maturation du fruit.

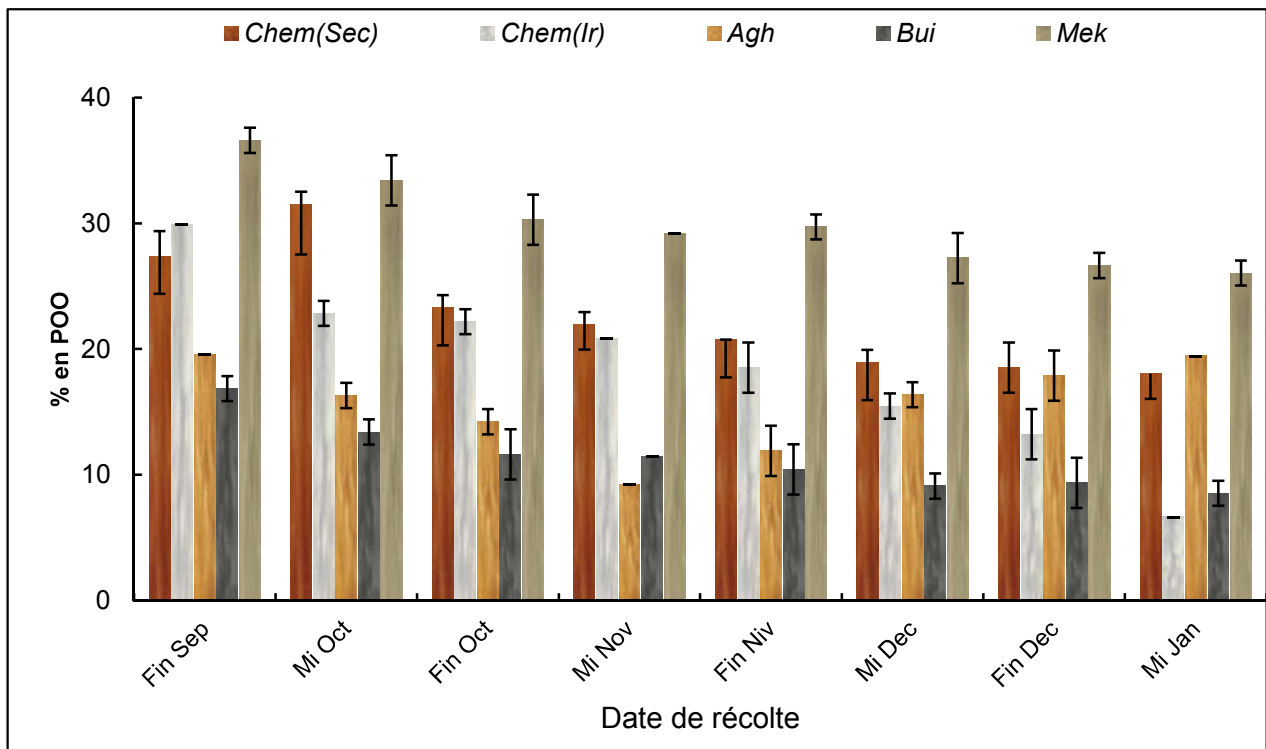


Figure 21. Variation des taux en triacylgycérol POO des échantillons d'huiles d'olive algériennes (Chemlal issu de culture pluviale (Chem Sec) et culture irriguée (Chem Ir), Aghenfas(Agh) , Buichret (Bui), Mekki(Mek) pendant la maturation du fruit.

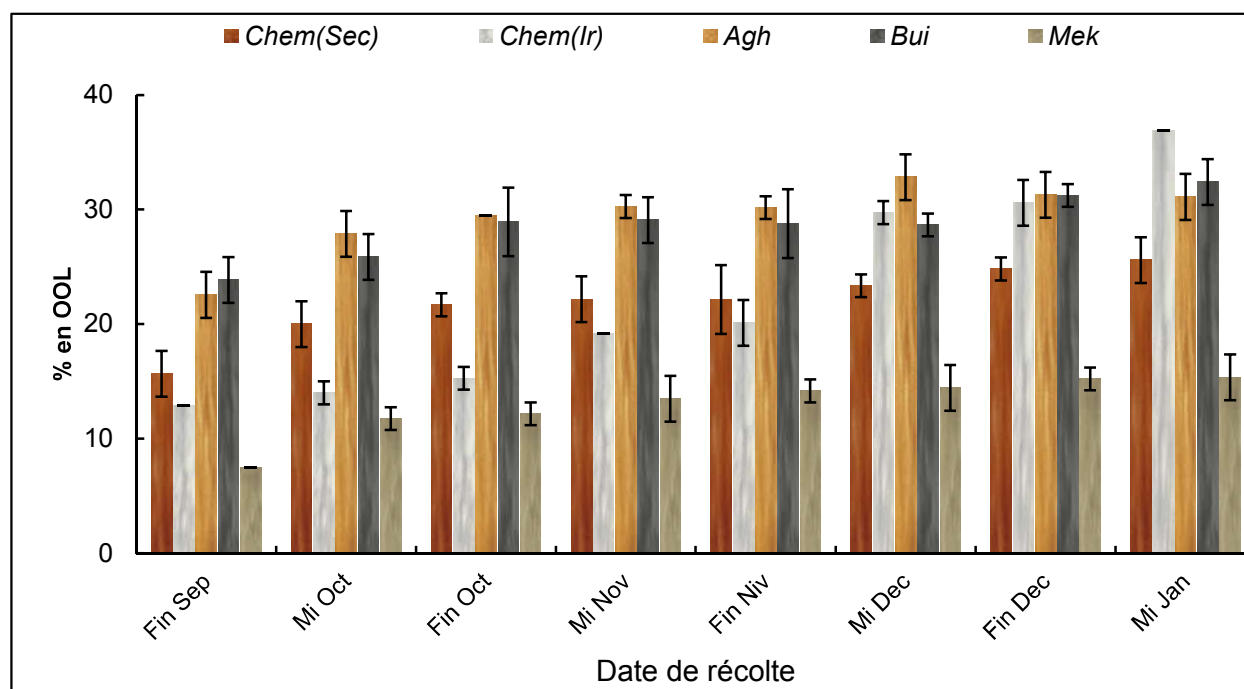


Figure 22. Variation des taux en triacylglycérol OOL des échantillons d'huiles d'olive algériennes (Chemlal issu de culture pluviale (Chem Sec) et culture irriguée (Chem Ir), Aghenfas(Agh), Buichret (Bui), Mekki(Mek) pendant la maturation du fruit.

### IV.3. Analyses multivariées de la composition acide

Une analyse discriminante multivariée des huiles analysées a été faite par l'Analyse Linéaire Discriminante (LDA) sur l'ensemble des données obtenues. Cette méthode permet de distinguer les groupes d'huiles d'olive, décrits par des valeurs de nombreuses variables, en fonction de la variété. Selon le tableau 7, les quatre premières fonctions principales expliquent 100% de la variance totale des échantillons des quatre variétés, et les paramètres liés à la classification (Wilk's lambda,  $X_2$ , df, Sig) sont représentés dans le tableau 8. La première fonction F1 qui explique 74.4% de la variabilité est dominée par les variables : C18:1, C16:0, OOO, POO ainsi que le triglycéride OOL (valeurs positives), et par C18:2 et OLL (valeurs négatives).

La deuxième fonction F2, qui représente 12.2% de la variabilité totale, traduit essentiellement l'opposition entre POL et C18:3 (valeur positive) et C16:1 (valeur négative).

La figure 23 représente la projection des différents échantillons sur les deux premiers axes (F1 et F2). En effet, nous observons une séparation bien distincte des quatre groupes à savoir, les huiles d'olive des variétés *Chemlal*, *Aghenfas*, *Buichret* et *Mekki* dont la classification correcte est estimée à 100%. Plusieurs études ont montré aussi la possibilité de la réalisation

d'une discrimination variétale en fonction des teneurs de la fraction acide à savoir les acides gras et les triglycérides (**Bajoub et al., 2015; Joana et al, 2010**).

Il est montré que la variété *Chemlal* possède des coordonnées factorielles négatives sur F1 et positives sur F2, et est caractérisée par des teneurs élevés en. C16:0, C16:1, C18:0, C18:1, POO, POL, PLL. Alors que *Aghenfas* possède des coordonnées factorielles positives sur les deux fonctions, et est caractérisée par des teneurs élevés en Cholesterol, Campestanol,  $\Delta$ 7-stigmastenol,  $\Delta$ 7-avenasterol, Clerosterol et l'alcool C25. Par contre la variété *Mekki* est caractérisé par des coordonnées factorielles négatives sur F1 et positives sur F2. Quant à la variété *Buichret*, elle possède des coordonnées factorielles négatives sur les deux axes F1 et F2 et montre des teneurs élevés en C22 et C27.

**Tableau 7. Les variances totales en % des quatre principales fonctions.**

Fonctions	% Variance	Total
F1	74.4	74.4
F2	12.2	86.6
F3	9.3	95.9
F4	4.1	100

**8. Les paramètres (Wilk's Lambda,  $X^2$ , df) des quatre principales fonctions.**

Test des fonctions	Wilk's Lambda	$X^2$	df	Sig
F1	0.013	441.90	26	0.000
F2	0.022	200.73	18	0.000
F3	0.043	83.20	10	0.000
F4	52	60.12	6	0.000

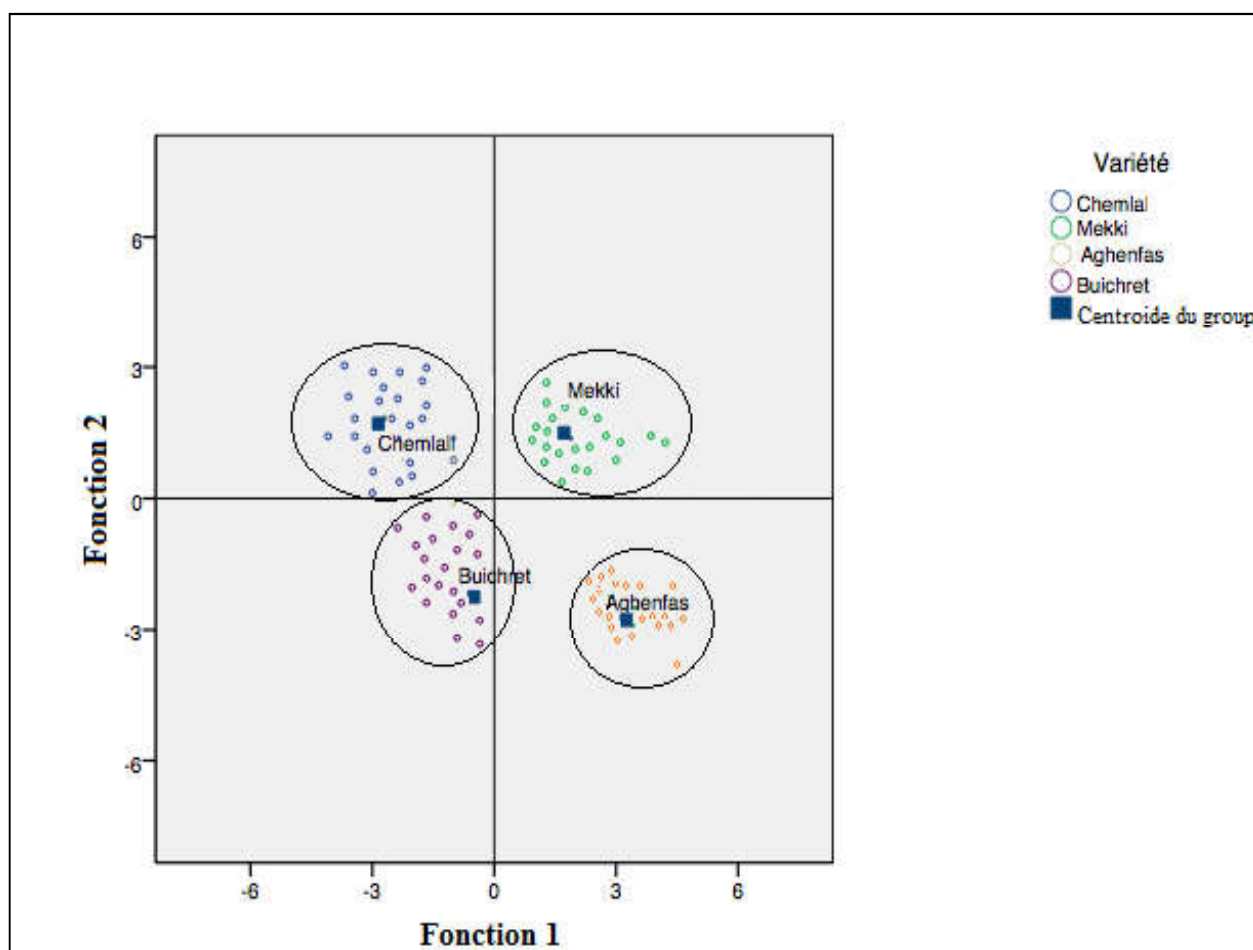


Figure 23. Représentation graphique de l'analyse fonctionnelle discriminante de la composition acide de quatre variétés algériennes (Aghenfas, Buichret, Chemlal et Mekki).

## V. Etude des composés mineurs de l'huile d'olive

La fraction insaponifiable de l'huile d'olive, appelée souvent fraction non glycéridique, bien qu'elle soit présente en très faible quantité, renferme un mélange extrêmement complexe de substances chimiques de nature différentes tels que les pigments, les composés phénoliques, les tocophérols, les stérols, les hydrocarbures, les alcools et les composés d'arômes.

Certains de ces composés sont dotés d'un pouvoir antioxydant et contribuent significativement à sa qualité et à sa bonne conservation au cours du stockage, d'autres sont responsables de la note organoleptique et leur présence dans l'huile d'olive lui confère des caractéristiques biologiques, thérapeutiques et nutritionnelles très appréciées.

### V.1. Etude de la fraction insaponifiable

Compte tenu de l'importance des différents composés chimiques présents dans la fraction insaponifiable de l'huile d'olive, celle-ci a été toujours considérée comme étant un critère d'authenticité pour l'huile d'olive.

Les taux en insaponifiables des échantillons de l'huile des variétés *Chemlal*, *Aghenfas*, *Mekki* et *Buichret*, au cours du processus de maturation des olives, sont représentés sous forme de valeurs moyennes  $\pm$  les écarts types, dans le tableau 9.

A l'examen de ces résultats, il apparaît que les huiles des quatre variétés sont moyennement riches en insaponifiable par comparaison avec la norme exigée par le Conseil Oléicole International (taux en insaponifiable: 1.5%) (COI, 2016).

Les huiles les plus riches en insaponifiable sont celles obtenues à des stades de maturité précoces qui correspondent à la période dont l'indice de maturité est inférieur à 3, ou les taux varient de 1.5 à 1.4%.

Par ailleurs, nous avons détecté une baisse très importante et significative du taux en insaponifiable pour atteindre des valeurs stables et moyennement faibles, oscillant entre 1.12 et 1.30 % en pleine maturité, respectivement dans les huiles des variétés *Aghenfas* et *Buichret*. La stabilité du taux en insaponifiable pourrait être un résultats d'une grande importance sur le plan pratique dans la mesure où il est possible de considérer celle-ci comme un indice permettant de déterminer la période adéquate de cueillette des olives (mois de novembre) et d'éviter par conséquent une récolte précoce ou tardive avec tout ce qu'elle peut engendrer comme conséquences sur les paramètres de la qualité de l'huile.

L'analyse d'ANOVA montre une différence significative ( $p < 0.05$ ) en matière de variété vis à vis la composition en insaponifiable, alors qu'il existe une différence hautement significative ( $p < 0.001$ ) en fonction de la maturité sur l'évolution de la même fraction étudiée.

Nous pouvons également remarquer que les huiles *Chemlal* obtenues en régime d'irrigation sont plus riches en insaponifiable que celles des huiles *Chemlal* obtenues en régime pluvial durant tout le processus de maturité.

L'analyse de la fraction insaponifiable par chromatographie sur couche mince de gel de silice nous a permis d'identifier cinq familles de substances chimiques élués dans l'ordre suivant: les stérols, les alcools aliphatiques et terpéniques, les tocophérols, les hydrocarbures et les pigments (Chlorophylle et carotène).

**Tableau9. Evolution de la concentration en insaponifiable des huiles d'olive de quatre variétés (Chemlal en sec et en irrigué, Aghenfes, Buichret, Mekki) au cours de la maturation.**

	Fin Sep	MiOct	Fin Oct	Mi Nov	Fin Nov	Mi Dec	Fin Dec	Mi Jan
<i>Chemlal (sec)</i>	1.46 ±0.00 d	1.45±0.01cd	1.45±0.03cd	1.42±0.00cd	1.35 ±0.02 c	1.34± 0.01 c	1.22± 0.01 b	1.13± 0.01 a
<i>Chemlal (irrigué)</i>	1.46 ±0.01 b	1.47± 0.02 b	1.45± 0.01 b	1.46 ±0.02 b	1.41± 0.00 b	1.38 ±0.01 a	1.36 ±0.02 a	1.34± 0.01 a
<i>Aghenfes</i>	1.50 ±0.01 c	1.42 ±0.02 c	1.46 ±0.01 c	1.40 ±0.03 c	1.32 ±0.02 b	1.21±0.03ab	1.19±0.02 ab	1.12± 0.02 a
<i>Mekki</i>	1.48 ± 0.03 c	1.43 ± 0.02 b	1.42 ± 0.03 b	1.42 ± 0.02 b	1.39 ± 0.01 b	1.31± 0.00ab	1.31±0.02 ab	1.28 ± 0.03 a
<i>Buichret</i>	1.40 ± 0.03 b	1.41± 0.02 b	1.43 ± 0.03 b	1.41 ± 0.04 b	1.34 ± 0.02 a	1.36 ± 0.02 a	1.32 ± 0.04 a	1.30 ± 0.02 a

### V.1.1. Etude de la fraction stérolique

Vu l'importance des deux fractions stérolique et alcoolique aussi bien sur le plan thérapeutique que sur celui de l'authenticité de l'huile d'olive, nous nous intéressons à examiner leur évolution autour du processus de maturation et en fonction de la variété.

La fraction stérolique de l'huile d'olive a été toujours considérée comme étant un moyen de caractérisation de l'huile d'olive vierge extra, elle est également utilisée pour détecter toute adultération avec les huiles de graines ou de grignon d'olive (Sánchez-Casas et al, 2004). Récemment, il a été constaté que le profil stérolique est en relation avec le caractère variétale de l'huile d'olive extraite (Ranalli et al, 2002).

La fraction stérolique des huiles d'olive provenant de plusieurs variétés étrangères a été amplement décrite. En effet, les travaux de recherche entrepris sur cette fraction, ont montré que plusieurs facteurs d'ordre agronomique et génétique tel que le sol, le climat, l'irrigation, la maturation, la variété et les process technologiques tels que le système et le processus d'extraction ainsi que leurs interactions peuvent affecter cette fraction (El Antari et al., 2000, Stefanoudaki et al., 2001, De la torre et al, 1985 , Gracia, 2001).

Aucune recherche n'a été menée sur l'évolution quantitative de la fraction stérolique des variétés d'olive algériennes en fonction de la maturité et le système d'irrigation. C'est la raison pour la quelle nous avons identifié et quantifié les différents composés stéroliques de cette fraction et étudié l'impact du stade de maturité ainsi que le système d'irrigation sur ces composés.

Comme nous l'avons déjà mentionné, l'analyse de cette fraction réalisée par chromatographie en phase gazeuse a été effectuée sur des échantillons d'huile d'olive des quatre

variétés. La figure 24 représente un chromatogramme type d'un échantillon d'huile d'olive de la variété *Chemlal*.

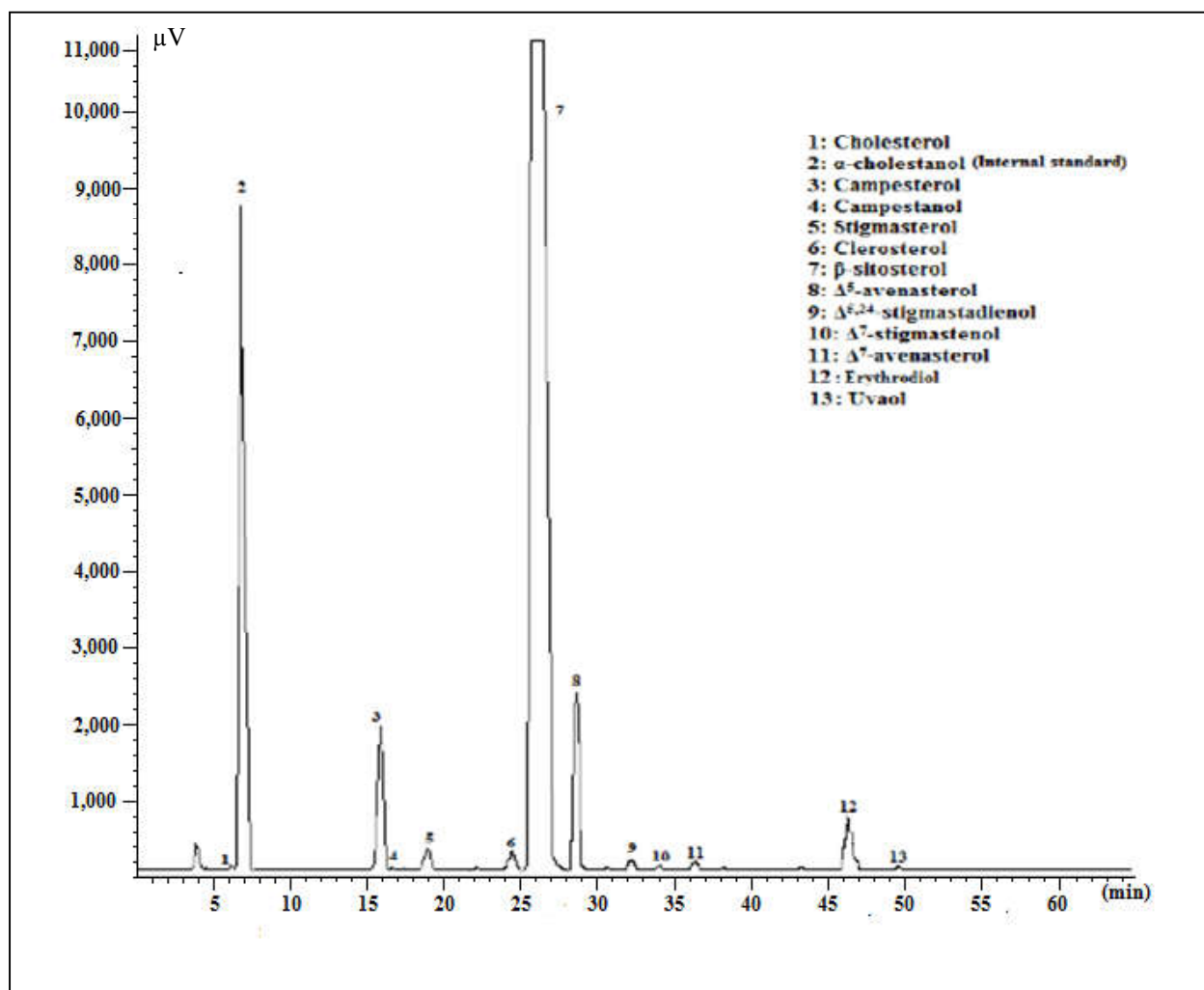


Figure 24: Un chromatogramme type des stérols et des alcools triterpéniques de l'un des échantillons d'huile d'olive de la variété *Chemlal*.

L'analyse qualitative du chromatogramme de la figure 24, fait apparaître 10 composés stéroliques en proportions différentes, identifiés par comparaison avec des stérols de référence analysés dans les mêmes conditions.

Ces composés sont élués dans l'ordre suivant: cholesterol, campesterol, campestanol, stigmasterol, clerosterol,  $\beta$ -sitosterol,  $\Delta^{5,24}$ -stigmastadienol,  $\Delta^7$ -stigmastenol,  $\Delta^7$ -avenasterol, et  $\Delta^5$ -avenasterol. Les valeurs moyennes et les écarts types résultant des données relatives aux composés stéroliques sont consignés dans le tableau 10.



Tableau 10. Evolution de la concentration en composés stéroliques (mg/Kg) des huiles d'olive de quatre variétés (Chemlal issu de culture pluviale (Chem Sec) et culture irriguée (Chem Ir), Aghenfus(Agh) , Buichret (Bui), Mekki(Mek) au cours de la maturation.

		Fin Sep	MiOct	Fin Oct	Mi Nov	Fin Nov	Mi Dec	Fin Dec	Mi Jan
Cholesterol	Chem(S)	4,77±0,29 b	3,94 ±0,20 a	5,30 ±0,22 b	3,46 ±0,46 a	4,94 ±0,41 b	3,84 ±0,25 a	3,76±0,30a	3,41±0,23 a
	Chem(R)	2,56 ± 0,12 b	2,63±0,32 b	1,58 ±0,28 a	1,70 ±0,18 a	2,97 ±0,38 bc	1,47 ±0,38 a	2,86±0,37b	2,23±0,01 b
	Agh	1,07 ±0,27 a	1,16 ±0,31 a	1,12 ±0,14 a	1,79 ±0,57 ab	1,30 ±0,33 a	2,12±0,38ab	2,17±0,22ab	2,46±0,05b
	Bui	1,17 ±0,36 a	2,05 ±0,34 ab	1,80 ±0,12 ab	2,61 ±0,33 b	3,03 ±0,30 b	3,40 ±0,24 b	3,11 ±0,25b	1,29 ±0,36 a
	Mek	3,92 ±0,55 c	5,05 ±0,15 cd	5,75 ±0,07 d	4,49 ±0,29 c	4,27 ±0,05 c	2,65 ±0,14 b	2,00 ±0,32a	3,18±0,51b
Campesterol	Chem(S)	61,74±5,21c	65,85±4,08c	51,93±3,41 b	48,25±2,30 b	54,82±2,56c	47,56±3,29 b	45,82±3,8b	39,25±4,0a
	Chem(R)	55,31±5,75ab	59,35±4,15ab	58,90±2,07 ab	50,19±4,72ab	56,66±3,18ab	52,04±3,20 ab	57,17± 4,52b	33,25±2,99 a
	Agh	80,76 ±6,56 e	72,67 ±2,88 d	55,23 ±2,06 b	65,10 ±3,19 c	51,54 ±3,66 b	43,37 ±2,50 a	51,78 ±3,52b	41,35±2,38 a
	Bui	32,77 ±2,39 a	46,79 ±2,44 b	34,75 ±3,70 a	35,98 ±3,71 ab	28,97 ±2,33 a	33,20 ±2,22 a	37,93 ±2,69ab	41,77 ±3,10ab
	Mek	56,21 ±4,12 b	45,23 ±4,34 ab	52,20 ±2,02 b	35,13 ±4,62 a	34,54 ±5,31 a	43,13 ±3,09 ab	37,80 ±1,49a	34,86 ±2,71 a
Campestanol	Chem(S)	0,64 ±0,20 a	0,67 ±0,13 a	1,42 ±0,31 b	2,93 ±0,33 c	3,71 ±0,26 d	2,88 ±0,17 c	3,54±0,22d	3,43±0,49 d
	Chem(R)	0,85 ±0,02 a	0,58 ±0,03 a	0,86 ±0,05b	2,90 ± 0,91 c	2,73 ±0,18c	1,62 ±0,16 b	2,55 ± 0,10c	3,11±0,37c
	Agh	1,76 ±0,28 a	1,60 ±0,10 a	1,47 ±0,18 a	2,15 ±0,25 ab	1,50 ±0,29 a	1,87 ±0,30 a	2,82±0,14b	3,40 ±0,41 c
	Bui	0,46 ±0,16 a	0,66 ±0,33 a	0,73 ±0,16 a	0,54 ±0,12 a	1,51 ±0,34 b	2,49 ±0,34 c	2,49±0,15 c	2,74 ±0,39 c
	Mek	0,77 ±0,39 a	0,75 ±0,20 a	0,85 ±0,12 a	1,82 ±0,14 b	1,28 ±0,02 ab	2,60 ±0,41 bc	2,19±0,23b	2,96 ±0,43 c
Stigmasterol	Chem(S)	18,08 ±1,26 ab	17,76 ±2,34 ab	14,63±1,45 a	16,51±1,06 ab	17,41±2,24ab	11,58±2,09 a	12,93±1,33a	21,21±2,7b
	Chem(R)	10,10± 1,26.a	12,72 ±2,11a	9,90± 1,27a	14,09± 2,79 a	12,15± 0,77 a	15,40 ±1,54 a	11,63 ±1,61a	9,62±2,38a
	Agh	9,21 ±1,57 a	10,92 ±0,92 a	12,15 ±1,39 ab	9,70 ±1,03 a	13,19 ±1,21 ab	16,07 ±0,89 b	13,83±1,52ab	10,48±2,02 a
	Bui	14,28 ±1,58 b	13,96 ±2,54 b	12,80 ±3,40 b	9,14 ±1,24 ab	8,34 ±1,83 a	5,53 ±0,89 a	7,01 ±1,28 a	8,03 ±1,65 a
	Mek	7,72 ±1,27 a	7,24 ±2,25 a	12,90 ±1,74 b	6,87 ±1,12 a	12,62 ±3,10 b	12,52 ±1,40 b	17,20 ±1,68 c	18,15 ±3,03 c
Clerosterol	Chem(S)	16,56 ±0,80 ab	15,75 ±0,55 ab	16,13 ±0,60 ab	17,23 ±0,65 ab	20,02 ±2,18 c	18,66 ±1,21 bc	12,69 ±1,41 a	14,07±0,1a
	Chem(R)	10,88 ±1,57 a	11,84±0,75 a	11,31 ±0,20 a	10,20 ±0,36 a	10,59 ±0,44 a	11,13 ±0,60 a	10,83 ±1,10 a	11,52±0,61a
	Agh	16,20 ±0,87 b	19,90 ±0,56 bc	18,21 ±0,54 b	19,39 ±1,20 bc	19,98 ±2,75 c	13,20 ±1,63 a	17,18 ±0,17 b	16,53 ±1,38 b
	Bui	17,93 ±1,57 b	18,62 ±2,17 b	16,10 ±1,93 b	17,82 ±1,30 b	11,83 ±0,80 ab	10,48 ±0,64 ab	7,34 ±1,92 a	9,17 ±1,18 a
	Mek	15,72 ±0,63 ab	18,09 ±2,09 ab	18,46 ±1,21 ab	11,87 ±1,69 a	18,69 ±2,09 b	12,18 ±1,02 a	14,22 ±2,04 a	13,12 ±1,27 a
β-sitosterol	Chem(S)	1976,15±21,69d	1849,77±49,07c	1722,72±35,33bc	1667,03±52,61ab	1584,75±40,02ab	1558,36±80,83a	1468,38±45,85a	1558,05±59,71a
	Chem(R)	1953,83±47,55 d	1808,15±60,88c	1718,51±75,62bc	1662,03±65,00ab	1547,45±40,02ab	1516,374±76,44a	1474,26±50,50a	1550,80±42,39a
	Agh	2123,65±10,92d	1951,43±50,50c	1812,00±42,57b	1758,41±38,06b	1631,81±55,66a	1556,23±55,97a	1630,96±26,35a	1607,98±44,29a
	Bui	1398,91±23,73e	1462,62±17,30f	1265,37±12,72d	1128,16±27,24c	1033,20±24,74b	1004,76±8,42b	966,70±14,13a	1051,38±15,07bc
	Mek	1738,03±15,60d	1650,59±30,10c	1612,17±12,30 c	1544,03±44,51b	1411,90±41,68a	1420,86±18,60a	1425,54±35,10a	1362,06±45,45a

$\Delta^{5,24}$ -stigmastadienol	<i>Chem(S)</i>	10,27 ±1,14 a	17,79 ±0,51 c	15,59 ±2,22 bc	9,61 ±0,77 a	13,36 ±0,62 b	15,64 ±1,47 bc	9,14 ±0,93 a	13,49 ±1,28 b
	<i>Chem(R)</i>	8,88 ±0,23 ab	11,94 ±0,07 c	7,93 ±1,18bc	6,03 ±0,05 a	6,83 ±0,40 b	10,44 ±0,05 bc	6,30 ±0,11a	9,92±0,18 bc
	<i>Agh</i>	4,53 ±0,72 a	13,21 ±1,41 c	16,53 ±1,15 d	16,80 ±1,58 d	12,05 ±1,55 c	9,44 ±1,48 b	19,41 ±0,79 e	16,81 ±0,31 d
	<i>Bui</i>	13,61 ±1,80 c	11,30 ±1,07 ab	8,03 ±0,56 a	12,81 ±0,98 bc	9,42 ±0,60 ab	8,73 ±0,99 a	6,85 ±0,98 a	9,99 ±1,43 ab
	<i>Mek</i>	9,73 ±0,77 a	16,75 ±0,93 b	14,73 ±1,22 b	15,09 ±0,16 b	11,26 ±1,64 ab	8,52 ±1,16 a	18,00 ±2,52 c	16,97 ±1,14 b
$\Delta^7$ -stigmastenol	<i>Chem(S)</i>	2,67 ±0,28 a	3,06±0,47ab	2,19 ±0,37 a	4,11 ±0,24 b	3,12±0,14 ab	4,58 ±0,40 b	4,07±0,23 b	5,05±0,19 b
	<i>Chem(R)</i>	3,41 ±0,16 ab	4,25±0,09b	3,33 ±0,10 b	5,25 ±0,04 c	2,77±0,19 a	3,92 ±0,19 b	3,29±0,183 ab	4,65±0,19 b
	<i>Agh</i>	4,68 ±0,76 bc	4,44 ±0,26 b	4,44 ±0,34 b	2,14 ±0,39 a	5,98 ±0,10 c	3,81 ±0,32 b	4,74 ±0,84 bc	2,16 ±0,34 a
	<i>Bui</i>	5,87 ±0,42 c	3,71 ±0,28 a	4,28 ±0,28 a	3,98 ±0,18 a	4,85 ±0,32 ab	5,52 ±0,30 bc	4,55 ±0,47 ab	3,82 ±0,77 a
	<i>Mek</i>	5,15 ±0,92 a	7,07 ±0,17 b	7,00 ±0,33 ab	6,83 ±0,53 ab	5,00 ±0,37 a	7,00 ±0,94 ab	6,09 ±0,69 ab	4,24 ±0,30 a
$\Delta^7$ -Avenasterol	<i>Chem(S)</i>	6,21 ±0,45 a	8,61 ±0,78 b	5,04 ±0,71 a	7,05 ±0,33 ab	6,69 ±1,26 ab	5,74 ±0,51 a	6,43 ±0,47 ab	8,50 ±1,20 b
	<i>Chem(R)</i>	6,03 ±0,33 a	8,70 ±0,12 b	4,83 ±0,06 a	6,66 ±0,30ab	6,32 ±0,96 ab	4,48 ±0,09 a	6,80 ±0,11 ab	7,58 ±0,51 b
	<i>Agh</i>	15,22 ±2,88 b	11,37 ±0,69 ab	7,25 ±1,03 a	8,82 ±0,27 a	11,62 ±0,52 ab	9,57 ±0,76 a	8,48 ±1,49 a	12,31 ±1,38 ab
	<i>Bui</i>	7,46 ±0,07 b	6,98 ±0,89 ab	5,43 ±1,28 a	4,95 ±0,11 a	5,87 ±0,37 ab	4,49 ±0,31 a	4,51 ±0,77 a	5,04 ±0,49 a
	<i>Mek</i>	7,86 ±1,33 b	11,93 ±0,37 bc	9,38 ±0,58 b	8,37 ±0,99 b	14,28 ±1,97 c	5,14 ±0,54 a	7,63 ±1,37 b	10,92 ±0,98 bc
$\Delta^5$ -avenasterol	<i>Chem(S)</i>	73,02±4,62b	56,14±5,37a	109,23±8,85c	184,35±12,13e	245,97±14,04g	221,49±2,76f	178,03 ±8,93e	139,23±10,80d
	<i>Chem(R)</i>	75,34± 5,19b	50,06±5,06a	112,56±9,41c	191,25±10,07e	258,34±9,52g	233,90± 13,75f	199,63 ±9,99e	144,02±9,82d
	<i>Agh</i>	47,53 ±6,73 a	101,47±11,17b	189,24±3,52c	268,53±7,21e	315,03±13,91f	226,63±10,98d	223,52 ±3,24d	258,56±7,86e
	<i>Bui</i>	52,71 ±2,70 a	96,85±4,14b	113,21±9,83c	161,01±3,21e	162,81±7,45ef	169,03±8,56ef	146,83±2,70d	173,99±9,55f
	<i>Mek</i>	88,05 ±3,41 a	133,89±4,40b	251,17±8,70c	318,04±4,43f	321,20±12,08f	343,60±6,77g	297,70±5,27e	281,30±9,81d
Sterois Totaux	<i>Chem(S)</i>	2170,21±34,60c	2039,41±47,02bc	1944,26±25,84ab	1960,60±37,79ab	1954,85±32,03ab	1890,40±75,60ab	1744,86±61,94a	1805,76±69,93a
	<i>Chem(R)</i>	2127,19±20,11c	1970,22±30,75 bc	1929,71±20,28ab	1950,30±18,99ab	1906,81±48,77ab	1850,77± 38,42ab	1775,32± 51,03a	1776,97±50,82a
	<i>Agh</i>	2304,64±13,19d	2188,20±35,04cd	2117,76±38,75c	2152,88±38,04cd	2064,05±35,30c	1882,33±71,68a	1974,93±20,19b	1972,06±46,73b
	<i>Bui</i>	1545,29±29,29f	1663,93±14,00g	1462,73±29,75e	1377,12±31,40d	1269,91±29,94b	1247,71±17,20b	1187, 39±15,60a	1307,29±27,69bc
	<i>Mek</i>	1933,23±18,54bc	1896,68±30,34bc	1984,69±24,06c	1952,62±41,60bc	1835,13±29,01b	1858,30±29,69b	1828,45±43,02a	1747,85±74,72b
Erythrodiol + Uvaol	<i>Chem(S)</i>	31,01±2,63b	20,71±1,17a	20,98±2,31 a	19,78±1,16 a	18,24±2,01 a	20,72±1,66 a	18,78±0,86a	18,44±1,14 a
	<i>Chem(R)</i>	35,01±4,36b	26,94±2,15a	12,77±1,29 a	11,73±1,33 a	10,10±1,15 a	11,29±1,42 a	11,94±1,07a	10,30±0,63 a
	<i>Agh</i>	57,91 ±1,10 d	53,61 ±3,25 c	52,26 ±4,22 c	31,90 ±2,54 b	34,40 ±1,52 bc	29,42 ±2,51 b	30,14 ±1,43 b	18,27±0,67 a
	<i>Bui</i>	29,08 ±1,83 d	30,93 ±1,86 c	33,22 ±2,32 c	32,24 ±1,72 b	38,52 ±2,58 bc	31,14 ±1,39 b	24,71 ±2,10 b	22,08 ±1,17 a
	<i>Mek</i>	32,33 ±2,46 b	32,66 ±1,46 b	45,95 ±3,41 d	42,72 ±2,50 cd	41,47 ±2,51 c	37,95 ±1,95 c	33,79 ±1,82 b	23,05 ±2,81 a

### **A. Les stérols totaux**

L'examen de la figure 25 permet de noter, qu'indépendamment du stade de maturité, toutes les variétés sont très riches en stérols totaux avec des teneurs nettement supérieures à 1000mg/Kg d'huile, valeur minimale exigée par le règlement de l'Union Européenne et également par la norme du Conseil Oléicole International (**COI, 2016**) (Figure 25). En fait, les teneurs moyennes en ces composés oscillent entre 1187 mg/kg et 2304 mg/kg dans l'ensemble des variétés.

Les teneurs en stérols totaux dans les huiles algériennes étudiées semblent être similaires aux huiles d'autres variétés méditerranéennes, tel que *Chemlali* et *Chetoui* de la Tunisie avec une contenance entre 1522 mg/Kg et 2580 mg/Kg, respectivement (**Lazzez et al., 2008; Ben Temime et al. 2008**) et les huiles d'olive italiennes dont les teneurs varient entre 979 et 1830 mg/kg (**Giacalone et al. 2015**).

Une comparaison quantitative de la fraction stérolique des huiles des quatre variétés nous permet de remarquer que celle-ci dépend aussi bien de la variété que du degré de maturité des olives, et que la variation en fonction de chacun de ces deux paramètres a une influence hautement significative sur les teneurs en stérols totaux ( $p < 0.0001$ ).

Généralement, les teneurs en stérols totaux diminuent progressivement avec l'avancement de la maturité. En comparant le premier stade de maturité avec le dernier, les concentrations chutent avec des taux allant de 9.59 % (*Mekki*) à 16.80 % (*Chemlal*).

Pour *Chemlal*, les teneurs en stérols totaux diminuent de 2170 mg/Kg à 1744 mg/Kg entre septembre et janvier, alors que, pour la variété *Mekki*, les concentrations baissent de 1933 à 1747 mg/Kg durant la même période. Les huiles d'olive de la variété *Aghenfas* présentent les quantités les plus élevées en ces composés comparativement avec le reste des variétés étudiées, celles-ci excèdent 2000 mg/Kg jusqu'au la fin du mois de novembre. La teneur la plus élevée est enregistrée en mois de septembre (2304 mg/Kg), alors que la plus faible est celle du mois de novembre (972 mg/Kg). Les concentrations les plus faibles sont observées au niveau des huiles de la variété *Buichret* (entre 1545 et 1187 mg/Kg).

La diminution de la teneur en stérols totaux au cours du processus de maturation peut être interprétée par le fait que la synthèse des composés stéroliques s'effectue pendant les premiers stades de maturité, toutefois avec l'avancement de la maturité et parallèlement à la formation de la matière grasse dans les fruits, la concentration des stérols totaux diminue de plus en plus en se convertissant à d'autres formes de stérols (**Gutierrez et al., 1999, Mariani et al. 1991**).

Ces résultats sont en parfait accord avec d'autres études où il a été signalé que les huiles du début de la véraison sont plus riches en stérols totaux que celles obtenues à la fin de ce cycle (Gracia, 2001, Grati-Kammoun, 2007).

Les huiles *Chemlal* conduites dans le système pluvial sont généralement plus riches en stérols totaux que celles issues du système d'irrigation, à l'exception de l'avant dernier échantillon.

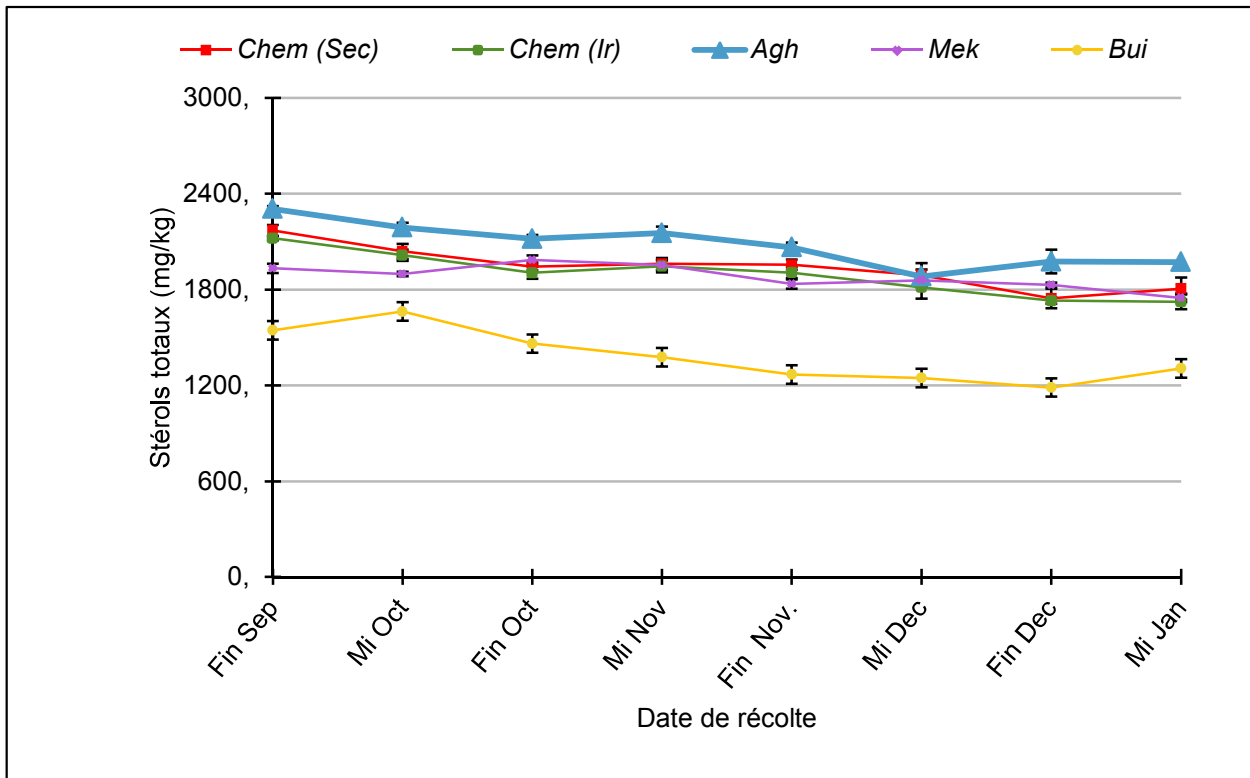


Figure 25. Evolution de la concentration en stérols totaux (mg/kg) des huiles d'olive de quatre variétés (Chemlal issu de culture pluviale (Chem Sec) et culture irriguée (Chem Ir), Aghenfus (Agh), Buichret (Bui), Mekki (Mek) au cours de la maturation.

### B. Le $\beta$ -sitostérol

Le  $\beta$ -sitostérol est le composé stérolique le plus abondant dans l'huile d'olive, sa teneur dépasse 75% de toute la fraction stérolique dans tous les échantillons. Ce résultat est similaire à celui trouvé par Lukic et al. (2013). Globalement, les concentrations en ce composé varient de 966.7 mg/Kg à 2123.6 mg/Kg.

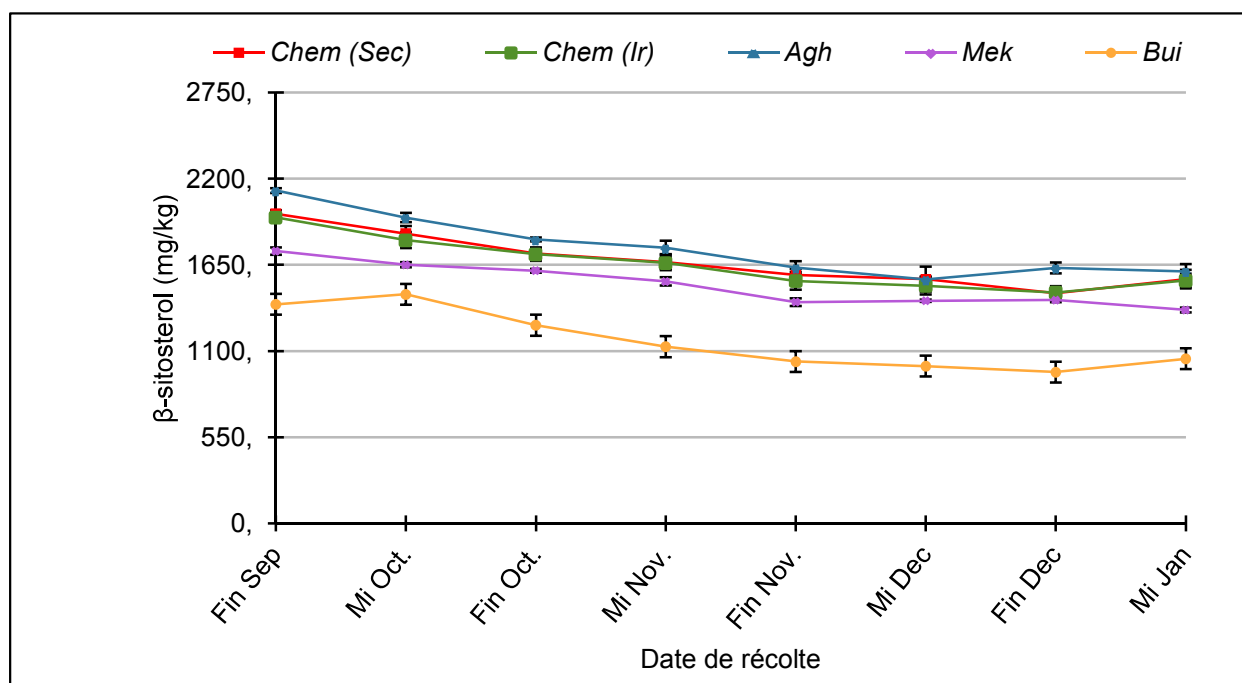
De la figure 26, il apparaît clairement que la variation de la teneur en ce composé au cours de la maturation suit pratiquement l'évolution des stérols totaux. Ce résultat est en accord

avec nos prévisions puisque le  $\beta$ -sitostérol est le stérol majeur de l'huile d'olive et que l'ampleur de sa variation se répercute d'une manière importante sur celle de la teneur en stérols totaux.

En effet, l'analyse de la variance, montre une variation hautement significative ( $P < 0.0001$ ) de la teneur en  $\beta$ -Sitostérol en fonction de la variété et de la maturité. Cette variation est plus prononcée pour les huiles de la variété *Aghenfas*. Sa teneur passe d'un maximum de l'ordre de 2123.6 mg/Kg au début de la maturité à un minimum de 1556.2 mg/Kg, suit un maintien jusqu'à la fin de la maturité du fruit. Le même comportement de diminution est noté pour les autres variétés à savoir: *Chemlal* (de 1976.1 mg/Kg à 1468.3 mg/Kg), *Mekki* (de 1738.0 mg/Kg à 1362.0 mg/Kg) et *Buichret* (de 1462.2 mg/Kg à 996.7 mg/Kg).

L'ensemble de nos résultats concordent avec ceux obtenus par **Koutsafaskis et al., 2000** et **Vekiari et al. (2010)** qui ont montré aussi une diminution régulière de la teneur en  $\beta$ -sitostérol avec l'avancement de la maturité.

L'évolution de la teneur en  $\beta$ -sitostérol au cours de la maturité est similaire entre les huiles des deux systèmes d'irrigation. Cette évolution de concentration, n'est pas significative entre les huiles de *Chemlal* des deux systèmes d'irrigation. Les mêmes résultats ont été obtenus par (**Koutsafakis et al., 2000**) dans les huiles espagnoles en provenance de Khania et de Messara.



**Figure 26.** Evolution de la concentration en  $\beta$ -sitostérol (mg/kg) des huiles d'olive de quatre variétés (*Chemlal* issu de culture pluviale (*Chem Sec*) et culture irriguée (*Chem Ir*), *Aghenfas*(*Agh*), *Buichret* (*Bui*), *Mekki*(*Mek*) au cours de la maturation.

**C. Le  $\Delta^5$ -Avénastérol**

Le  $\Delta^5$ -avénastérol est un composant typique de la pulpe des fruits d'olive (**Christopoulou et al. 1996**). La maintenance de la bonne qualité de l'huile d'olive à des températures élevées dépend largement de la contenance en ce composé en raison de leur propriété anti-oxydante (**Rossel 2001**).

Il est connu comme étant le deuxième composé stérolique le plus abondant dans l'huile d'olive. Sa teneur peut atteindre un maximum de 343.6 mg/Kg représentant 18.49 % (*Mekki*) de toute la fraction stérolique au cours de la maturation des olives (Figure 27).

L'analyse statistique, a révélé une élévation hautement significative ( $P < 0.0001$ ) de la teneur en  $\Delta^5$ -avénastérol avec le processus de maturation. Nous avons enregistré une augmentation progressive de la teneur en ce composé pour atteindre leur maximum en mois de janvier pour la variété *Buichret* (174 mg/Kg), à la fin du mois de novembre pour les variétés *Chemlal* et *Aghenfas* (246mg/kg et 315 mg/Kg, respectivement), et au début du mois de décembre pour la variété *Mekki* (344 mg/Kg). A l'exception de *Buichret*, toutes les autres variétés ont connu après l'augmentation des concentrations ainsi décrite, une diminution régulière jusqu'au la fin de leur maturité.

Cette augmentation dans les conteneances en  $\Delta^5$ -avenasterol avec l'avancement de la maturité a été également trouvée dans l'étude de **Lazzez et al. (2008)**. Ce résultat peut être expliqué par la réduction du poids du fruit d'olive avec la maturité ce qui fait augmenter la proportion de l'huile extraite à partir du noyau d'olive riche en  $\beta$ -sitosterol et pauvre en  $\Delta^5$ -avenasterol (**Aparicio et Luna, 2002**).

La différence en  $\Delta^5$ -avénastérol dans les huiles des différentes variétés ne se manifeste d'une manière sensible qu'en fin de maturité.

Une corrélation négative est noté entre le  $\beta$ -sitosterol et le  $\Delta^5$ -avenasterol dans toutes les huiles étudiées:  $r = -0.78$  (*Chemlal*),  $r = -0.87$  (*Aghenfas*, *Buichret*) et  $r = -0.84$  (*Mekki*). Cette corrélation négative a été rapportée pour des variétés et elle a été attribuée à la présence d'une activité enzymatique desaturase qui fait transformer le  $\beta$ -sitosterol en  $\Delta^5$ -avenasterol (**Gutiérrez et al. 1999**). Par conséquence, *Aghenfas* montre les valeurs les plus élevés en  $\beta$ -sitosterol (92.15%) et les valeurs les plus faibles en  $\Delta^5$ -avenasterol (2.06%). Contrairement, *Mekki* présente les pourcentages les plus faibles en  $\beta$ -sitosterol (76.46%) et les plus élevés en  $\Delta^5$ -avenasterol (18.49%). *Buichret* et *Chemlal* présentent des teneurs élevés en  $\beta$ -sitosterol (90.53–91.06%) et des teneurs faibles en  $\Delta^5$ -avenasterol (3.41–3.36%) (les résultats en pourcentages ne sont pas montrés). Ces résultats sont en accord avec d'autres travaux qui ont montré que  $\beta$ -

sitosterol a une valeur minimale alors que  $\Delta^5$ -avenasterol présente une valeur maximale quand les olives sont récoltées durant leur période optimale (Koutsaftakis et al., 1999).

Les huiles de la variété *Chemlal* issues du système pluvial et irrigué ont des courbes d'évolution en  $\Delta^5$ -avénastérol similaires. Il n'existe pas une différence significative entre les teneurs en ce composé dans les huiles des deux systèmes.

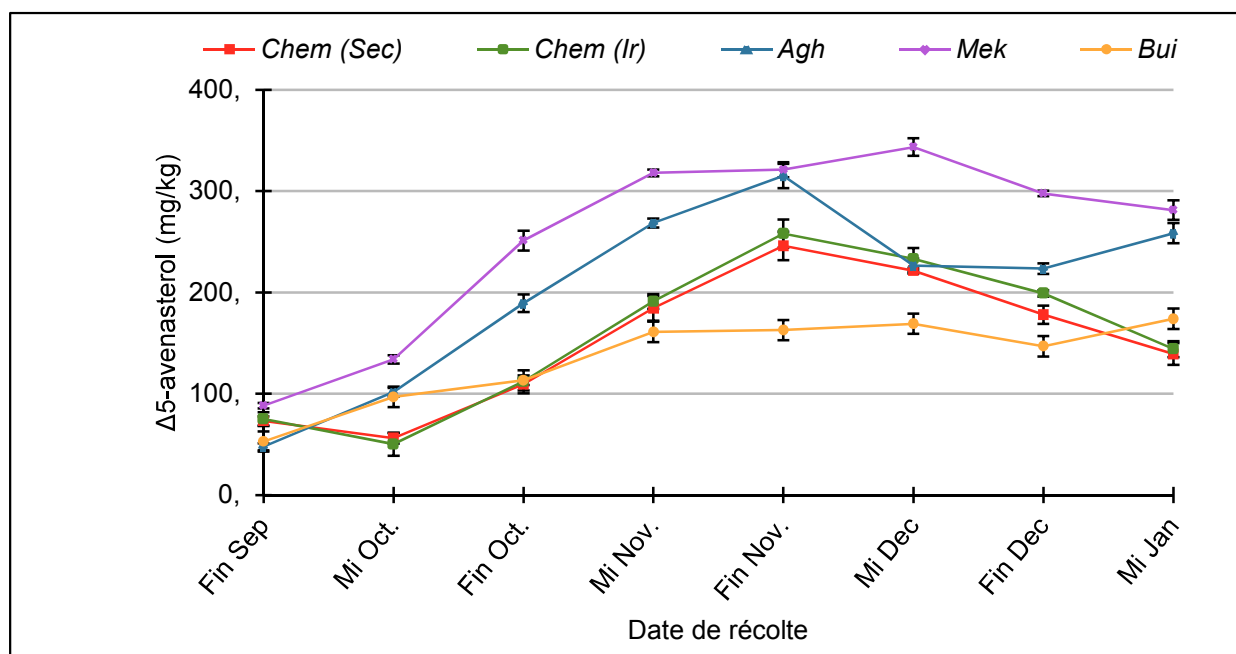


Figure 27. Evolution de la concentration en  $\Delta^5$ -avenasterol (mg/kg) des huiles d'olive de quatre variétés (Chemlal issu de culture pluviale (Chem sec) et culture irriguée (Chem Ir), Aghenfas (Agh), Buichret (Bui), Mekki (Mek) au cours de la maturation.

#### D. Le campesterol

Le troisième composé stérolique ayant une importance quantitative après le  $\beta$ -sitostérol et le  $\Delta^5$ -avénastérol est le campesterol. Dans la totalité des échantillons d'huile des quatre variétés, sa teneur n'a jamais dépassé 81mg/Kg ce qui représente 3.7% de toute la fraction stérolique. Toutes les huiles des variétés étudiées sont conformes à la norme (<4%) (COI, 2016), contrairement à plusieurs variétés étrangères telle que la variété *Corniche* et la variété de *Cornicabra* (Sánchez-Casas et al., 2004, Rivera et al., 2004).

Par ailleurs nos résultats permettent de souligner une nette diminution de la teneur en campesterol au cours du processus de maturation, passant de 80.76 à 41.35 mg/Kg, de 65.85 à 39.25 mg/Kg, et de 56.21 à 34.54 mg/Kg respectivement dans les huiles des variétés *Aghenfas*, *Chemlal* et *Mekki*. Lukic' et al (2013) a aussi noté la diminution des teneurs de campesterol durant la maturation dans les variétés autochtones de la Croatie. Par contre, le même stérol a une tendance d'augmentation au niveau de la variété *Buichret* au cours de la maturité.

Les teneurs en campesterol semblent être stables jusqu'au mois de décembre, ensuite les teneurs baissent d'une manière accentuée et significatif en mois de janvier.

### **E. Les composés mineurs**

Concernant le contenu en stigmastérol, l'ensemble de nos huiles présentent de faibles quantités, qui sont inférieures au campésterol, par conséquence elles sont conformes à la norme **COI (2016)**. Il a été démontré par ailleurs qu'il existe une corrélation entre le taux en stigmastérol et les paramètres de qualité de l'huile d'olive et que les huiles ayant une forte teneur en stigmastérol sont corrélées avec une acidité élevée et une basse qualité organoleptique (**Gracia, 2001, Gutiérrez, et al., 1999**). Il existe une différence hautement significative entre les variétés étudiées ( $P < 0.0001$ ). La variété *Chemlal* présente la teneur la plus élevée en ce stérol (21.21 mg/kg), alors que, *Buichret* contient la concentration la plus faible (5.53 mg/kg). Durant le processus de maturation, les teneurs en stigmastérol semblent être stables, sauf pour le dernier et le sixième échantillon d'huile, respectivement au niveau de la variété *Chemlal* et *Aghenfas*, qui contiennent des teneurs élevées. Par contre, on observe des valeurs constantes de la concentration en stigmastérol dans la variété *Buichret* jusqu'au le début du mois de novembre, suit une diminution des teneurs de ce composé.

Idem pour la variété *Chemlal* conduite en système irrigué, les concentrations sont stables depuis le début jusqu'au la fin de maturité, les concentrations sont nettement inférieures par rapport aux huiles issus du système pluvial. L'ANOVA a montré une différence significative dans les teneurs en stigmastérol en fonction du système d'irrigation.

Alors, on enregistre une différence très significative dans les teneurs en cleroesterol en fonction de la variété et de la maturité ( $P < 0.001$ ). On note des quantités modérées variant entre 7.34 et 20.02 mg/Kg dans l'ensemble des variétés. Les teneurs trouvés dans nos variétés sont plus élevées comparativement à ceux trouvés par **Lazzez et al. (2008)**, dans les huiles d'olive de la variété *Chemlali*.

Cependant, les concentrations en cleroesterol au niveau des huiles de la variété *Chemlal* conduite en irrigation sont constantes et faibles par rapport aux huiles issues du système pluvial. Ce résultats est en accord avec celui trouvé par **Lazzez et al. (2008)** dans la variété tunisienne *Chemlali*. Les teneurs des autres composés stéroliques identifiés dans l'huile d'olive tels que: le cholesterol, le  $\Delta^{5, 24}$ -stigmastadiénol, le  $\Delta^7$ -stigmastérol et le  $\Delta^7$ -avénastérol sont tellement faibles qu'il est difficile de préciser leur évolution en fonction de la maturation ou du régime hydrique. Nous avons également remarqué que tous les échantillons d'huile présentent des teneurs très faibles en cholesterol et en campesterol, qui sont nettement inférieures à 0.5% (**COI**,



**2016**). On note aussi l'absence totale du brassicastérols et du  $\Delta^{5,23}$ -stigmastadiénol généralement présent dans les huiles de graine.

La grande variabilité observée au niveau de la composition quantitative de cette fraction permet de souligner:

- L'importance de la variété et son incidence sur les paramètres de qualité de l'huile qui sont indispensables à la commercialisation de ce produit.
- L'importance de la composition qualitative de la fraction stérolique non seulement sur le plan de la détection de la fraude de l'huile d'olive par les huiles de graines mais également parce que certains de ces composés peuvent être considérés comme indices permettant de déterminer l'origine variétale de l'huile d'olive.
- La diminution de la teneur en stérols totaux au cours du processus de maturité jusqu'à des valeurs moyennement faibles en fin de maturité, exige la nécessité de procéder à des récoltes non tardives, afin d'éviter le nivellement à la baisse des valeurs proches des limites inférieures du règlement communautaire et montre aussi l'importance de la fraction stérolique dans la détermination de la période optimale de récolte des olives.
- En général, le paramètre d'irrigation n'est pas un facteur déterminant dans la composition quantitative de la fraction stérolique de l'huile d'olive.

### **V.1.2. Etude de la fraction des alcools triterpéniques**

Les huiles des variétés étudiées sont conformes à la norme établie par le COI en **2016** (<4.5%). On peut noter une différence très significative entre les variétés vis à vis l'évolution de cet alcool ( $P < 0.001$ ), Ce qui est en accord avec les résultats d'autres études (**Sánchez-Casas et al. 2004; Manai-Djebali et al. 2012**). La variété *Aghenfas* présente les concentrations les plus élevées avec un maximum estimé de 58 mg/Kg, spécialement durant les stades de maturation précoce. Alors que les valeurs les plus faibles sont enregistrés chez la variété *Chemlal*. Les variétés *Buichret* et *Mekki* présentent des teneurs similaires durant la majorité des stades de maturité variant entre 22.08 mg/Kg et 42.72 mg/Kg

En ce qui concerne l'évolution d'erythrodiol et d'uvaol au cours du processus de maturité, on note une tendance à la baisse lorsque l'indice de maturité augmente. Ces résultats concordent avec les résultats de **Yorulmaz et al. (2013)** et s'opposent aux résultats obtenus par **Sánchez Casas et al. (2004)** dans leur étude sur les huiles d'olive espagnoles. L'évolution des teneurs en alcools terpénique totaux au cours de la maturité et en fonction de la variété est représentée dans le tableau 10. Ce résultat nous a permis de déceler que le stade de maturité est le responsable

essentiel de la variabilité de cette famille de composés allant d'un maximum en mois de septembre à une valeur minimale en mois de janvier pour l'ensemble des variétés étudiées.

Par ailleurs, l'effet du système d'irrigation ne s'est manifesté d'une manière nette qu'à un stade de maturité précoce, entre septembre et octobre, période au cours de laquelle, les teneurs en alcools triterpeniques totaux baissent fortement (de 35.01 mg/Kg à 16.94 mg /Kg), puis présentent une teneur constante au cours du reste de processus de maturité.

### **V.1.3. Etude de la fraction des alcools aliphatiques**

L'analyse par chromatographie de la fraction alcoolique a permis de mettre en évidence la présence de sept (7) alcools aliphatiques à nombre pair de carbone à savoir, le docosanol (C22), le tetracosanol (C24), l'hexacosanol (C26), l'octacosanol (C28) et des alcools aliphatiques à de nombre de carbone impair tels que le tricosanol (C23), le pentacosanol (C25) et l'heptacosanol (C27). La figure 28 représente un chromatogramme type de l'un des échantillons d'huile d'olive de la variété *Chemlal* en régime pluvial. Les alcools: C22, C24, C26 et C28 sont les alcools aliphatiques majeurs trouvés dans toutes les huiles étudiées, alors que C23, C25 et C27 sont très peu abondant ou sont présents à l'état de traces. En effet, ces composés sont situés dans le noyau du fruit, de sorte que leur extraction est très pratique par des méthodes d'extraction par solvant que par des procédés mécaniques (**Aparicio et al., 2013**). En outre, la détermination de ces alcools aliphatiques mineurs est très importante pour la connaissance précise des profils alcooliques avec d'autres paramètres (erythrodiol, uvaol et contenu de cire) lors de la détection d'une éventuelle addition frauduleuse d'huile de grignons d'olive aux huiles d'olive vierge (VOO).

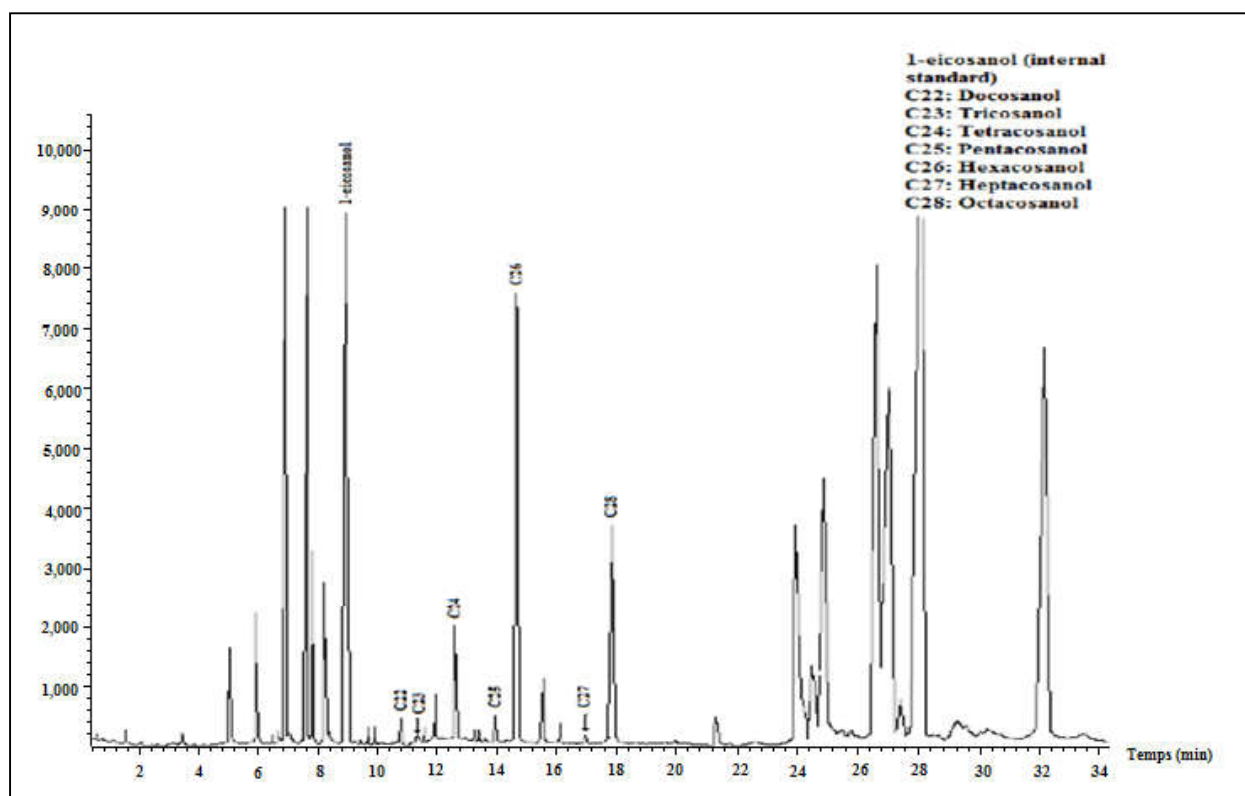


Figure 28. Un chromatogramme type des alcools aliphatiques de l'un des échantillons d'huile d'olive de la variété Chemlal.

#### A. Les alcools aliphatiques totaux

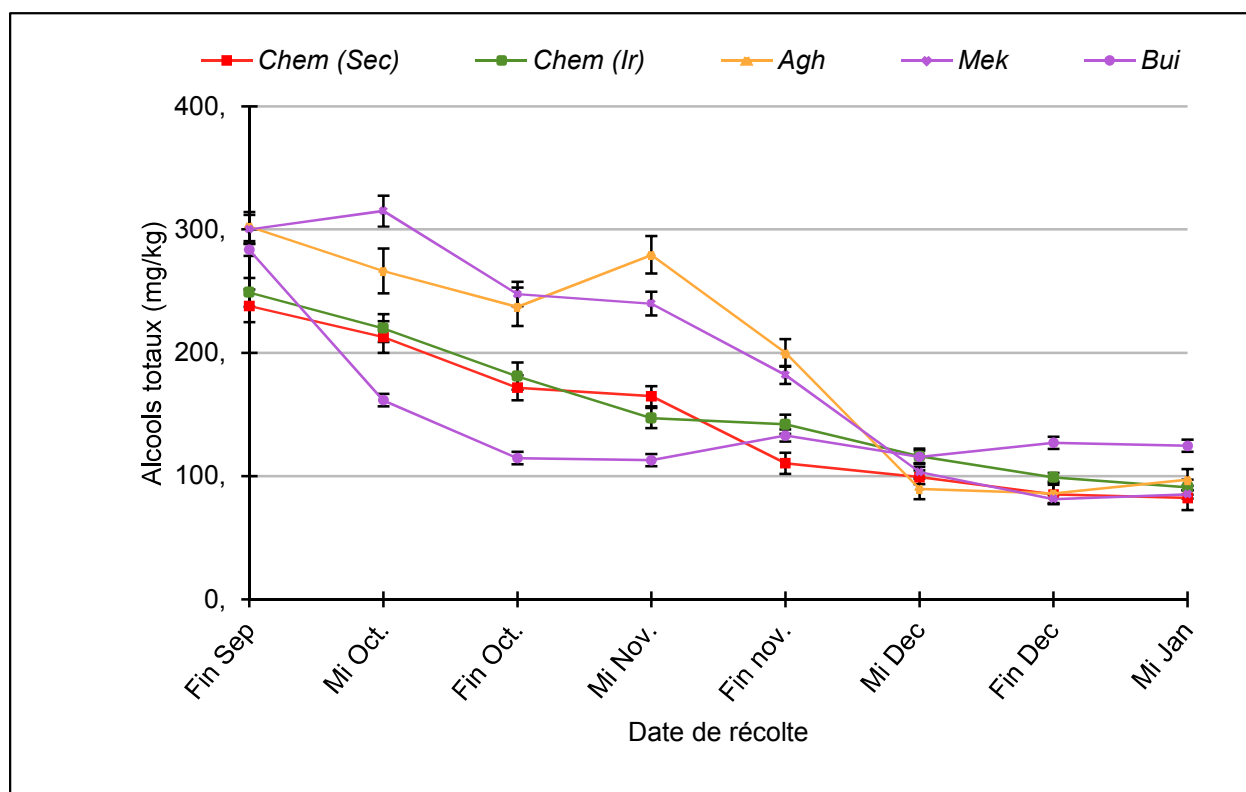
La figure 29 représente l'évolution de la teneur en alcools aliphatiques totaux. En effet, les concentrations en alcools aliphatiques totaux varient significativement en fonction de la variété ( $P < 0.05$ ). Les valeurs moyennes de ces composés varient entre 81.4 mg/Kg et 315.1 mg/Kg. Par comparaison à d'autres variétés étrangères, nos variétés ont montré des valeurs comparables à celles de la variété tunisienne *Chemlali* qui sont compris entre 70 mg/Kg et 317 mg/Kg (Lazzez et al., 2008). Elles sont par contre plus élevées que celles observées dans les variétés espagnoles (Rivera, 2004) et dans les variétés marocaines (Bajoub et al., 2015), qui mesurent des teneurs allant respectivement de 35.0 mg/Kg à 52.6 mg/Kg et de 44.2 mg/Kg à 291 mg/Kg. Mariani (1991) a souligné que la teneur élevée en alcools aliphatiques totaux dans certaines huiles d'olive est principalement due à la présence d'alcools aliphatiques sous forme libre (non estérifiée) plutôt que sous forme de cires. Ce phénomène est attribué à des conditions climatiques défavorables (sécheresse prolongée).

D'après le tableau 11, il apparaît clairement que le processus de maturation affecte sensiblement cette fraction ( $P < 0.001$ ). C'est ainsi que les huiles des premiers stades de maturité (entre septembre et octobre) sont les plus riches en alcools aliphatiques totaux, avec des teneurs

de l'ordre de 238.1 mg/kg (*Chemlal*), 302.6 mg/kg (*Aghenfas*), 315.1 mg/kg (*Mekki*) et 283.6 mg/kg (*Buichret*). Par ailleurs une baisse régulière, significatif et importante allant jusqu'à des teneurs aux alentours de 82.3 mg/Kg, 86 mg/Kg, 81.4 mg/Kg et 115.7 mg/Kg (suivant le même ordre) au mois de décembre à janvier s'est manifestée durant le processus de maturation.

Au régime pluvial, les concentrations en alcools aliphatiques totaux diminuent significativement au cours de la maturation des olives. Par ailleurs, l'analyse statistique des résultats montrent l'effet du système d'irrigation sur les teneurs en alcools aliphatiques totaux ( $P < 0.05$ ). C'est ainsi que les huiles de la parcelle irriguée, sont en moyenne plus riches que les huiles de la parcelle non irriguée.

Le même phénomène a été observé avec les huiles de plusieurs variétés marocaines ou il a été constaté également une différence significative de la teneur en alcools aliphatiques totaux entre les huiles des arbres irrigués et non irrigués (**El Antari et al, 2000**).



**Figure 29. Evolution de la concentration en alcools totaux(mg/kg) des huiles d'olive de quatre variétés (Chemlal issu de culture pluviale (*Chem Sec*) et culture irriguée (*Chem Ir*), *Aghenfas*(*Agh*) , *Buichret* (*Bui*), *Mekki*(*Mek*) au cours de la maturation.**

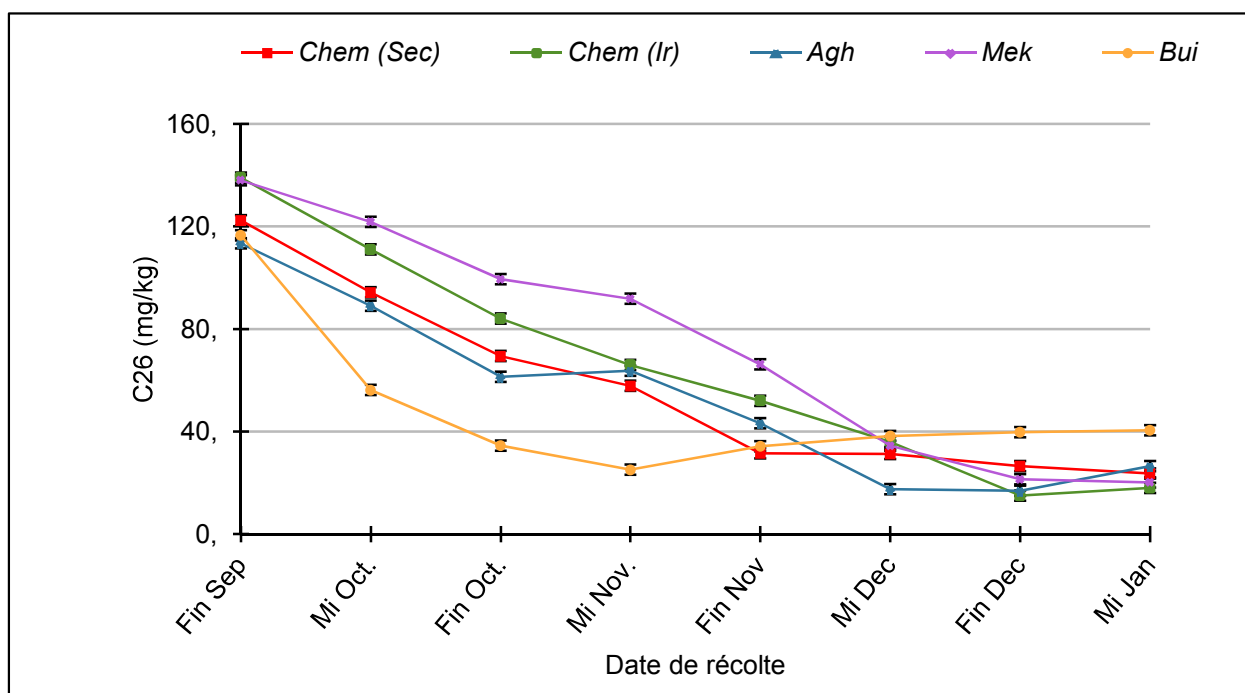
**B. L'alcool C26**

L'alcool C26 est le plus abondant dans la fraction alcoolique. La variété et l'indice de maturité ont une influence hautement significative sur les concentrations en ce composé ( $P < 0.001$ ).

En revanche, **Giuffrè (2014)** a montré que l'évolution de l'alcool aliphatique C26 n'est pas influencée par le facteur variétal.

L'évolution du C26 au cours du processus de maturation est en tout point comparable aux alcools totaux, elle est caractérisée par une baisse sensible pour se stabiliser en fin de maturité. Durant les stades de maturité avancées, les teneurs en C26 restent stables, spécialement pour les variétés *Chemlal*, *Buichret* et *Mekki* (Figure 30).

En outre, le système d'irrigation avait une influence significative sur les teneurs en C26 ( $P < 0.05$ ), dont les concentrations les plus élevées ont été relevées dans les huiles issues des arbres irrigués. Les teneurs en ce composé diminuent aussi largement avec l'avancement de la maturité.

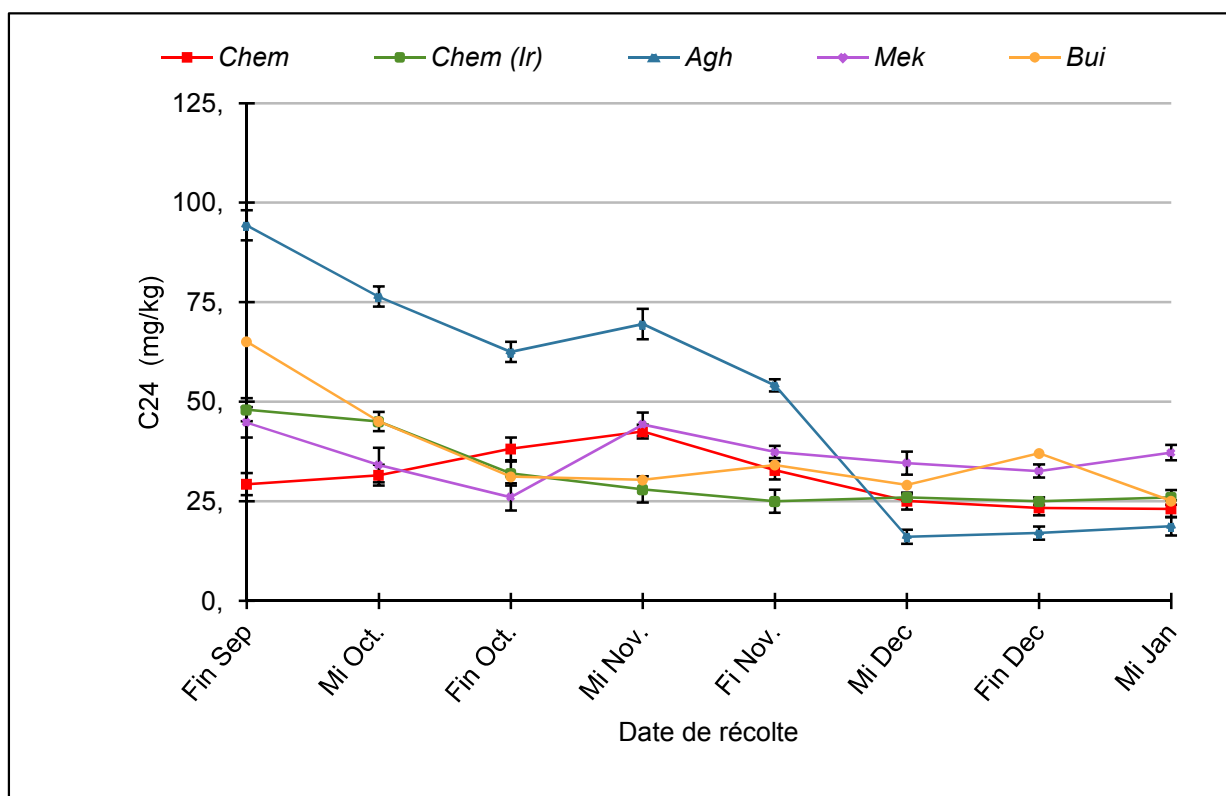


**Figure 30.** Evolution de la teneur en alcool C26 des quatre variétés algériennes (*Chemlal* issu de culture pluviale (*Chem Sec*) et culture irriguée (*Chem Ir*), *Aghenfás*(*Agh*) , *Buichret* (*Bui*), *Mekki*(*Mek*) au cours de la maturation des olives.

**C. L'alcool C24**

Le tetracosonal (C24) est considéré comme le deuxième ou le troisième alcool le plus abondant, selon la variété. Les résultats obtenus montrent que ce composé varie significativement en fonction de la variété ( $p<0.005$ ) et de la date de récolte ( $p<0.001$ ). La quasi-totalité des variétés montrent une diminution des teneurs en tetracosanol durant le processus de maturation. *Aghenfas* contient les concentrations les plus élevées en C24, qui diminuent de 94.3 mg/kg en septembre à 18.78mg/kg en janvier. Pour les d'olives de *Chemlal*, *Mekki* et *Buichret*, les concentrations en C24 diminuent respectivement de 29.3 mg/kg à 23.1 mg/kg, de 44.8 mg/kg à 37.2 mg/kg, et de 65.1 mg/Kg à 25.1 mg/kg (Figure 31).

Les teneurs en ce composé ont enregistré une différence significative en fonction du régime hydrique ( $p<0.01$ ) et de la maturité ( $p<0.001$ ). En faite, l'évolution des teneurs au cours des stades de maturité est différente de celle enregistrée pour les huiles issues du système pluvial, dont les teneurs baissent d'une manière accentuée pour se stabiliser à partir du mois de novembre jusqu'au stade de maturité le plus avancé en mois de janvier.



**Figure 31. Evolution de la teneur en alcools C24 des quatre variétés algériennes (Chemlal issu de culture pluviale (Chem Sec) et culture irriguée (Chem Ir), Aghenfas(Agh) , Buichret (Bui), Mekki(Mek) au cours de la maturation des olives.**

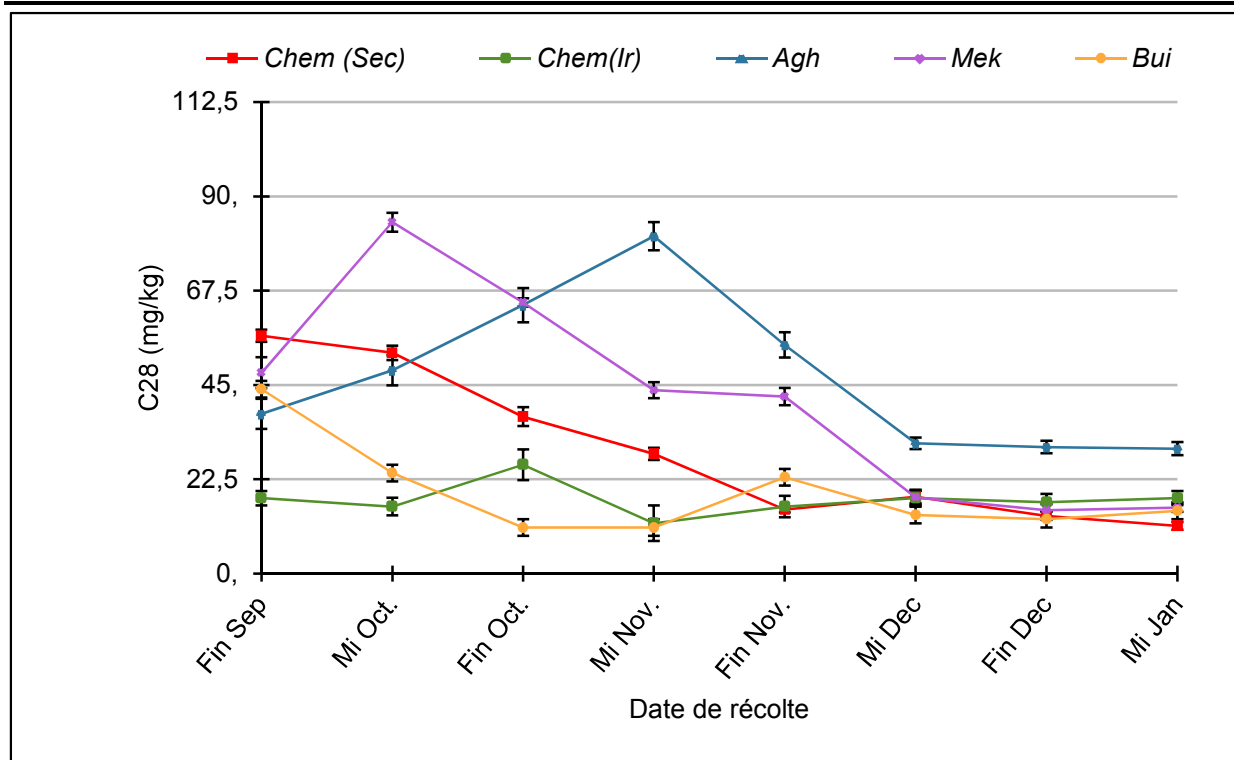


Figure 32. Evolution de la teneur en alcool C28 des quatre variétés algériennes (Chemlal issu de culture pluviale (Chem Sec) et culture irriguée (Chem Ir), Aghenfhas (Agh), Buichret (Bui), Mekki (Mek)) au cours de la maturation des olives.

#### D. L'alcool C28

Concernant le contenu en C28, l'analyse statistique montre une différence significative en fonction de la variété ( $p < 0.0001$ ) et l'indice de maturité ( $p < 0.0001$ ). En effet, les teneurs en cet alcool diminuent avec l'avancement de la maturité dans les deux variétés : *Chemlal* (de 56.7 mg/kg à 11.4 mg/kg) et *Buichret* (de 44 mg/kg à 15.7 mg/kg). Cependant, les teneurs en ce composé évoluent différemment dans les deux autres variétés, dont les teneurs pour la variété *Aghenfhas* augmentent d'abord entre septembre et novembre (de 38 mg/kg à 80.5 mg/kg), ensuite diminuent avec l'avancement de maturité. Alors que les teneurs en C28 dans les huiles de la variété *Mekki* augmentent jusqu'à atteindre leur maximum en octobre (83.8 mg/kg), ensuite diminuent jusqu'à la fin de maturité. En fait, les concentrations en C28 diminuent vers la fin de maturité dans tous les cultivars étudiés (Figure 32). Cette diminution a été aussi rapportée dans des études précédentes (Lazzez et al., 2008; Giuffrè, 2014). Par contre, les teneurs en C28 ne font pas apparaître une tendance claire de variation en fonction de la maturité dans la variété *Chemlal* irriguée.

#### E. L'alcool C22

Concernant le docosanol C22, les concentrations varient entre 0.90 mg/kg et 33.04 mg/kg dans l'ensemble des variétés étudiées. Rivera et al. (2004), ont rapporté dans leur étude des

concentrations plus élevés, variant entre 8.2 mg/Kg et 72.5 mg/Kg. Les résultats obtenus montrent une différence significative des concentrations en C22 en fonction de la maturité ( $P < 0.001$ ) et la variété ( $P < 0.001$ ). Durant le processus de maturation, les concentrations en C22 augmentent, puis diminuent jusqu'au la fin de maturité, particulièrement pour les variétés *Chemlal*, *Mekki* et *Buichret*, alors que dans les huiles de la variété *Aghenfas*, qui présentent les concentrations les plus faibles, on note une diminution à partir de 6.3 mg/kg, lors du premier stade de maturité, pour se situer à une concentration estimée à 1 mg/kg vers la fin de la maturité. Cependant, **Giuffrè (2014)** a trouvé que les concentrations en docosanol restent pratiquement constantes durant tout le processus de maturité.

En ce qui concerne l'effet du régime hydrique, on note une richesse des huiles de la variété conduite en système pluvial par rapport à celle conduite en système irrigué. Cependant, les concentrations au niveau des deux systèmes d'irrigation enregistrent une stabilité depuis le début jusqu'au la fin de maturation des fruits comme il a été signalé par **Giuffrè (2014)** dans son étude.

#### **F. L'alcool C25**

Concernant l'alcool aliphatique C25, les résultats présentés dans le tableau 11 montrent que les huiles d'olive de la variété *Chemlal* contiennent des faibles quantités comparativement aux autres variétés. Celles-ci ne dépassent pas 10 mg/kg durant la maturation du fruit. Toutefois, des quantités élevées sont trouvées dans l'échantillon de la variété *Aghenfas* (49 mg/kg) en novembre. Durant le mûrissement des olives, les teneurs en C25 diminuent dans les trois variétés à savoir: *Chemlal*, *Mekki* et *Aghenfas*. Par conséquent, on peut juger que nos variétés algériennes sont plus riches en C25 comparativement aux variétés italiennes qui présentent un maximum en C25 estimé de 12.67 mg/kg (Giuffrè, 2014).

#### **G. L'alcool C23**

Les échantillons analysés montrent des concentrations variant entre 1.10 mg/kg et 9.40 mg/kg. Les teneurs en ce composé diminuent jusqu'au atteindre des valeurs faibles variant entre 1 et 2 mg/kg, à l'exception de la variété *Chemlal* dont les teneurs augmentent en janvier. Les teneurs obtenus sont plus élevés comparativement à ceux trouvés par **Krichène et al. (2010)** dans les huiles des variétés tunisiennes (1.27-5.27 mg/kg).

#### **H. L'alcool C27**

L'heptacosanol (C27) montre des différences significatives en fonction de la variété et la maturité ( $p < 0.001$ ). Les teneurs varient entre 0.51 et 9.45 mg/kg. Au niveau de la quasi-totalité



des variétés, l’heptacosanol présente une tendance de diminution au cours de la maturation, sauf pour la variété *Buichret*, où les concentrations diminuent légèrement jusqu’à la fin du mois de novembre pour augmenter de nouveau dans les trois derniers dates de récolte.

On note que les teneurs en C25, C23 et C27 sont généralement plus élevées dans les huiles issues du système irrigué. Aussi, on peut observer une évolution irrégulière des teneurs de ces trois composés ainsi décrits au cours du temps dans les huiles *Chemlal* conduites dans le système irrigué (tableau 11).

**Tableau 11. Evolution de la concentration en composés alcooliques (mg/Kg) des huiles d’olive de quatre variétés (*Chemlal* issu de culture pluviale (*Chem S*) et culture irriguée (*Chem R*), *Aghenfas*(*Agh*), *Buichret* (*Bui*), *Mekki*(*Mek*) au cours de la maturation.**

		<b>Fin Sep</b>	<b>MiOct</b>	<b>Fin Oct</b>	<b>Mi Nov</b>	<b>Fin Nov</b>	<b>Mi Dec</b>	<b>Fin Dec</b>	<b>Mi Jan</b>
<b>C22</b>	<i>Chem(S)</i>	9.53 ±1.53a	15.52±2.50b	17.85±2.41b	23.67±0.83c	17.93±1.5b	16.51±1.70 b	15.03±2.1b	15.11±3.0b
	<i>Chem(R)</i>	12.17 ±0.94a	12.47±1.66a	14.84±1.501a	13.28±1.12a	12.39±0.84a	11.79±2.50 a	11.63±1.58a	12.60±0.52a
	<i>Agh</i>	6.32 ±0.39 e	5.50 ±0.80 d	4.91 ±0.23 d	2.77 ±0.60 c	1.80±0.44 b	0.90±0.42a	1.93±1.10b	1.11±0.29a
	<i>Bui</i>	16.29 ±2.17ab	11.89±2.0 a	16.01±1.58ab	22.31±1.79 b	21.09±1.22 b	10.62±1.48 a	9.45±1.05 a	13.52±1.19ab
	<i>Mek</i>	22.71 ±1.71 c	28.78±2.10d	27.13±1.91 d	33.04±3.28 e	15.83±1.19 b	5.49±0.82 a	4.66±1.40 a	3.50±0.95 a
<b>C23</b>	<i>Chem(S)</i>	5.11 ±0.11 e	4.16 ±0.13 c	1.94 ±0.04 a	3.70 ±0.02 b	5.81 ±0.30 f	2.10 ±0.06 a	2.10±0.05 a	4.61±0.05d
	<i>Chem(R)</i>	7.26 ±0.24 ab	9.13 ±0,33 bc	5.82 ±0.71 a	8.44 ±0.07 b	11.90 ±1.60 c	5.43 ±0,08 a	9.76±1.14 bc	5.45±0,03 a
	<i>Agh</i>	9.40 ±0.09 d	5.50±0.51 cd	4.89 ±0.07 c	5.72±0.42cd	5.33 ±0.60 c	1.89±0.12b	1.94±0.09b	1.10±0.05a
	<i>Bui</i>	5.60 ±0.25 b	2.10±0.0a	3.62±0.11ab	5.11 ±0.69 b	5.31 ±0.39 b	3.54±0.32 ab	3.12±0.42 ab	2.52 ±0.02 a
	<i>Mek</i>	8.22 ±1.11 d	7.11 ±0.09 c	6.28 ±0.22 c	7.11 ±0.69 c	4.68 ±0.20 b	2.28±0.11 a	1.71±0.09 a	1.67±0.18 a
<b>C24</b>	<i>Chem(S)</i>	29.32±2.75 b	31.54±2.61 b	38.17±2.88 c	42.52±1.72 d	32.81±2.2b	25.08±2.11a	23.36±1.86a	23.11±2.13a
	<i>Chem(R)</i>	48.55±3.84 c	45.18±3.09 bc	32.22±1.83 b	28.95±2.63 a	25.13±1.20a	26.00±1.56a	25.76±1.17a	26.18±2.03a
	<i>Agh</i>	94.31 ±2.89 f	76.41±2.41 e	62.52±3.01 c	69.52±3.32 d	54.12±2.90 b	16.11±0.78 a	17.04±0.96 a	18.76±1.86 a
	<i>Bui</i>	65.10 ±3.85 d	45.10±4.36 c	31.20±3.45ab	30.40±2.95ab	34.12±1.51ab	29.12±2.91 a	37.05±1.64bc	25.09 ±1.93 a
	<i>Mek</i>	44.83 ±3.77 c	34.11±2.50 b	26.11±2.52a	44.34±3.81 c	37.40±1.50bc	34.60±1.77b	32.59 ±1.62 b	37.21±2.32bc
<b>C25</b>	<i>Chem(S)</i>	9.65 ±1.47 b	8.26 ±1.24 b	3.68 ±0.20 a	5.04±1.06 ab	4.69±0.82a	3.14 ±1.04 a	3.71±0.57a	3.62±0.39a
	<i>Chem(R)</i>	11.74 ±0.83 ab	13.09 ±1,53 b	10.43 ±0,61 ab	9.80±1,55 ab	12.17±1.20 b	8.47 ±0.94 a	10.21±0,84 ab	8.88±0,53a

	<i>Agh</i>	31.52±1.41 c	33.02±1.58 c	32.23±1.78 c	48.60±2.47 e	37.62±2.11 d	20.30 ±1.23 b	15.23 ±1.00 a	15.38 ±0.79 a
	<i>Bui</i>	27.20 ±2.69 c	14.29±1.66ab	12.52 ±0.95 a	14.30±1.29ab	11.09 ±1.59 a	13.84±1.45 a	15.31±1.20ab	18.02±1.42bc
	<i>Mek</i>	29.30 ±2.68 c	31.44±2.12 c	17.53±1.8bc	15.41±1.9b	12.40±1.37 b	6.11±1.22 a	4.80±1.36 a	5.51±1.21 a
C26	<i>Chem(S)</i>	122.36±5.65e	94.27 ±4.26 d	69.41±2.31c	57.80±3.01 b	31.55±2.84ab	31.28±1.89ab	26.55±2.25 a	23.66±1.24 a
	<i>Chem(R)</i>	139,43±6.99e	111.64 ±5.18 d	84.30±5.21c	66.21±2.63b	52.52± 4.92ab	36.14±2.41ab	15.00±1.58a	18.38±2.51a
	<i>Agh</i>	113.44±5.05f	89.11±3.89 e	61.31±2.29d	63.70±1.51 d	43.29±0.80 c	17.49±1.79 a	16.88±1.46 a	26.51±1.29 b
	<i>Bui</i>	116.52±8.00d	56.20 ±1.98 c	34.51 ±1.68b	25.14 ±2.85 a	34.31 ±1.69 b	38.30 ±2.59 b	39.80 ±2.90 b	40.52 ±2.98 b
	<i>Mek</i>	138.01±6.71f	121.81±7.59e	99.40±5.30d	91.74±5.94 d	66.21±3.79 c	34.49 ±3.08 b	21.39 ±2.42 a	20.16±2.26 a
C27	<i>Chem(S)</i>	5.32 ±0.19 d	6.34 ±0.61 e	3.14 ±0.08c	3.44 ±0.16 c	2.26±0.07b	2.64 ±0.33 b	0.51±0.04a	0.80±0.01a
	<i>Chem(R)</i>	11.23 ±1.06 c	11.85 ±1.661 c	7.59±0.74 b	9.04 ±0.52 c	11.48 ±2.75 c	9.82 ±1.05 c	9.42±0.95 c	5.11±0.44 a
	<i>Agh</i>	9.45 ±0.14 f	8.30 ±0.03 e	7.42 ±0.12 d	8.61±0.52 e	3.12 ±0.10 b	1.89 ±0.11 a	2.80 ±0.05 b	4.41 ±0.11 c
	<i>Bui</i>	8.80 ±0.25 d	7.50 ±0.51 c	5.24 ±0.15 b	4.01 ±0.10 a	3.72 ±0.09 a	5.23 ±0.60 b	8.53 ±0.38 d	9.32 ±0.19 e
	<i>Mek</i>	9.14 ±0.09 g	7.97 ±0.19 f	6.42 ±0.10 e	4.53 ±0.08 d	3.30 ±0.53 c	2.12±0.09 b	1.11 ±0.11 a	1.40±0.05 a
C28	<i>Chem(S)</i>	56.75 ±1.45 f	52.67±1.71 e	37.46±2.25 d	28.57±1.42 c	15.31±0.68a	18.31±1.48 b	13.79±0.93 a	11.39±0.93 a
	<i>Chem(R)</i>	18.84± 1.67 b	16.82± 0.12 ab	26.20± 2.51 c	12.19± 1.10 a	16.6± 0.74 ab	18.78± 0.33 b	17.52± 1.84 ab	18.44± 2.05 b
	<i>Agh</i>	38.10±1.69 b	48.51±2.09 c	64.06±3.66 e	80.51±4.24 f	54.57 ±2.58 d	31.09±1.80 a	30.18±2.02 a	29.82±1.68 a
	<i>Bui</i>	44.08 ±3.70 c	24.50 ±2.27 b	11.50 ±0.98 a	11.64±1.91 a	23.25 ±2.04 b	14.99±1.79 a	13.73±1.49 a	15.63±1.00ab
	<i>Mek</i>	47.93±3.59 bc	83.80 ±3.60d	64.70 ±4.10c	43.7±3.34b	42.20 ±2.99b	18.20±1.39 a	15.10±1.49a	15.70±1.55 a
Alcools totaux	<i>Chem(S)</i>	238.06±13.17d	212.79±12.83c	171.66±10.11b	164.76±8.24b	110.38±8.51ab	99.08±5.52 a	85.07±7.79 a	82.28±9.83a
	<i>Chem(R)</i>	249,23±10.53d	220,18±11.56c	181,40±9.53b	147.91±10.44b	142,19±8.31ab	116,43±11.44a	99.30±5.83 a	91.04±6.42a
	<i>Agh</i>	302.57±11.67e	266.38±11.26 d	237.36±11.03 c	279.44±8.15d	199.88±7.73 b	89.69±6.26 a	86.01±3.56 a	97.11±6.08a
	<i>Bui</i>	283.62 ±4.91c	161.59±12.81b	114.62±8.92a	112.92±8.42a	132.91±8.54ab	115.66±10.52a	127.02±9.09 a	124.63±8.74a
	<i>Mek</i>	300.17±11.94bd	315.07±18.21d	247.59±15.52c	239.92±15.25c	182.08±11.19b	103.31±8.31a	81.38±8.50 a	85.18±8.52 a

## V.2. Analyse multivariée de la fraction insaponifiable

Une analyse discriminante linéaire (LDA) est appliqué sur l'ensemble des données issues de l'étude de la fraction stérolique et alcoolique afin de chercher les variables qui ont un pouvoir

discriminant entre les quatre variétés étudiées, tout en montrant une différence significative ( $p < 0.05$ ).

Selon le tableau 12, les trois premières fonctions principales expliquent 100% de la variance totale des échantillons des quatre variétés, et les paramètres liés à la classification (Wilk's lambda,  $X_2$ , df, Sig) sont représentés dans le tableau 13.

La première fonction F1 qui explique 74.4% de la variabilité est dominée par les variables : C18:1, C16:0, OOO, POO ainsi que le triglycéride OOL (valeurs positives), et par C18:2 et OLL (valeurs négatives).

La deuxième fonction F2, qui représente 12.2% de la variabilité totale, traduit essentiellement l'opposition entre POL et C18:3 (valeur positive) et C16:1 (valeur négative). Les variables les plus discriminantes sont: cholesterol, campestanol,  $\Delta^7$ -stigmastenol,  $\Delta^7$ -avenasterol, clerosterol, alcoolC22, alcool C25, alcool C27. La figure 33 représente la projection des différents échantillons sur les deux premiers axes (F1 et F2). En effet, nous observons une séparation bien distincte des groupes, notamment les huiles d'olive des variétés *Chemlal*, *Aghenfas* et *Buichret*, dont la classification correcte est estimée à 100% alors que les huiles de la variété *Mekki* sont modérément séparées avec une classification correcte estimée à 88.2%. Plusieurs études ont montré aussi la possibilité de la réalisation d'une discrimination variétale en fonction des teneurs de la fraction stérolique et alcoolique (**Lukic et al., 2013; Grati-Kammoun et Zarrouk, 2012**).

Par ailleurs, cette figure montre que la variété *Chemlal* possède des coordonnées factorielles négatives sur F1 et positives sur F2, et est caractérisés par des teneurs élevés en Cholesterol, Clerosterol,  $\Delta^7$ -stigmastenol, Alcohol C22, et alcohol C27. Alors que la variété *Aghenfas* possède des coordonnées factorielles positives sur les deux fonctions, et est caractérisée par des teneurs élevés en Cholesterol, Campestanol,  $\Delta^7$ -stigmastenol,  $\Delta^7$ -avenasterol, Clerosterol et l'alcool C25. Quant à la variété *Buichret*, elle possède des coordonnées factorielles négatives sur les deux axes F1 et F2 et montre des teneurs élevés en C22 et C27.

**Tableau 12. Les variances totales en % des quatre principales fonctions.**

Fonctions	% Variance	Total
F1	69.8	69.8
F2	20.7	90.5
F3	9.5	100

Tableau 13. Les paramètres (Wilk's Lambda,  $X^2$ , df) des quatre principales fonctions.

Test des fonctions	Wilk's Lambda	$X^2$	df	Sig
F1	0.034	300.535	24	0.000
F2	0.195	145.51	14	0.000
F3	0.488	63.93	6	0.000

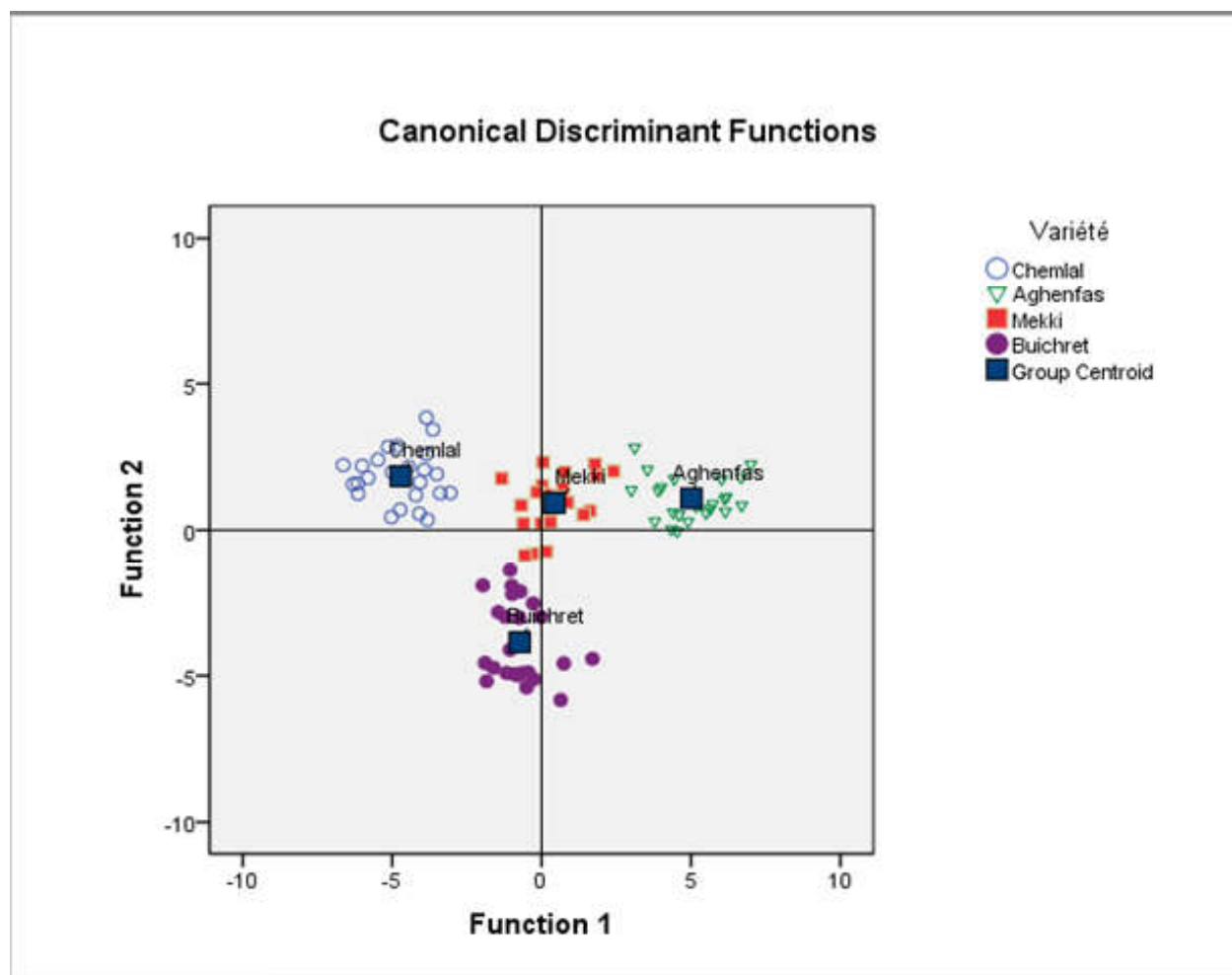


Figure 33. Représentation graphique de l'analyse fonctionnelle discriminante des composés alcooliques et stéroliques des variétés algériennes (Chemlal, Aghenfas, Buichret et Mekki).

## VI. Les pigments (chlorophylles et caroténoïdes)

Bien que l'analyse de la pigmentation n'est pas exigée par le règlement du Conseil Oléicole International, la couleur demeure un attribut de base pour la caractérisation de l'huile d'olive. En effet, elle est associée à la plupart des consommateurs à la notion de la qualité (Ryan et Robards., 1998).

Le dosage spectrophotométrique des pigments dans toutes les huiles analysées, montre que les teneurs en chlorophylles chutent significativement au fur et à mesure que les fruits mûrissent (Figure 34). En effet, l'analyse statistique des données souligne de fortes corrélations inverses entre les concentrations en pigments chlorophylliens et l'indice de maturité des olives ( $r^2 = -0.926$ ;  $r^2 = -0.908$ ;  $r^2 = -0.946$ ,  $r^2 = -0.958$ ,  $r^2 = -0.952$ ,  $p < 0.001$ ), respectivement dans les échantillons *Chemlal* obtenus en culture pluviale et irriguée, *Aghenfas*, *Mekki*, et dans les huiles de *Buichret*.

Nous avons également noté une importante diminution dans les teneurs en caroténoïdes parallèle à l'augmentation de l'indice de maturation des fruits de tous les échantillons étudiés (Figure 35). En effet, toutes les huiles analysées montrent de fortes corrélations négatives entre les teneurs en caroténoïdes et l'indice de maturité ( $r^2 = -0.875$ ;  $r^2 = -0.990$ ;  $r^2 = -0.841$ ,  $r^2 = -0.831$ ,  $r^2 = -0.849$ ,  $p < 0.001$ ) respectivement dans les huiles *Chemlal* (obtenues dans les conditions pluviales et en irrigation) et les échantillons *Aghenfas*, *Mekki*, et *Buichret*.

Ces résultats concordent avec ceux obtenus par d'autres auteurs (**Salvador et al., 2001**). Le changement de la couleur de l'huile d'olive au cours du processus de la maturation n'est pas seulement attribué à la réduction de la concentration en pigments mais également à la formation d'autres composés colorés notamment les anthocyanines (**Vazquez et al., 1971**).

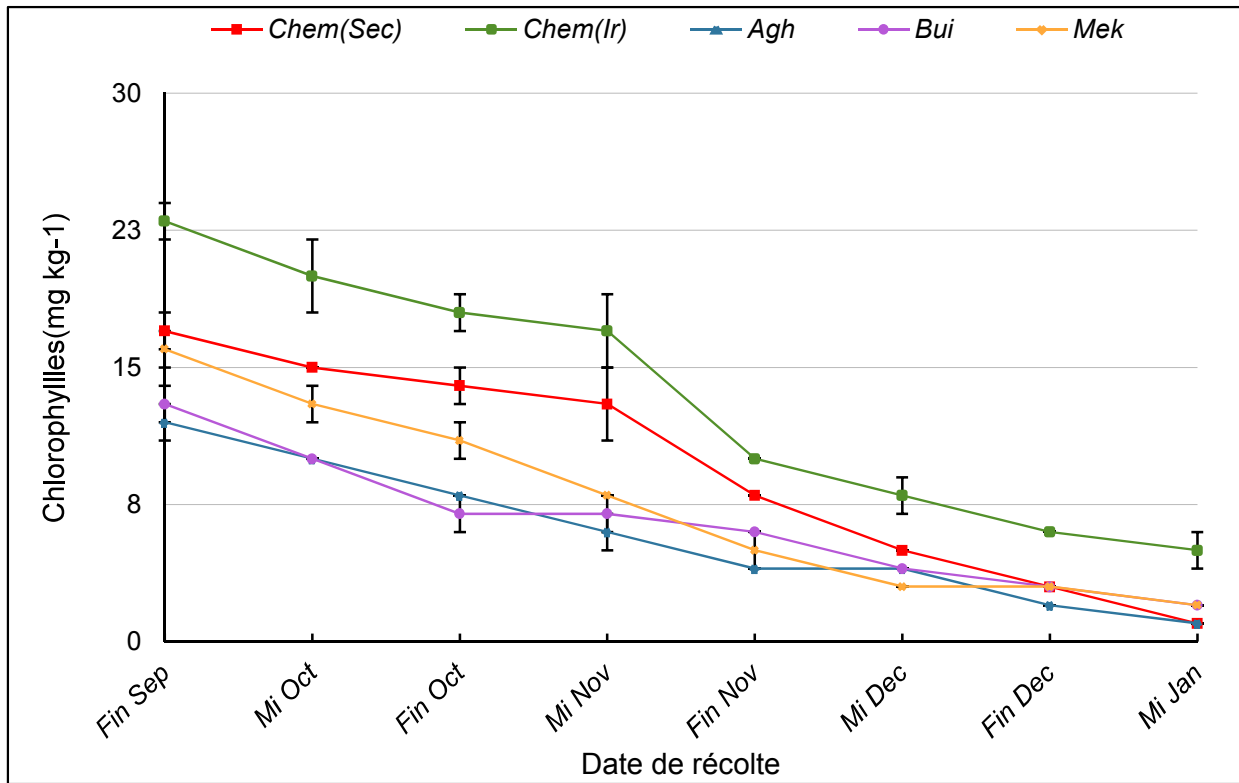
Durant le processus de la maturation, les chlorophylles présents dans les fruits immatures disparaissent lors de la transformation des chloroplastes en chromoplastes et la caroténoïgénèse prend la relève, principalement chez la tomate qui est le fruit caroténoïgénique le plus important (**Kozukue et Friedman, 2003**).

Dans le même ordre d'idées, les travaux de **Roca et Minguez-Mosquera (2001)** ont mentionné que l'activité photosynthétique ainsi que les concentrations en chlorophylles et en caroténoïdes diminuent progressivement au fur et à mesure que la maturité des olives progresse. Ainsi, parallèlement à l'augmentation des teneurs en huile, la couleur de la pulpe des olives passe du pourpre au noir foncé. La fin du processus de maturation est marquée par une couleur pourpre violette due à la formation d'anthocyanines. Aussi, les modifications que subit le fruit d'olive pendant sa maturation se reflètent directement sur la composition pigmentaire des huiles d'olive obtenues par les traitements mécaniques (**Minguez-Mosquera et al., 1991**).

L'analyse statistique montre qu'il n'existe pas de différence significative en fonction des caroténoïdes, mais elle existe en fonction de la chlorophylle ( $p < 0.05$ ).

Par ailleurs, nos résultats révèlent que les huiles *Chemlal* issues de la culture irriguée sont plus riches en chlorophylles que celles obtenues en régime pluvial tout au long de la période d'échantillonnage considérée.

Cependant, les teneurs en caroténoïdes semblent moins affectées par le système hydrique. Des résultats similaires aux nôtres sont notés par **Tovar et al. (2003)** sur des huiles d'olive espagnoles.



**Figure 34.** Evolution de la concentration en chlorophylle (mg/Kg) des huiles d'olive de quatre variétés (*Chemlal* issu de culture pluviale (*Chem Sec*) et culture irriguée (*Chem Ir*), *Aghenfas*(*Agh*), *Buichret* (*Bui*), *Mekki*(*Mek*) au cours de la maturation.

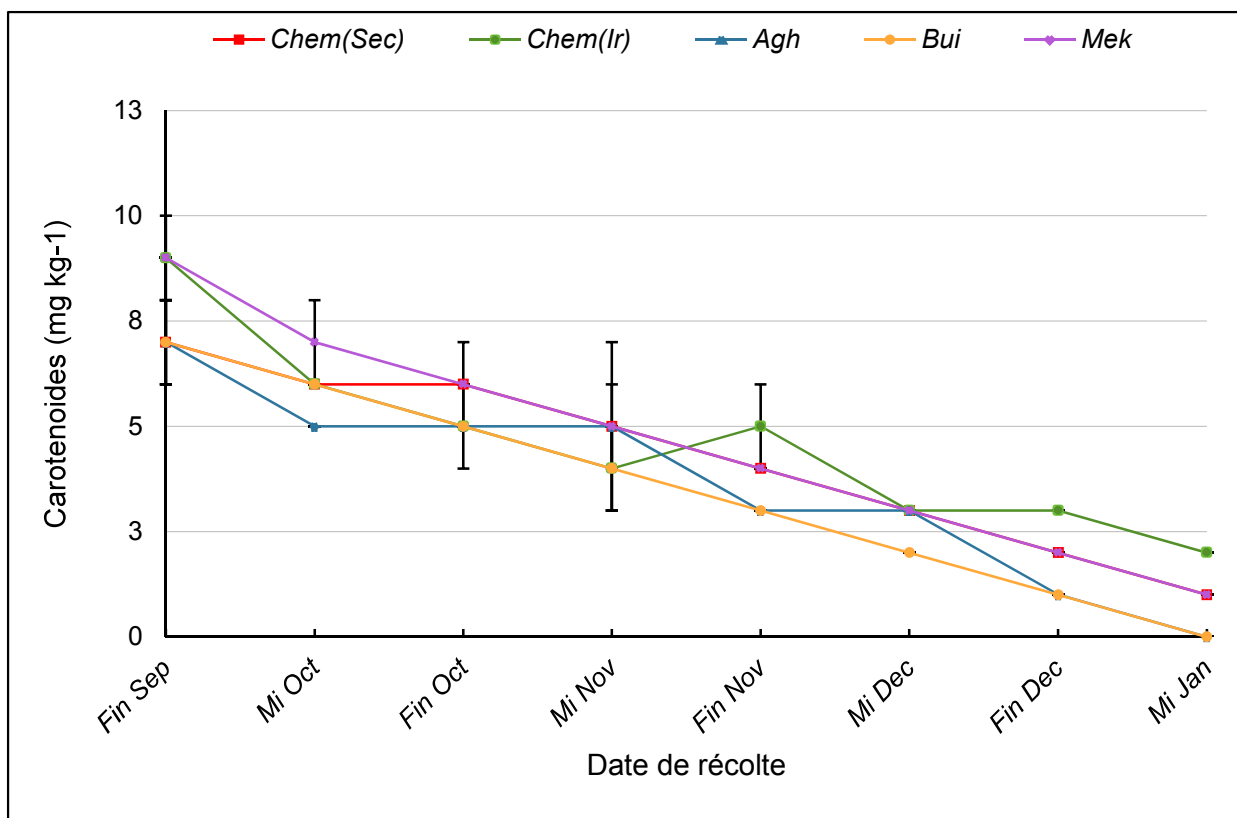


Figure 35. Evolution de la concentration en carotènes(mg/Kg) des huiles d'olive de quatre variétés (Chemlal issu de culture pluviale (Chem Sec) et culture irriguée (Chem Ir), Aghenfas(Agh) , Buichret (Bui), Mekki(Mek) au cours de la maturation.

## VII. Etude de la fraction aromatique

L'huile d'olive vierge est une huile végétale précieuse, utilisée le plus souvent sans aucun traitement de raffinage préliminaire (Olias et al., 1993). Elle est obtenue mécaniquement à partir des olives fraîches et saines, et conserve ainsi, toute une gamme de composés volatils et non volatils responsables principalement d'un parfum délicat et unique fortement apprécié par les consommateurs.

Les composés d'arômes, appelés souvent composé volatils, sont des substances de faibles poids moléculaire qui appartiennent à toute une gamme de familles chimiques très diverses: aldéhydes, alcools, esters, hydrocarbures, cétones, furanes et probablement d'autre composés volatils non encore identifiés (Kiritsakis et al., 1998; Vichi, et al., 2003; Kalua et al., 2007).

La présence de ces composés même à très faibles quantités fait de l'huile un produit très apprécié avec un arôme délicat et unique.

L'analyse de cette fraction est par conséquent une opération très utile pour l'évaluation de sa qualité sensorielle et pour le contrôle de son authenticité et de son degré d'altération

(Lorenzo et al, 2002) ou encore pour la détection de la rancidité provenant essentiellement de l'oxydation de ces acides gras (Jiménez et al., 2004, Morales et al., 1997).

La fraction volatile de l'huile d'olive est non seulement responsable des attributs d'odeur et de la classification des huiles dans des catégories officielles, mais elle permet également de caractériser les huiles d'olive vierges mono-variétales (Luna et al., 2006).

Ainsi, une valorisation de la qualité aromatique et organoleptique d'une huile d'olive passe obligatoirement par une identification des composés volatils présents dans les espaces de tête responsables de saveurs aussi bien agréables qu'indésirables (Angerosa, 2002). Les études s'intéressant aux profils aromatiques de l'huile d'olive de plusieurs variétés étrangères, montrent qu'ils sont très influencés par plusieurs facteurs, parmi lesquels, on peut citer, la variété cultivée, les conditions climatiques, le degré de maturité du fruit, la technique d'extraction et les conditions de stockage de l'huile (Aparicio et Morales, 1998, Angerosa et al, 1998).

Sur le plan qualitatif, il apparaît que les principaux composés volatils identifiés dans tous les échantillons d'huiles étudiées sont des aldéhydes à 6 atomes de carbones (C6) et les alcools correspondant, générés enzymatiquement par la voie de la lipoxygénase à partir des acides linéiques et linoléiques. Ces composés sont les plus abondants dans les huiles d'olive vierges et contribuent à la note verte de l'huile (Morales et al., 2005, Aparicio et al, 1996). Néanmoins, d'autres composés volatils généralement obtenus suite à une oxydation chimique des acides gras sont également présents et sont malheureusement responsable de la saveur de l'huile d'olive.

Nous avons remarqué en outre, que les composés en C6 issus de l'oxydation des doubles liaisons de l'acide linoléique, à savoir le (2E) Hex-2-énal, E-2-hexen-1-ol; Hex-3-èn-1-ol, Z-3-hexen-1-ol et l'Acétate du (3Z) Hex-3-ényle prédominent aux dépens de ceux de l'acide linéique tel que: Hexan-1-ol et Hexanal.

Ce résultat confirme ce qui a été observé par Dhifi et al en 2005, qui ont constaté que les composés en C6 issue de l'oxydation de l'acide linoléique, prédominent la totalité des composés volatils identifiés.

En plus de cette série de composés en C6, nous avons pu détecter des composés en C5 ; la présence de ces derniers indique l'existence d'une branche secondaire de la voie de la lipoxygénase qui mène à la production de ces substances généralement présentes dans les huiles de graine de Soja (Slach et al., 1995).



Les concentrations en composés volatils totaux sont comprises entre 20.22 et 65.02 mg kg<sup>-1</sup> dans tous les échantillons analysés. L'examen de ce tableau, révèle, que les huiles d'olive des variétés *Aghenfas* et *Chemlal* sont les plus riches en composés volatils, tout au long du processus de maturation.

Par ailleurs, les composés volatils isolés et identifiés dans les espaces de tête des huiles étudiées sont principalement des aldéhydes dont les teneurs fluctuent entre 4.63 et 19.75 mgkg<sup>-1</sup>, des hydrocarbures (0.33- 7.90 mgkg<sup>-1</sup>), des alcools qui oscillent entre 1.41 et de 6.83 mgkg<sup>-1</sup>, des cétones (0.59-11.90 mgkg<sup>-1</sup>) et des esters (0.24-3.60 mgkg<sup>-1</sup>) (Annexe: tableau 6).

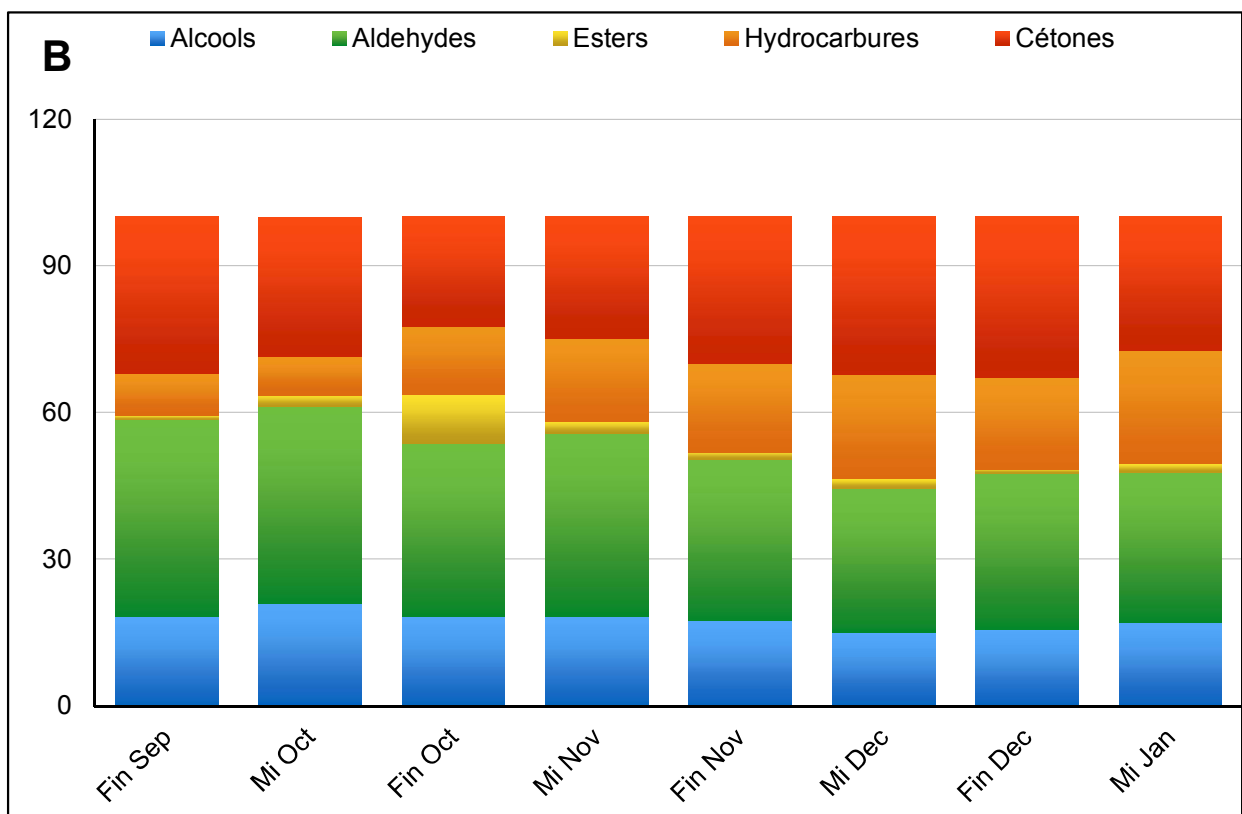
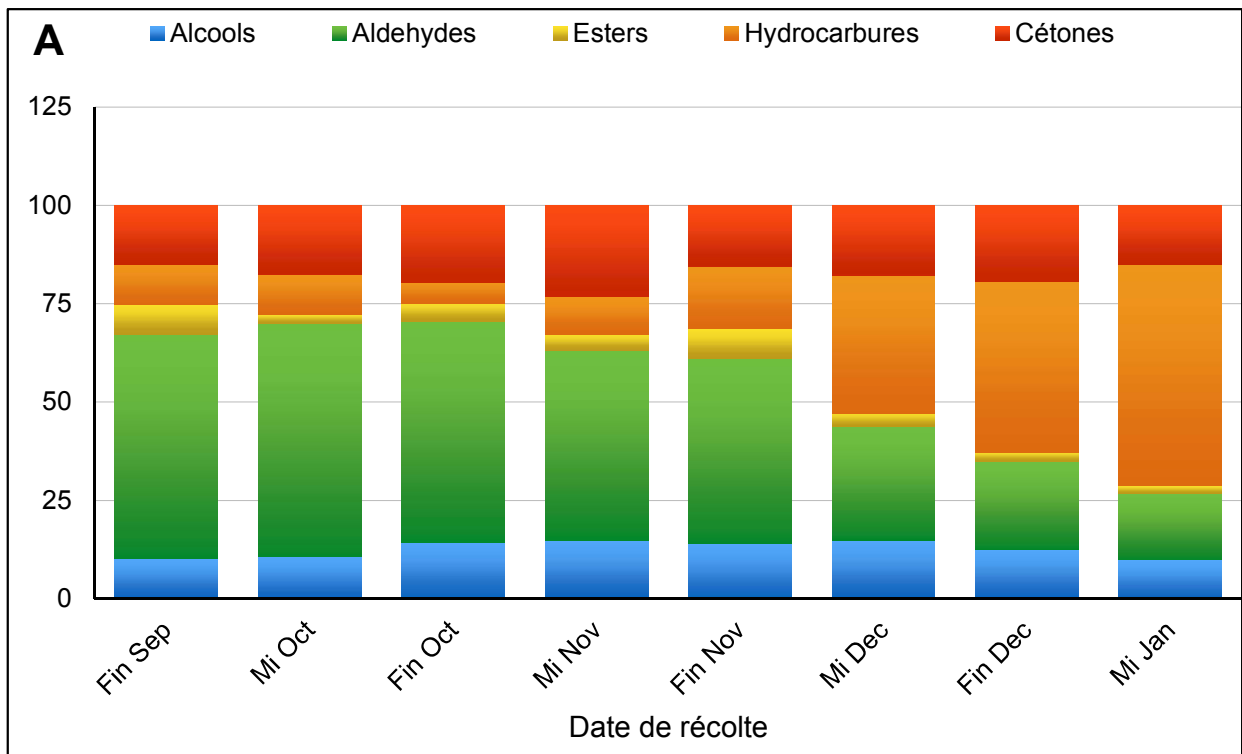
Dans cette étude, nous avons soulevé tout d'abord, plusieurs remarques intéressantes sur l'évolution des proportions des classes de composés volatils au cours de la maturation des olives.

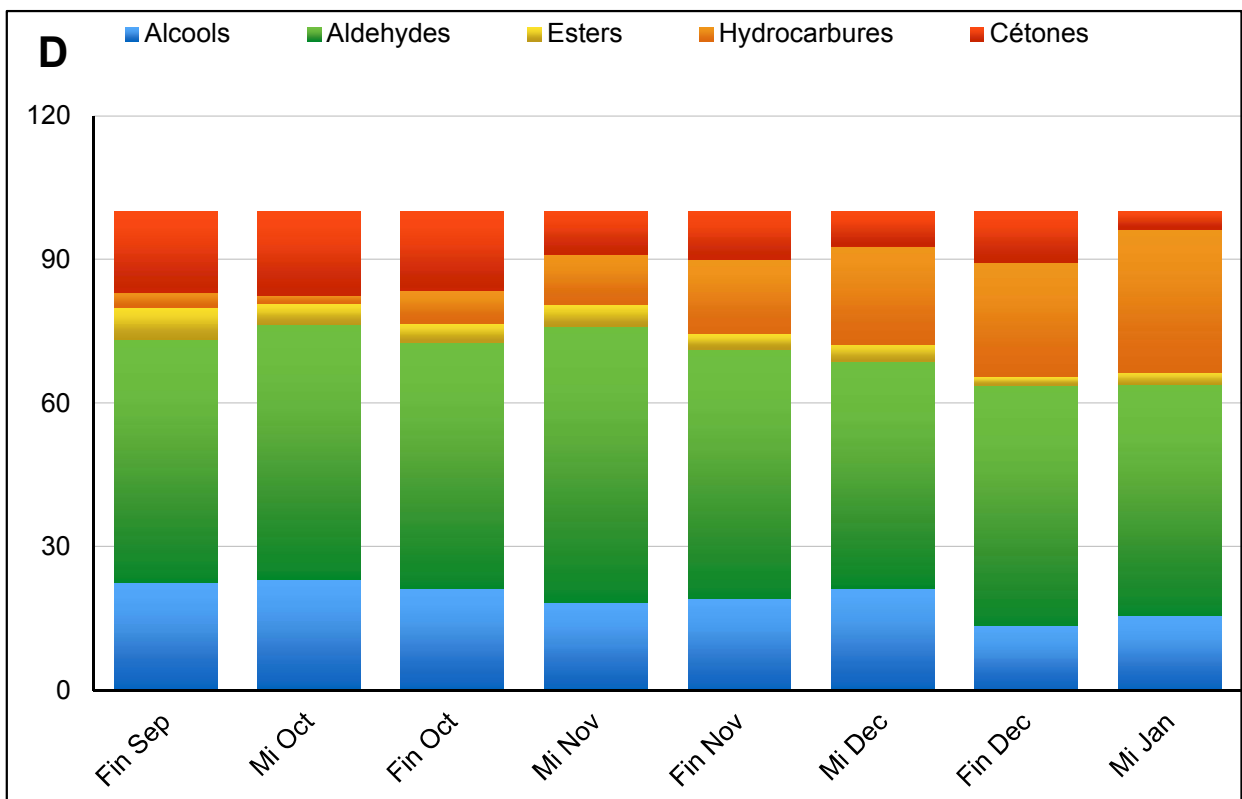
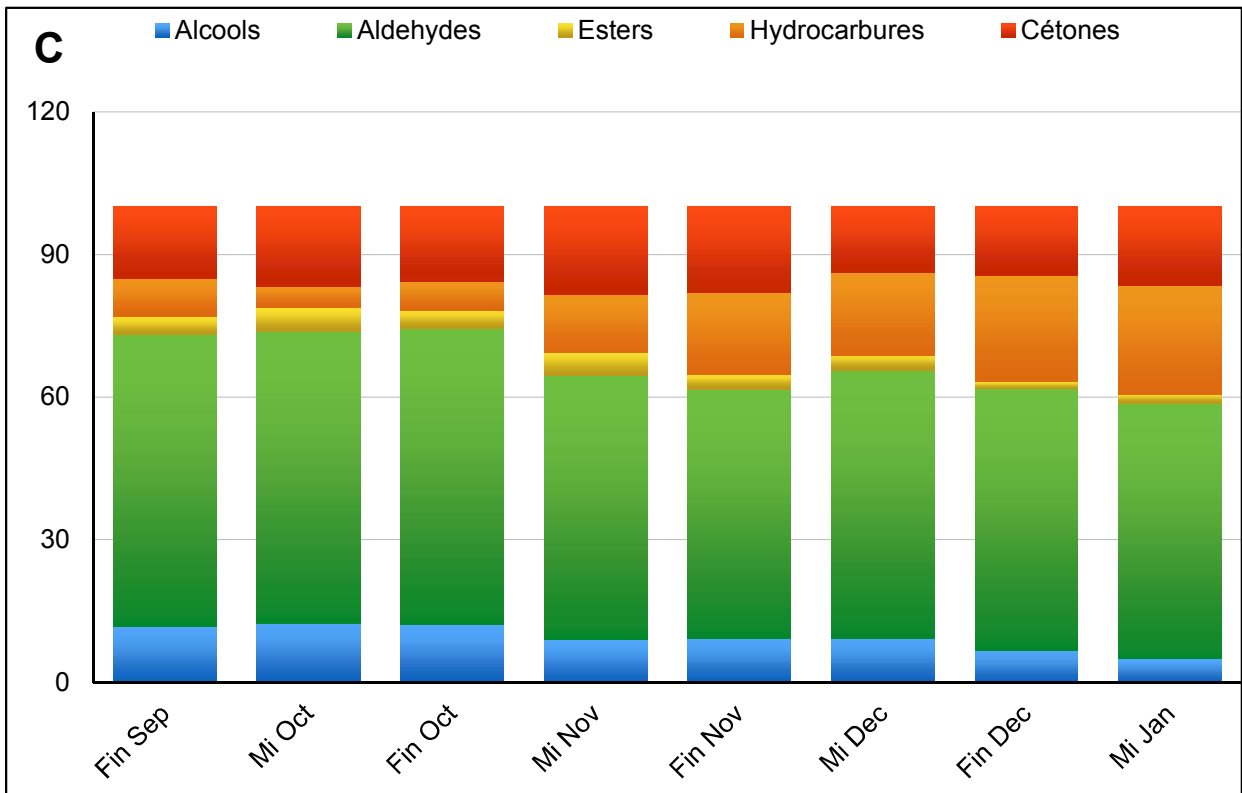
Les huiles de l'ensemble des variétés issues de la culture pluviale à savoir, *Aghenfas*, *Mekki*, *Buichret* et *Chemlal* aux mois d'octobre et novembre sont caractérisées par une prédominance des composés volatils aldéhydiques totaux, dont les taux maximaux sont estimés à 62.35, 57.67, 57.63 et 53.30%, par ordre respectif. Durant la même phase, les autres composés volatils sont présents à des proportions plus faibles dont les taux maximaux pour les cétones sont estimés à 18.53, 19.22, 17.55 et 32.02%, pour les alcools sont estimés à 12.43, 18.09, 23.29 et 21.08%, pour les esters sont estimés à 5.01, 14.72, 6.74 et 10.16%, suivant le même ordre des variétés précédemment décrit. A partir du mois de décembre, ce sont les composés hydrocarbures qui sont devenus majoritaires (*Chemlal*: 21.36%, *Aghenfas*: 22.40, *Buichret*: 23.96 et *Mekki*: 32.97%) (Figure 36).

Par ailleurs, nous avons remarqué que les proportions des classes des composés volatils ont évolué différemment au cours de la maturation des olives (Figure 36). En effet, nous avons enregistré une importante chute des pourcentages en composés volatils aldéhydiques totaux (de 40.04 à 30.74% pour *Chemlal*, de 61.51 à 53.77% pour *Aghenfas*, de 57.67 à 34.73% pour *Mekki*, de 50.61 à 48.32% pour *Buichret*), alors que les taux en composés hydrocarbures ont augmenté considérablement (de 8.56 à 23.16% pour *Chemlal*, de 7.91 à 22.99 % pour *Aghenfas*, de 9.13 à 39.91 % pour *Mekki* et de 3.15 à 29.90% pour *Buichret*) au cours du processus de maturation. Les pourcentages en composés volatils alcooliques totaux ont augmenté dans les variétés *Chemlal* (de 18.43 à 21.08%) et *Buichret* (de 15.60 à 18.09 %) respectivement entre septembre et octobre, puis ont diminué pour atteindre respectivement 17.12 et 12.45% vers le début du mois de janvier. Alors que les pourcentages en composés alcooliques ont diminué

considérablement dans les huiles des deux autres variétés à savoir, *Aghenfas et Mekki* avec la maturation des fruits : de 11.68 à 4.96 % et de 22.66 et 15.68%, respectivement, entre septembre et janvier. En outre, les proportions en cétones totaux accusent une tendance croissante de 15.10 à 18.53% et de 10.61 à 19.22 % respectivement dans les variétés *Aghenfas et Mekki* entre les mois de septembre et novembre, elles demeurent pratiquement stables puis baissent de nouveau pour atteindre 15.02%, 16.34%, 11.10%, respectivement au mois de janvier. Contrairement à ce qu'on a soulevé pour les huiles *Buichret*, les proportions demeurent pratiquement stables jusqu'au fin du mois d'octobre (entre 16.84 et 16.94%), puis présentent une tendance à diminuer progressivement jusqu'au mois de janvier (11.10%). Les teneurs en esters évoluent différemment d'une variété à une autre, et les proportions ont baissé au fur et à mesure que la maturation des fruits progresse, et ont enregistré des taux faibles vers la fin de maturation (mois de décembre pour *Chemlal* (0.73%), *Aghenfas* (1.60%) et *Buichret* (1.87%) et début du mois de janvier pour *Mekki* (1.80%).

En revanche, à la différence des huiles *Chemlal* issues de la parcelle conduite en régime sec, dans les huiles obtenues en système irrigué, les pourcentages en cétones totaux sont plus faibles et variant entre 15.02 et 23.17 % tout au long de la période de récolte considérée. Idem, pour les composés alcooliques dont les concentrations varient entre 9.98% et 14.76 %. Par ailleurs, les teneurs en aldéhydes et hydrocarbures sont plus importantes et varient respectivement entre (16.81% et 59.28%) et entre (5.41% et 56.16%), avec une prédominance des composés aldéhydiques. Par rapport à l'évolution de ces composés au cours de la maturation, on enregistre comme pour les huiles issues du régime pluvial une augmentation des concentrations en hydrocarbures et une diminution en celles des aldéhydes.





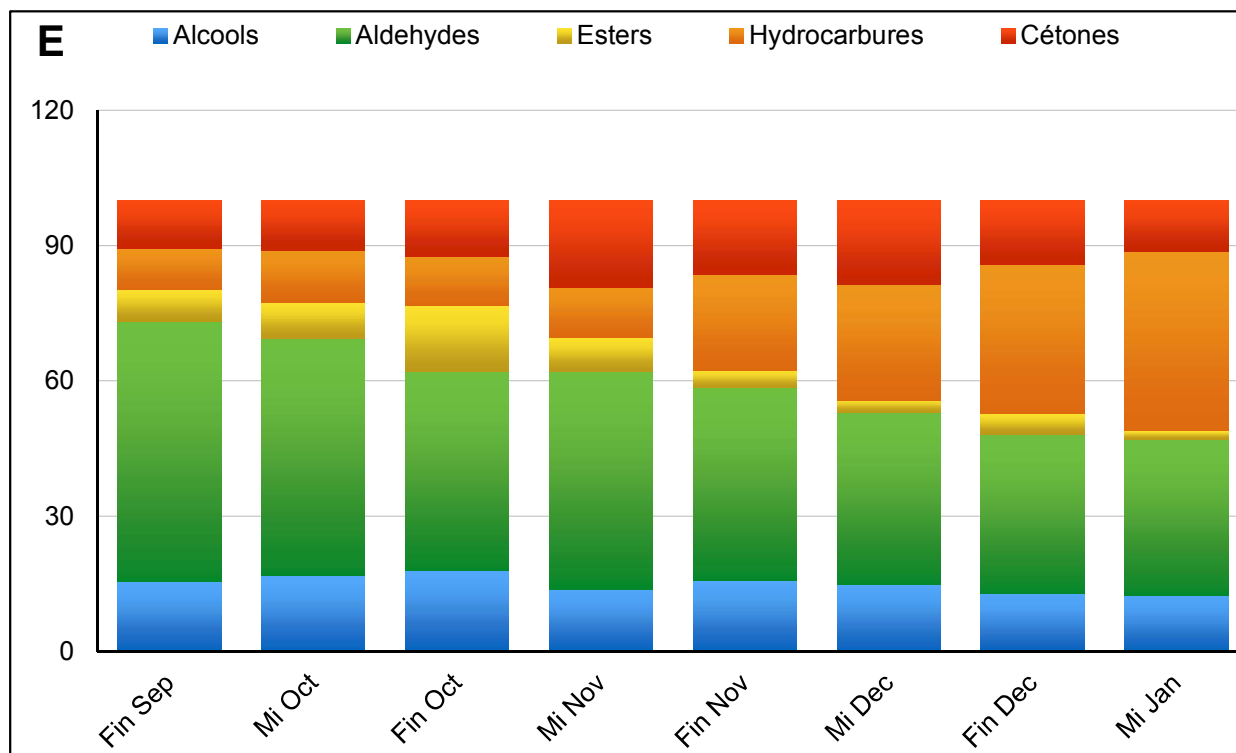


Figure 36. Variation de la concentration des principales familles des composés volatils (mg/Kg) des huiles d'olive des variétés A: Chemlal en culture irriguée, B: Chemlal en culture pluviale, C: Aghenfas, D: Buichret, E: Mekki au cours de la maturité.

### VII.1. Les composés volatils en C6 de la voie «lipoxygénase»

Dans cette étude, nous avons quantifié les composés volatils à six atomes de carbone, nommé aussi " volatils verts" (Aparicio et Morales, 1998), vu leur importance dans la détermination des saveurs agréables herbacées et fraîches tant recherchées dans l'huile d'olive vierge (Tableau 14). Ces composés dérivent d'une cascade de réactions enzymatiques commençant par la formation, via l'action de la lipoxygénase (LOX), des 13-hydroperoxydes à partir des acides linoléique et linoléique. En effet, des quantités variables d'hexanal, d'hexanol et d'acétate d'hexyle dérivent de l'oxydation de l'acide linoléique, tandis que la transformation enzymatique de l'acide linoléique après hydroperoxydation conduit à des composés tels que : le (Z)-3-héxénal, le (E)-2-héxénal, le (Z)-3-héxénol, le (E)-2-héxénol et l'acétate de (Z)-3-héxényl. Par ailleurs, lors du stockage de l'huile, il se produit un phénomène d'auto-oxydation qui conduit à la formation de composés tels que l'héxanal, le nonanal.....etc, considérés comme des marqueurs de dégradation de l'huile d'olive (Olias et al., 1993; Angerosa et al., 1998; Williams et al., 2000). Les différences dans l'accumulation des métabolites de la cascade de la lipoxygénase dépendent fortement des teneurs des enzymes qui y sont impliquées, des conditions d'extraction, du temps du stockage et du degré de maturation des olives (Angerosa et al., 1998 ;

**Aparicio et Morales, 1998; Gomez Rico et al., 2006).** En outre, les conditions climatiques et environnementales de la culture des oliviers peuvent influencer la production des composés volatils dans l'huile d'olive (**Montedoro et al., 1978; Aparicio et Morales, 1998; Vichi et al., 2003 ; Servili et al., 2000; Ben Temime et al., 2006c).**

Les teneurs en composés volatils en C<sub>6</sub> issus de la voie lipoxygénase (LOX), exprimées en milligrammes de standard interne (4-méthyl-2-pentanone) par kilogramme d'huile, dans les quatre variétés d'huiles d'olive mono-variétales algériennes étudiées sont rapportées dans le tableau 14.

Tous les échantillons analysés sont caractérisés par d'importantes teneurs en ces composés volatils à six atomes de carbone. Les variétés *Chemlal* et *Aghenfas* sont les plus riches en aldéhydes en C<sub>6</sub>, dont les teneurs varient respectivement (de 2.18 à 16.32 mg/Kg et de 14.98 à 24.47 mg/Kg), suit la variété *Buichret* (1.32-9.12 mg/Kg) et *Mekki* (0.11- 7.09 mg/Kg). Dans les huiles *Chemlal* issues de la parcelle irriguée, ces concentrations sont plus élevées et sont comprises entre 9.51 et 19.56 mg/Kg (Tableau 14), les aldéhydes étant les majeurs contributifs à cette fraction.

Par ailleurs, les teneurs des aldéhydes en C<sub>6</sub> sont clairement plus élevées que celles des alcools en C<sub>6</sub> dans tous les échantillons *Chemlal* et *Aghenfas*, comme il a été déjà rapporté pour l'huile d'olive vierge analysée par d'autres auteurs (**Angerosa et al., 1999**) ; ceci n'est pas toujours observé dans le cas des huiles *Mekki* et *Buichret* (Tableau 14). Ces résultats peuvent être expliqués par une activité différentielle de l'enzyme déshydrogénase alcool (ADH) qui réduit les composés aldéhydiques en C<sub>6</sub> en leurs alcools correspondants (**Angerosa et Basti, 2001**).

Nous notons, tout particulièrement, que le *E*-2-héxénal, responsable d'une sensation de fraîcheur agréable qui rappelle l'herbe fraîchement coupée très appréciée dans l'huile d'olive vierge, est le composé aldéhydique en C<sub>6</sub> majeur dans toutes les huiles étudiées tout au long de maturation des olives. Les huiles *Chemlal* sont les plus riches en cet aldéhyde en C<sub>6</sub> (7.90- 20.76 mgkg<sup>-1</sup>) alors que les huiles *Mekki* sont les plus pauvres en cette fraction (6.85-0.08 mg/kg) en conditions pluviales (Tableau 15). Pour les huiles *Chemlal* issues de la parcelle irriguée, ses concentrations sont aussi élevées et sont comprises entre 7.14 et 15.33 mg/Kg

Dans les huiles d'olive des variétés *Aghenfas*, *Mekki* et *Buichret*, les teneurs en *E*-2-héxénal baissent progressivement au fur et à mesure de la maturation des fruits. Cette tendance à la diminution des composés aldéhydiques en C<sub>6</sub> à des étapes tardives de maturation des fruits a

été également décrite par plusieurs auteurs (**Aparicio et Morales, 1998; Gomez Rico et al., 2006**). La baisse des concentrations en *E*-2-héxénal au cours du processus de la maturation a été également décrite chez les pommes (**Mattheis et al., 1991**).

Dans la fraction aromatique des huiles d'olive vierges *Chemlal*, les concentrations en *E*-2-héxénal ont tendance à augmenter de 9.59 mgkg<sup>-1</sup> (IM=0.86) (en régime d'irrigation) et de 16.44 mgkg<sup>-1</sup> (IM=1.19) (en conditions pluviales) pour atteindre respectivement 15.33 mg/kg (IM=1.45) et 20.76 mg/kg (IM=2.49) puis elles diminuent progressivement jusqu'à 7.23 mg/kg et 8.41 mg/kg, par ordre respectif vers la fin de leur maturité. D'autres études (**Montedoro et al., 1978; Angerosa et al., 1997**) ont montré que, durant la maturation des olives, les teneurs en composés aldéhydiques en C<sub>6</sub>, particulièrement le *E*-2-héxénal, augmentent pour atteindre une concentration maximale lorsque la couleur de l'épiderme d'olive est vert jaunâtre ou pourpre, selon les variétés. Au-delà de cette phase, la concentration en ces composés volatils baisse à cause d'une plus faible activité enzymatique, entraînant par conséquent, une réduction de l'intensité de quelques notes sensorielles herbacées (**Angerosa et Basti, 2001**).

Les huiles *Chemlal* provenant de la parcelle conduite en sec présentent les teneurs les plus élevées en composés volatils alcooliques à six atomes de carbone oscillant entre 1.54 et 3.61 mgkg<sup>-1</sup>; dans les échantillons issus de la parcelle irriguée, les concentrations en ces composés fluctuent entre 1.11 et 1.94 mgkg<sup>-1</sup>, alors que dans les huiles *Aghenfas, Mekki et Buichret*, elles varient respectivement entre 0.83-2.22; 1.06-2.40 et 1.58-2.90 mgkg<sup>-1</sup>. Bien que leurs descriptions sensorielles soient associées à une sensation d'herbacé-fruité et à des notes aromatiques douces, ces composés se montrent moins significatifs dans la détermination du profil sensoriel d'une huile d'olive vierge, à cause de leurs valeurs seuil d'odeur plus élevées (**Luna et al., 2006**). De l'examen du tableau 14, il ressort que l'héxan-1-ol, le *Z*-3-héxén-1-ol et le *E*-2-héxén-1-ol sont les composés volatils alcooliques en C<sub>6</sub> les plus présents dans les espaces de tête de toutes les huiles d'olive mono-variétales analysées.

Les teneurs en *Z*-3-héxén-1-ol suivent la même évolution au cours de la maturation des fruits quelque soit le régime hydrique adopté; en effet, les concentrations en cet alcool volatil ont tendance à augmenter très significativement ( $p < 0.001$ ) pour atteindre des valeurs maximales vers le mois de décembre et ensuite elles diminuent en janvier. Cependant, dans les huiles des trois autres variétés *Aghenfas, Mekki et Buichret*, les teneurs en ce composé volatil baissent significativement ( $p < 0.01$ ) au fur et à mesure de la maturation des olives.

Dans les huiles *Chemlal* issues des arbres non irrigués ainsi que dans les huiles *Aghenfas*, *et Buichret*, les teneurs en *E-2-héxén-1-ol* diminuent respectivement de 0.29 à 0.06 mgkg<sup>-1</sup>, mgkg<sup>-1</sup> et de 0.49 à 0.12 mgkg<sup>-1</sup> au cours du processus physiologique étudié. Alors que les huiles de la variété *Mekki* présentent une augmentation très significative ( $p < 0.001$ ) de 0.21 à 0.45 mgkg<sup>-1</sup>.

Le *E-2-héxén-1-ol* n'a pas été pratiquement détecté dans les huiles *Chemlal* provenant de la parcelle conduite en régime irrigué aux mois de septembre, octobre et novembre. Au-delà de cette période, les teneurs en cet alcool augmentent et demeurent comprises entre 0.11 et 0.24 mgkg<sup>-1</sup>.

Vers le mois de janvier, les teneurs en *héxan-1-ol* ont accusé une tendance croissante dans les huiles d'*Aghenfas* et *Buichret* alors qu'on note une baisse très significative ( $p < 0.001$ ) dans les concentrations en cet alcool dans les huiles *Chemlal* issues des arbres irrigués et non irrigués.

**Gomez Rico et al. (2006)** ont déjà rapporté une augmentation dans les teneurs de quelques alcools volatils en C<sub>6</sub> des huiles d'olive *Cornicabra* au cours de la maturation des fruits. Ceci n'était pas vérifié dans d'autres variétés européennes (*Picual* et *Coratina*) (**Aparicio et Morales, 1998**) probablement à cause des variations dans l'activité enzymatique de la déhydrogénase alcool (ADH) qui est génétiquement déterminé pour chaque cultivar (**Angerosa et al., 1999**). Compte tenu de ces observations, **Aparicio et Morales (1998)** ont conclu que l'*héxan-1-ol* ne contribue pas à la caractérisation de la maturation des olives.

Par ailleurs, d'autres investigations concernant les relations entre l'arôme de l'huile d'olive vierge et sa composition volatile ont affirmé que les aldéhydes et les alcools en six atomes de carbone sont les plus déterminants dans la perception des senteurs douces agréables (**Kalua et al., 2007**).

Les esters, composés associés avec des notes sensorielles florales (**Aparicio et Luna, 2002; Luna et al., 2006**), sont détectés dans les arômes de toutes les huiles mono-variétales analysées, mais ils sont mineurs comparés aux aldéhydes et aux alcools (annexe). Les teneurs les plus élevées en acétate de (*Z*)-3-hexenyl sont enregistrées dans les huiles *Chemlal* (1.19 mgkg<sup>-1</sup>) issues de la parcelle conduite en sec vers le mois de décembre ; alors que, les teneurs en cet ester ne dépassent pas 0.1 mgkg<sup>-1</sup> dans le reste des autres échantillons *Aghenfas*, *Mekki* et *Buichret*, indiquant une faible activité de l'enzyme alcool acyle transférase



(AAT) (**Angerosa et al., 1999**). On note une légère diminution des teneurs en acétate de (Z)- 3-hexenyl dans toutes les huiles testées au cours du processus de la maturation des fruits. **Aparicio et Morales (1998)** ont rapporté des tendances semblables pour les huiles *Arbequina*, *Picual*, *Coratina* et *Koroneiki*.

En outre, nos résultats soulignent que la concentration en composés volatils totaux est considérablement affectée par le régime d'irrigation. D'ailleurs, les huiles *Chemlal* obtenues à partir d'arbres non irrigués sont plus riches en composés volatils totaux (65.02- 55.35 mgkg<sup>-1</sup>) que les échantillons provenant de la parcelle conduite en sec (56,76-33.13 mgkg<sup>-1</sup>) tout au long de la période de récolte considérée.

Afin d'apprécier l'influence du régime hydrique sur la fraction aromatique des huiles *Chemlal*, nous avons étudié les variations des pourcentages en composés alcooliques et aldéhydiques en C<sub>6</sub> par rapport à la somme des composés en C<sub>6</sub> totaux (% C<sub>6</sub> alcools/ somme des C<sub>6</sub> totaux ; % C<sub>6</sub> aldéhydes / somme des C<sub>6</sub> totaux) au cours du processus de la maturation (Tableau 14).

Dans les huiles obtenues à partir de la culture pluvial, les composés alcooliques en C<sub>6</sub> ne représentent que 2.36% de la somme des composés en C<sub>6</sub> au mois de septembre. Ces proportions augmentent progressivement jusqu'à 6.52% vers le mois de janvier. Au mois de septembre, dans les huiles d'olive *Chemlal* issues de la culture irriguée, les composés alcooliques en C<sub>6</sub> ne présentent que 18.35% des composés en C<sub>6</sub> totaux. Les taux en ces composés ont tendance à augmenter pour devenir majoritaires à la fin du mois de novembre (43.80%), ensuite ils baissent remarquablement (31.48% en mois de janvier). En outre, dans les échantillons *Chemlal* issus de la culture irriguée, les pourcentages en composés aldéhydiques à six atomes de carbone augmentent considérablement de 1.96% au mois de septembre, pour atteindre 5.85% au mois de janvier. Idem pour la variété *Chemlal* conduite en système pluvial, les concentrations augmentent progressivement de 0.75% à 1.46 % au cours de la maturation des olives.

Les études de **Gomez Rico et al. (2006)** ont démontré que les composés volatils en C<sub>6</sub> particulièrement le *E*-2-héxénal, le *Z*-3-héxén-1-ol et l'héxan-1-ol sont affectés par le régime d'irrigation. En effet, l'augmentation des quantités d'eau donnée aux oliviers *Cornicabra* a engendré une diminution des pourcentages en composés volatils alcooliques, et une diminution en celle des composés aldéhydiques principalement dans les huiles issues à partir des fruits ayant des indices de maturité supérieurs à 2.5.

Tableau 14. Variations des concentrations en composés volatils en C6 de la voie «lipoxygénase» dans les huiles d'olive algériennes (Chemlal, Aghenfas, Buichret et Mekki).

	Fin Sep	Mi Oct	Fin Oct	Mi Nov	Fin Nov	Mi Dec	Fin Dec	Mi Jan
<b>Chemlal (régime Irrigué )</b>								
HEX*	0.81± 0.08 a	2.80± 0.68 c	3.56± 0.24 c	4.20± 0.19 d	1.92± 0.62 b	4.03±0.51 cd	2.33±0.78 bc	3.18± 0.27 c
E-2-HEX*	9.59±1.52 ab	12.54±2.42 b	15.17±3.27bc	15.33± 1.50c	11.70±1.88 b	7.76± 1.91 a	7.14± 0.68 a	7.23± 1.00 a
C6 ALD*	10.42± 1.19a	15.37±1.70bc	18.77± 1.87c	19.56± 0.66c	13.66± 1.27b	11.82±0.52ab	9.51± 0.17a	10.44± 1.25a
AC Z-3-	0.96± 0.06b	0.90± 0.07b	0.92± 0.02b	0.86± 0.17ab	0.80± 0.17ab	0.77±0.06 ab	0.43± 0.02a	0.18± 0.09a
HEX-1-OL*	0.16± 0.02ab	0.12± 0.03ab	0.17± 0.02b	0.13± 0.01ab	0.05± 0.00a	0.06± 0.01a	0.03± 0.00a	0.10± 0.01a
Z-3-HEX-1-OL*	0.95± 0.13a	1.22± 0.04a	1.39± 0.18a	1.96± 0.28ab	2.27± 0.19b	2.35± 0.82b	2.40± 0.26b	1.60± 0.03ab
E-2-HEX-1-OL	tr	tr	tr	tr	tr	0.11± 0.04 a	0.19± 0.01 a	0.24±0.05 a
C6 ALCs*	1.11± 0.07a	1.34± 0.28a	1.56±0.00 a	2.09±0.03 ab	2.32±0.02 ab	2.82±0.11b	2.62±0.06b	1.94± 0.02ab
%C6ALCs/ΣC6!	18.35± 1.20a	28.01±5.71b	37.34±3.90b	43.80± 6.04c	32.42±5.21bc	32.41±4.40bc	25.71± 2.61b	31.48±0.19bc
%C6ALDs/ΣC6!	1.96± 0.19a	2.44± 0.21ab	3.10±0.04 b	4.68± 0.07c	5.50± 1.12d	7.73±0.51 e	7.08± 0.42 e	5.85± 0.21d
<b>Chemlal (régime pluvial)</b>								
HEX*	4.34± 0.03 b	4.53± 0.06b	3.69± 0.42 a	4.47± 0.62 b	5.23± 0.55 c	6.50± 1.00 c	7.86± 0.58d	6.54± 1.03 c
E-2-HEX*	16.44± 1.29c	18.87± 1.15d	20.76± 1.28e	12.18± 1.82b	10.82±1.80ab	8.72± 2.37a	7.90± 1.06 a	8.41±1.22 a
C6 ALD*	20.79± 0.64b	23.41±1.48bc	24.47± 3.46c	16.66±3.85ab	16.07±2.61ab	15.23± 1.09a	15.77± 2.14a	14.98± 0.37a
AC Z-3-	0.84± 0.03a	0.74± 0.07a	0.66± 0.07a	0.56± 0.06a	0.66± 0.00a	1.19± 0.78b	0.27± 0.06a	0.17± 0.02a
HEX-1-OL*	0.02± 0.00a	0.06± 0.00a	0.01± 0.00a	0.01± 0.00a	0.06± 0.00a	0.03± 0.00a	0.05± 0.01a	0.13± 0.00a
Z-3-HEX-1-OL*	1.36± 0.02a	1.78± 0.35a	2.15± 0.00b	2.48± 0.37b	2.75± 0.03b	3.07± 1.28c	4.02± 0.35d	3.44± 0.72c
E-2-HEX-1-OL	0.16± 0.00b	0.15± 0.02 b	0.08± 0.00 a	0.07± 0.00a	0.06± 0.00a	0.05± 0.00a	0.06± 0.01a	0.04± 0.00a
C6 ALCs*	1.54± 0.05a	1.99± 0.04 a	2.24± 0.07b	2.56± 0.25b	2.87± 0.18b	3.15± 0.97bc	4.13± 0.20d	3.61± 1.27c
%C6ALCs/ΣC6!	2.36± 0.02 a	3.18± 0.09 b	3.41± 0.17b	3.90± 0.68bc	4.57± 0.37c	5.07± 0.37c	7.14± 0.37e	6.52± 0.36d
%C6ALDs/ΣC6!	0.75 ± 0.09a	1.11± 0.03ab	1.07± 0.01ab	1.41± 0.12b	1.49± 0.08b	1.45± 0.18b	1.43± 0.23b	1.46± 0.20b
<b>Aghenfas</b>								
HEX*	3.44± 0.46 d	0.12± 0.03a	2.47± 0.05c	2.51± 0.52c	1.16± 0.08b	0.45± 0.05a	0.63± 0.07b	0.19± 0.02a
E-2-HEX*	12.86± 2.25d	11.98± 1.32d	7.34± 1.12c	2.07± 0.70b	3.16± 1.01b	2.73± 0.17b	1.77± 0.38a	1.98± 0.36a
C6 ALD*	16.32± 2.18e	12.11±1.10de	9.83± 1.24c	4.60± 0.31b	4.33± 0.97b	3.19±0.16 ab	2.41± 0.11a	2.18± 0.27a
AC Z-3-	0.33± 0.09a	0.27± 0.03a	0.22± 0.03a	0.26± 0.07a	0.18± 0.01a	0.12± 0.08a	tr	tr
HEX-1-OL*	0.24± 0.05c	0.23± 0.02c	0.12± 0.00b	0.16± 0.01b	0.01± 0.00a	0.02± 0.00a	0.04± 0.00a	0.01± 0.00a

**Résultats et discussion**

<b>Z-3-HEX-1-OL*</b>	1.69± 0.73c	1.02± 0.58c	1.09± 0.04c	0.61± 0.07ab	0.60± 0.17ab	0.44± 0.10a	0.78± 0.17b	0.76± 0.14b
<b>E-2-HEX-1-OL</b>	0.29± 0.06b	0.27± 0.02b	0.19± 0.04a	0.12± 0.00a	0.10± 0.01a	0.10± 0.00a	0.08± 0.00a	0.06± 0.00a
<b>C6 ALCs*</b>	2.22± 0.25c	1.52± 0.27b	1.40± 0.20b	0.89± 0.02ab	0.73± 0.19a	0.56± 0.05a	0.90± 0.21ab	0.83± 0.20ab
<b>%C6ALCs/ΣC6!</b>	28.83± 2.20c	22.53±3.33bc	19.22±2.36bc	8.98± 0.16aa	8.57± 0.66a	6.82± 1.20a	5.28± 1.20a	5.01± 1.34a
<b>%C6ALDs/ΣC6!</b>	3.92± 0.63d	2.82± 0.11c	2.73± 0.31c	1.73± 0.18ab	1.44± 0.12a	1.19± 0.38a	1.97± 0.08b	1.91± 0.26b
<b>Mekki</b>								
<b>HEX*</b>	0.64± 0.18b	1.62± 0.22c	0.54± 0.06b	0.05± 0.00a	0.13± 0.03a	0.03± 0.00a	0.07± 0.00a	0.03± 0.00a
<b>E-2-HEX*</b>	6.85± 1.31e	4.13± 0.88d	1.22± 0.18c	0.58± 0.15b	0.75± 0.15b	0.48± 0.11b	0.66± 0.07b	0.08± 0.00a
<b>C6 ALD*</b>	7.09± 0.11e	5.75± 1.26d	5.76± 0.34c	0.64± 0.17b	0.88± 0.18b	0.51± 0.09b	0.73± 0.13b	0.11± 0.02a
<b>AC Z-3-</b>	0.13± 0.01a	0.10± 0.07a	0.07± 0.00a	tr	tr	tr	tr	tr
<b>HEX-1-OL*</b>	0.23± 0.02a	0.31± 0.05b	0.12± 0.00a	0.20± 0.02a	0.10± 0.01a	0.11± 0.02a	0.12± 0.06a	0.08± 0.01a
<b>Z-3-HEX-1-OL*</b>	1.96± 0.08b	1.87± 0.19b	2.12± 0.52c	1.17± 0.30b	1.38± 0.24b	0.66± 0.08a	0.99± 0.08a	0.53± 0.12a
<b>E-2-HEX-1-OL</b>	0.21± 0.01a	0.21± 0.02a	0.21± 0.03a	0.22± 0.08a	0.12± 0.03a	0.18± 0.03a	0.13± 0.01a	0.45± 0.03b
<b>C6 ALCs*</b>	2.40± 0.45c	2.39± 0.84c	2.45± 0.27c	1.59± 0.42b	1.60± 0.29b	0.95± 0.14a	1.24± 0.05ab	1.06± 0.27a
<b>%C6ALCs/ΣC6!</b>	18.32± 2.38c	15.54± 2.56c	5.23± 1.11b	2.01± 0.09b	3.02± 0.25b	1.95± 0.25b	3.23± 0.88b	0.54± 0.17a
<b>%C6ALDs/ΣC6!</b>	6.20± 1.03c	6.46± 0.49c	7.29± 1.20c	5.00± 0.63ab	5.49± 0.73b	3.63± 0.22a	5.49± 0.83b	5.24± 1.18b
<b>Buichret</b>								
<b>HEX*</b>	1.89± 0.16b	2.10± 0.23c	1.03± 0.02ab	2.14± 0.26	1.49± 0.16b	1.15± 0.56ab	1.20± 0.36ab	0.86± 0.05ab
<b>E-2-HEX*</b>	7.22± 1.55d	5.04± 0.82c	5.18± 0.59c	1.55± 0.32b	1.38± 0.15b	0.63± 0.07a	0.22± 0.05a	0.45± 0.04a
<b>C6 ALD*</b>	9.12± 0.42d	7.15± 0.68c	6.22± 1.00c	3.71± 0.55b	2.88± 0.36ab	1.80± 0.13ab	1.44± 0.17a	1.32± 0.11a
<b>AC Z-3-</b>	0.22± 0.01a	0.19± 0.02a	0.11± 0.01a	0.09± 0.01a	tr	tr	tr	tr
<b>HEX-1-OL*</b>	0.24± 0.00b	0.12± 0.02ab	0.15± 0.00b	0.20± 0.03b	0.10± 0.02ab	0.20± 0.06b	0.21± 0.03b	0.02± 0.00a
<b>Z-3-HEX-1-OL*</b>	2.17± 0.34ab	2.01± 0.18ab	2.14± 0.08ab	1.89± 0.11ab	2.22± 0.17b	1.96± 0.31ab	1.16± 0.45a	1.44± 0.09ab
<b>E-2-HEX-1-OL</b>	0.49± 0.06a	0.40± 0.06a	0.51± 0.08a	0.39± 0.07a	0.28± 0.03a	0.40± 0.06a	0.32± 0.05a	0.12± 0.00a
<b>C6 ALCs*</b>	2.90± 0.21b	2.53± 0.20b	2.80± 0.26b	2.48± 0.12b	2.60± 0.41b	2.56± 0.58b	1.69± 0.12a	1.58± 0.32a
<b>%C6ALCs/ΣC6!</b>	22.98± 3.63c	19.45±2.27bc	17.20± 1.70b	11.76± 1.11ab	9.09± 1.42ab	6.28± 1.03a	6.25± 0.72a	6.53± 0.74a
<b>%C6ALDs/ΣC6!</b>	7.31± 0.70c	6.88± 0.41b	7.74± 0.81c	7.86± 0.17cd	8.21± 0.34cd	8.94± 0.26d	5.33± 0.79a	5.46± 0.48a

Les données sont exprimées par  $\text{mg kg}^{-1}$  équivalent de 4-méthyl-2-pentanol (standard interne); Les données sont exprimées en pourcentage ; tr : traces ( $<0.1 \text{ mg kg}^{-1}$ ). **HEX**. hexanal; **E-2-HEX** : E-2-hexenal; **ALD C<sub>6</sub>** : aldéhydes totaux en C<sub>6</sub>; **AC Z-3-HEX** : acétate Z-3-hexenyl; **HEX-1-OL** : hexen-1-ol; **Z-3-HEX-OL** : Z-3-hexen-1-ol; **E-2-HEX-1-OL** : E-2-hexen-1-ol; **ALCs C<sub>6</sub>** : alcools totaux en C<sub>6</sub>; **%C<sub>6</sub> ALCs/ΣC<sub>6</sub>** : % alcoolstotaux en C<sub>6</sub> par

rapport à la somme des composés en C<sub>6</sub> totaux; %C<sub>6</sub> ALDs/ΣC<sub>6</sub>. % C<sub>6</sub> aldéhydes totaux par rapport à la somme des composés en C<sub>6</sub> totaux.

## VII.2. Les composés volatils en C<sub>5</sub> de la voie «lipoxygénase».

En plus de cette série de composés en C<sub>6</sub>, nous avons pu détecter des composés en C<sub>5</sub>, la présence de ces derniers indique l'existence d'une branche secondaire de la voie de la lipoxygénase dont le substrat est l'acide linoléique et qui mène à la production des substances généralement présentes dans les huiles de graine de Soja (**Slach et al., 1995**). Ces substances sont également présentes dans l'arôme de l'huile d'olive vierge (**Angerosa, 2000**). Les conditions expérimentales adoptées dans cette étude ont permis de détecter des teneurs appréciables en composés volatils en C<sub>5</sub> dans toutes les huiles examinées. En effet, dans les huiles *Chemlal*, *Aghenfas*, *Mekki* et *Buichret* expriment respectivement des teneurs comprises entre (1.81 et 4.42; 2.94 et 5.84; 4.30 et 6.52; 3.44 et 7.88 mgkg<sup>-1</sup>) (Tableau 15).

Les travaux de **Angerosa et al. (1998)** ont signalé que les pentènes dimères, pentanols, et les composés carbonylés en C<sub>5</sub> sont des produits de la bioformation de l'arôme de l'huile d'olive. Ces derniers dériveraient de l'hydroxylation ou de la dimérisation des radicaux «pentène» issus de la β-scission des radicaux alkoxy formés à partir des 13-hydroperoxydes par mécanisme enzymatique (**Angerosa et al., 1998**).

Le tableau 15 indique que les huiles d'olive algériennes étudiées contiennent de raisonnables quantités de cétones C<sub>5</sub> (1-penten-3-one et 3-pentanone), d'aldéhydes C<sub>5</sub> (pentanal et *E*-2-pentenal), et d'alcools C<sub>5</sub> (1-penten-3-ol, 1-pentanol et *Z*-2-pentenol) ainsi que de pentène dimère : 3-éthyl-1,5-octadiène. Les teneurs en C<sub>5</sub> aldéhydes varient entre 0.50 et 1.52 mgkg<sup>-1</sup>, entre 0.88 et 1.91 mgkg<sup>-1</sup>, entre 1.33 et 2.07 mgkg<sup>-1</sup> et entre 1.11 et 2.52 mgkg<sup>-1</sup> respectivement dans les huiles *Chemlal*, *aghenfas*, *Mekki* et *Buichret*. Les concentrations notées dans les échantillons *Chemlal* obtenus en conditions d'irrigation sont moins faibles (entre 0.31 et 1.17 mgkg<sup>-1</sup>) que celles obtenues en conditions pluviales. Généralement, nous notons une légère diminution de ce composé dans toutes les huiles de l'ensemble des variétés étudiées. Le pentanal est le principal aldéhyde en C<sub>5</sub> quantifié dans tous les échantillons analysés. Par ailleurs, on a détecté, dans les espaces de tête des huiles étudiées, de faibles teneurs en *E*-2-pentenal.

En ce qui concerne les composés volatils alcooliques à 5 atomes de carbone, nos résultats indiquent que les teneurs en ces composés oscillent entre 0.63 et 1.50 mgkg<sup>-1</sup> dans les huiles de *Chemlal* et entre 1.93 et 0.94 mgkg<sup>-1</sup> dans les huiles d'*Aghenfas*, entre 2.21 et 1.38 mgkg<sup>-1</sup> dans

les huiles de *Mekki* et entre 2.66 et 1.10 mgkg<sup>-1</sup> dans les huiles de *Buichret*. On a également, noté que les teneurs en ces composés volatils ont tendance à baisser au cours de la maturation des fruits pour toutes les huiles mono-variétales testées (Tableau 15). Selon **Kalua et al. (2007)**, les composés volatils aldéhydiques et alcooliques en C<sub>5</sub> contribuent aux attributs positifs de l'huile d'olive, en fournissant les sensations agréables de piquant et d'amertume.

Concernant les cétones en C<sub>5</sub>, les teneurs en 3-pentanone ne dépassent pas 0.7 mg kg<sup>-1</sup> dans toutes les huiles étudiées. D'autre part, les teneurs en 1-penten-3-one sont très faibles et oscillent entre 0.07 et 0.79 mgkg<sup>-1</sup>, entre 0.96 et 1.78 mgkg<sup>-1</sup>, entre 1.39 et 1.94 mgkg<sup>-1</sup>, et entre 1.12 et 2.43 mgkg<sup>-1</sup> respectivement dans les huiles *Chemlal*, *Aghenfas*, *Mekki* et *Buichret*. Ce dernier produit volatil a été associé principalement aux attributs vert-fruité, doux et agréable (**Angerosa, 2000; Luna et al., 2006**). D'autres auteurs ont proposé ce cétone comme un marqueur utile du défaut d'odeur «off-flavour» métallique (**Venkateshwarlu et al., 2004**).

Aussi, les teneurs en pentanal dans les huiles d'olive *Chemlal* obtenues en régime d'irrigation accusent pendant la maturation des olives, une tendance décroissante, comme on l'a déjà observé pour le même cultivar cultivé en conditions pluviales (Tableau 15). Nos résultats soulignent, également, qu'à l'exception de la troisième date de récolte, les huiles *Chemlal* obtenues en régime d'irrigation sont plus faibles en composés volatils alcooliques à 5 atomes de carbone que celles issues de la culture pluviale. On a aussi enregistré une teneur maximale en 1-penten-3-one 2.33 mgkg<sup>-1</sup> dans les huiles *Chemlal* issues de la parcelle non irriguée vers la fin du mois de janvier, alors qu'à cette même date de récolte, les huiles issues des arbres irrigués ne contiennent que 0.29 mgkg<sup>-1</sup> en ce cétone. Ces résultats ne concordent pas avec ceux de **Gomez Rico et al. (2006)** qui n'ont pas mis en évidence l'influence de l'irrigation des oliviers sur les composés volatils en C<sub>5</sub> dans les huiles d'olive *Cornicabra*.

Par ailleurs, l'ensemble des résultats relatifs, à la variation des composés aromatiques générés par la voie lipoxygénase, permet de confirmer l'influence de la variété, du degré de maturation et de la pratique culturale sur la composition des espaces de tête des huiles monovariétales algérienne testées. Dans le même ordre d'idées, **Angerosa et Basti (2001)** ont affirmé que la distribution des composés volatils en C<sub>5</sub> et en C<sub>6</sub> contribue à la caractérisation des différentes étapes de maturation des olives.

Selon **Angerosa et al. (2004)**, le facteur variétal est le plus déterminant dans la composition aromatique car la biosynthèse des métabolites qui orientent la fraction volatile,

dépend des caractéristiques génétiques définissant les concentrations et les activités des enzymes impliquées dans la voie de la lipoxigénase.

**Tableau 15. Variations concentrations en composés volatils en C5 de la voie «lipoxigénase» dans les huiles d'olive algériennes (Chemlal, Aghenfas, Buichret, Mekki).**

	Fin Sep	MiOct	Fin Oct	Mi Nov	Fin Nov	Mi Dec	Fin Dec	Mi Jan
<i>Chemlal (régime Irrigué)</i>								
<b>PENT</b>	1.02± 0.01b	0.98± 0.12ab	0.87± 0.13ab	0.77± 0.10ab	0.68± 0.07ab	0.61± 0.12ab	0.45± 0.06ab	0.29± 0.04a
<b>E-2-PENT</b>	0.15± 0.02a	0.12± 0.01a	0.10± 0.00a	0.08± 0.00a	0.06± 0.00a	0.04± 0.00a	0.03± 0.00a	0.02± 0.00a
<b>C5ALD*</b>	1.17± 0.21b	1.10± 0.33ab	0.97± 0.15ab	0.85± 0.11ab	0.74± 0.10ab	0.65± 0.11ab	0.48± 0.04ab	0.31± 0.06a
<b>1-P-3-ONE</b>	0.79± 0.06b	0.73± 0.10ab	0.51± 0.09b	0.36± 0.07ab	0.38± 0.09ab	0.27± 0.03ab	0.12± 0.01a	0.07± 0.01a
<b>3-P-ONE</b>	0.42± 0.03a	0.45± 0.09a	0.35± 0.08a	0.37± 0.06a	0.40± 0.02a	0.28± 0.02a	0.29± 0.06a	0.22± 0.08a
<b>C<sub>5</sub>C<sub>5</sub></b>	1.21± 0.14a	1.18± 0.37a	0.86± 0.11a	0.73± 0.11a	0.78± 0.09a	0.55± 0.07a	0.41± 0.08a	0.29± 0.05a
<b>1-P-3-OL</b>	0.30± 0.07a	0.43± 0.04a	0.51± 0.08a	0.37± 0.08a	0.25± 0.00a	0.13± 0.00a	0.08± 0.01a	0.13± 0.04a
<b>1-P-OL</b>	0.33± 0.08a	0.25± 0.00a	0.21± 0.01a	0.24± 0.06a	0.17± 0.00a	0.14± 0.02a	0.13± 0.02a	0.07± 0.00a
<b>Z-2-P-OL</b>	0.62± 0.12a	0.54± 0.01a	0.45± 0.06a	0.48± 0.14a	0.32± 0.02a	0.25± 0.00a	0.20± 0.03a	0.10± 0.00a
<b>C5ALC<sub>5</sub></b>	1.25± 0.39b	1.22± 0.19ab	1.17± 0.29ab	1.09± 0.15ab	0.74± 0.12a	0.52± 0.05a	0.41± 0.06a	0.30± 0.02a
<b>P DIM<sub>5</sub></b>	0.18± 0.00a	0.23± 0.02a	0.15± 0.03a	0.17± 0.03a	0.11± 0.02a	0.09± 0.00a	0.05± 0.00a	0.06± 0.01a
<i>Chemlal (régime pluvial)</i>								
<b>PENT</b>	1.20± 0.03b	0.84± 0.05a	0.70± 0.06a	0.54± 0.10a	0.49± 0.09a	0.51± 0.04a	0.44± 0.08a	0.51± 0.02a
<b>E-2-PENT</b>	0.32± 0.02a	0.30± 0.06a	0.28± 0.05a	0.20± 0.08a	0.16± 0.09a	0.11± 0.04a	0.06± 0.00a	0.04± 0.00a
<b>C5ALD*</b>	1.52± 0.60b	1.14± 0.01ab	0.98± 0.13a	0.74± 0.20a	0.65± 0.10a	0.62± 0.06a	0.50± 0.16a	0.55± 0.05a
<b>1-P-3-ONE</b>	0.84± 0.07a	0.69± 0.10a	0.76± 0.11a	0.20± 0.09a	0.30± 0.08a	0.08± 0.00a	0.32± 0.02a	2.12± 0.31b
<b>3-P-ONE</b>	0.63± 0.11a	0.54± 0.03a	0.32± 0.05a	0.45± 0.05a	0.30± 0.03a	0.36± 0.04a	0.20± 0.01a	0.21± 0.06a
<b>C<sub>5</sub>C<sub>5</sub></b>	1.47± 0.28b	1.23± 0.44ab	1.08± 0.10ab	0.65± 0.17a	0.60± 0.04a	0.44± 0.02a	0.52± 0.06a	2.33± 0.11c
<b>1-P-3-OL</b>	0.45± 0.07a	0.42± 0.03a	0.36± 0.07a	0.29± 0.04a	0.19± 0.02a	0.20± 0.01a	0.16± 0.01a	0.16± 0.02a
<b>1-P-OL</b>	0.29± 0.05a	0.33± 0.05a	0.24± 0.03a	0.11± 0.02a	0.23± 0.08a	0.36± 0.02a	0.26± 0.02a	0.21± 0.05a
<b>Z-2-P-OL</b>	0.76± 0.02b	0.64± 0.03ab	0.62± 0.13ab	0.48± 0.00ab	0.32± 0.01a	0.30± 0.01a	0.28± 0.03a	0.26± 0.02a
<b>C5ALC<sub>5</sub></b>	1.50± 0.26b	1.39± 0.31b	1.22± 0.19b	0.88± 0.13a	0.74± 0.18a	0.86± 0.10a	0.70± 0.11a	0.63± 0.08a
<b>P DIM<sub>5</sub></b>	0.52± 0.02a	0.18± 0.02a	0.47± 0.07a	0.41± 0.08a	0.33± 0.04a	0.24± 0.02a	0.30± 0.08a	0.22± 0.03a
<i>Aghenfas</i>								
<b>PENT</b>	1.44± 0.07b	1.31± 0.25b	1.10± 0.38b	0.88± 0.14a	0.73± 0.08a	0.76± 0.10a	0.82± 0.03a	0.82± 0.13a

*Résultats et discussion*

<b>E-2-PENT</b>	0.47± 0.06a	0.39± 0.04a	0.33± 0.04a	0.26± 0.08a	0.21± 0.08a	0.17± 0.06a	0.10± 0.00a	0.06± 0.00a
<b>C5ALD*</b>	1.91± 0.22c	1.70± 0.02c	1.43± 0.12b	1.14± 0.27ab	0.94± 0.15a	0.93± 0.14a	0.92± 0.11a	0.88± 0.21a
<b>1-P-3-ONE</b>	1.78± 0.31b	1.64± 0.04b	1.65± 0.28b	1.40± 0.22ab	1.36± 0.20ab	1.04± 0.26a	1.21± 0.10a	0.96± 0.07a
<b>3-P-ONE</b>	0.17± 0.02a	0.18± 0.00a	0.11± 0.02a	0.13± 0.06a	0.06± 0.00a	0.07± 0.01a	0.05± 0.00a	0.02± 0.00a
<b>C<sub>5</sub>C<sub>5</sub></b>	1.95± 0.09b	1.82± 0.16ab	1.76± 0.21ab	1.53± 0.15ab	1.42± 0.32a	1.11± 0.34a	1.26± 0.31a	0.98± 0.12a
<b>1-P-3-OL</b>	0.52± 0.04a	0.53± 0.07aa	0.56± 0.07a	0.67± 0.03a	0.79± 0.10a	0.70± 0.08a	0.84± 0.09a	0.85± 0.16a
<b>1-P-OL</b>	0.46± 0.03b	0.32± 0.04ab	0.21± 0.05ab	0.13± 0.03a	0.09± 0.00aa	0.05± 0.00a	0.02± 0.00a	0.02± 0.00a
<b>Z-2-P-OL</b>	0.95± 0.12ab	0.99± 0.08b	0.85± 0.06ab	0.68± 0.02ab	0.23± 0.04a	0.29± 0.05a	0.10± 0.01a	0.07± 0.00a
<b>C5ALC<sub>5</sub></b>	1.93± 0.21b	1.84± 0.26ab	1.62± 0.19ab	1.48± 0.12ab	1.11± 0.35a	1.04± 0.22a	0.96± 0.18a	0.94± 0.17a
<b>P DIM<sub>5</sub></b>	0.53± 0.03b	0.80± 0.14c	0.36± 0.05b	0.27± 0.02b	0.32± 0.04b	0.28± 0.07b	0.08± 0.00a	0.09± 0.01a

*Mekki*

<b>PENT</b>	1.87± 0.18b	1.77± 0.23ab	1.78± 0.57ab	1.62± 0.21a	1.58± 0.10a	1.48± 0.21a	1.40± 0.16a	1.30± 0.09a
<b>E-2-PENT</b>	0.20± 0.01a	0.16± 0.05a	0.10± 0.00a	0.08± 0.00a	0.05± 0.00a	0.04± 0.00a	0.04± 0.00a	0.03± 0.00a
<b>C5ALD*</b>	2.07± 0.03b	1.93± 0.15ab	1.88± 0.23ab	1.70± 0.21a	1.63± 0.10a	1.52± 0.11a	1.44± 0.02b	1.33± 0.12a
<b>1-P-3-ONE</b>	1.94± 0.16a	1.99± 0.24a	1.79± 0.33a	1.88± 0.30a	2.14± 0.18b	1.60± 0.07a	1.45± 0.02a	1.39± 0.28a
<b>3-P-ONE</b>	0.21± 0.02b	0.23± 0.07b	0.31± 0.06b	0.20± 0.01b	0.05± 0.00a	0.04± 0.00a	0.06± 0.00a	0.04± 0.00a
<b>C<sub>5</sub>C<sub>5</sub></b>	2.15± 0.04ab	2.22± 0.17b	2.10± 0.18ab	2.08± 0.26ab	2.19± 0.37ab	1.64± 0.16a	1.51± 0.10a	1.43± 0.14a
<b>1-P-3-OL</b>	0.54± 0.09a	0.50± 0.23a	0.60± 0.07a	0.63± 0.05a	0.83± 0.02a	1.29± 0.26b	1.25± 0.07b	1.31± 0.19b
<b>1-P-OL</b>	0.56± 0.08b	0.58± 0.11b	0.49± 0.09b	0.33± 0.01b	0.30± 0.06b	0.15± 0.02ab	0.06± 0.00a	0.01± 0.00a
<b>Z-2-P-OL</b>	1.11± 0.16b	1.02± 0.18b	0.99± 0.14b	0.86± 0.13b	0.64± 0.05b	0.34± 0.01ab	0.20± 0.02ab	0.06± 0.00a
<b>C5ALC<sub>5</sub></b>	2.21± 0.27c	2.10± 0.29c	2.08± 0.07c	1.82± 0.34b	1.77± 0.26ab	1.78± 0.09ab	1.51± 0.23a	1.38± 0.23a
<b>P DIM<sub>5</sub></b>	0.44± 0.12ab	0.62± 0.07b	0.58± 0.09ab	0.50± 0.10ab	0.22± 0.10a	0.05± 0.00a	0.14± 0.00a	0.10± 0.01a

*Buichret*

<b>PENT</b>	2.06± 0.42b	2.00± 0.12b	1.78± 0.20b	1.59± 0.12ab	1.43± 0.13ab	1.36± 0.12ab	1.24± 0.16ab	1.05± 0.23a
<b>E-2-PENT</b>	0.46± 0.11a	0.37± 0.02a	0.31± 0.09a	0.25± 0.06a	0.19± 0.01a	0.11± 0.00a	0.09± 0.01a	0.06± 0.00a
<b>C5ALD*</b>	2.52± 0.28d	2.37± 0.18cd	2.09± 0.18c	1.84± 0.05b	1.62± 0.11ab	1.47± 0.09a	1.33± 0.08a	1.11± 0.32a
<b>1-P-3-ONE</b>	2.43± 0.31b	2.40± 0.24b	2.61± 0.44b	2.01± 0.17b	1.48± 0.05a	1.26± 0.08a	1.43± 0.14a	1.12± 0.24a
<b>3-P-ONE</b>	0.19± 0.04a	0.13± 0.01a	0.05± 0.00a	0.04± 0.00a	0.05± 0.00a	0.06± 0.00a	0.04± 0.00a	0.02± 0.00a
<b>C<sub>5</sub>C<sub>5</sub></b>	2.62± 0.16b	2.53± 0.25b	2.66± 0.27b	2.05± 0.13b	1.53± 0.07a	1.32± 0.18a	1.47± 0.15a	1.14± 0.17a
<b>1-P-3-OL</b>	0.70± 0.06a	0.84± 0.08a	0.93± 0.06a	1.08± 0.04a	0.74± 0.06a	0.86± 0.03a	1.03± 0.06a	0.80± 0.10a
<b>1-P-OL</b>	0.66± 0.25b	0.57± 0.09b	0.22± 0.01ab	0.40± 0.02ab	0.36± 0.02ab	0.21± 0.05ab	0.05± 0.00a	0.08± 0.01a
<b>Z-2-P-OL</b>	1.30± 0.18c	1.11± 0.02c	1.05± 0.32c	0.88± 0.03b	0.64± 0.09ab	0.48± 0.10a	0.31± 0.01a	0.22± 0.08a

<b>C5ALC<sub>5</sub></b>	2.66± 0.29b	2.52± 0.03b	2.20± 0.41b	2.36± 0.21b	1.74± 0.18a	1.55± 0.31a	1.39± 0.28a	1.10± 0.20a
<b>P DIM<sub>5</sub></b>	0.23± 0.01ab	0.34± 0.03b	0.33± 0.07ab	0.29± 0.02ab	0.20± 0.00ab	0.11± 0.07a	0.05± 0.00a	0.01± 0.00a

Les données sont exprimées par mg/kg équivalent de 4-méthyl-2-pentanol (standard interne); ; **PENT** : pentanal; **E-2-PENT** : E-2-pentenal; **ALD C<sub>5</sub>**: aldéhydes en C<sub>5</sub> totaux; **1-P-3-ONE**: 1-pentan-3-one; **3-P-ONE**: 3-pentanone; **C<sub>5</sub>** : cétone en C<sub>5</sub> totaux; **1-P-3-OL** : 1-pentan-3-ol; **1-P-OL**: 1-pentanol; **Z-2-P-OL**: Z-2-pentenol; **ALCs C<sub>5</sub>** : C<sub>5</sub> alcools totaux; **P DIMs** : pentènes dimères.

### VIII. Etude de l'évolution des indices de maturité en fonction de l'altitude

Les résultats de l'évolution des indices de maturité en fonction de l'altitude sont illustrés dans le tableau 16. Il apparaît clairement que plus on monte en altitude, la valeur de l'indice de maturité diminue pour la même variété et pour la même date de récolte. L'évolution des indices de maturité diffèrent très significativement ( $p < 0.01$ ) entre les différents niveaux d'altitude pour l'ensemble des variétés.

En comparant les indices de maturité au mois de janvier, nous avons noté que ces derniers diminuent de 1.38, 0.72, 1.08e et 1.18 unités entre les altitudes 200 et 400 mètres respectivement dans les variétés *Chemlal*, *Aghenfas*, *Buichret* et *Mekki* et ont diminué d'avantage lorsqu'on a atteint à 800 mètres d'altitude, avec des différences estimées de 0.76, 0.44, 0.54, 0.02 unités dans le même ordre précédant.

**Tableau 16. Evolution des indices de maturité des huiles d'olive de quatre variétés (Chemlal, Aghenfas, Buichret et Mekki) en fonction de l'altitude.**

	Fin Sep	MiOct	Fin Oct	Mi Nov	Fin Nov	Mi Dec	Fin Dec	Mi Jan
<b>200 m</b>								
<b>Chemlal</b>	1.65± 0.02 a	2.13 ± 0.01 b	2.65 ±0.03 bc	2.88±0.02 bc	3.42±0.02 c	4.48 ± 0.02 d	4.62± 0.01d	5.85 ± 0.03 e
<b>Aghenfas</b>	1.67 ± 0.00 a	2.34 ± 0.02 b	2.75 ± 0.02 b	3.24 ± 0.01c	3.61± 0.00cd	3.98±0.03d	4.33 ± 0.01 e	4.74 ± 0.02 e
<b>Buichret</b>	1.38 ± 0.03 a	2.28 ± 0.00 b	2.77 ± 0.02 b	3.06 ± 0.02 c	3.65 ± 0.01c	4.18 ± 0.01 d	4.38 ± 0.02 d	5.10 ± 0.01 e
<b>Mekki</b>	1.70± 0.01 a	2.11±0.02 ab	2.80 ± 0.03 b	3.19 ± 0.02 c	3.57± 0.02 c	3.82± 0.02 c	4.28 ± 0.01 d	5.32 ± 0.01 e
<b>800 m</b>								
<b>Chemlal</b>	0.86± 0.02 a	1.10± 0.03 a	1.50±0.03 b	2.12±0.02 c	2.67±0.02 cd	2.96 ± 0.01 d	3.15 ± 0.02 e	3.71 ± 0.03 f
<b>Aghenfas</b>	1.22± 0.01 a	1.41 ± 0.01 b	1.78 ± 0.03 b	2.09±0.02 bc	2.56 ± 0.04 c	2.96±0.02 c	3.02 ± 0.01 c	3.58 ± 0.02 d
<b>Buichret</b>	0.69± 0.02 a	1.31± 0.02 b	1.86 ± 0.02 c	2.11 ± 0.03 c	2.42± 0.02 d	3.03 ± 0.03 d	3.19±0.02 de	3.81 ± 0.03 e
<b>Mekki</b>	1.18 ± 0.01 a	1.49 ± 0.03 b	1.67 ± 0.02 c	1.96 ± 0.01 d	2.06 ± 0.01 d	2.99 ± 0.01 e	3.25 ± 0.02 e	4.12 ± 0.02 f



**CONCLUSION**

## Conclusion

Le travail effectué dans le cadre de cette thèse avait pour objectif de contribuer, à travers la production de connaissances scientifiques à l'amélioration de la qualité de l'huile d'olive d'un territoire de montagnes sèches situé en petite Kabylie, dont l'économie agricole repose essentiellement sur l'oléiculture; il visait à produire des connaissances pratiques sur la biodiversité et la conduite technique en oléiculture, pour mobiliser ces nouvelles connaissances dans l'aide aux acteurs de la filière à mettre en place des pratiques techniques capables de faire évoluer l'oléiculture vers un modèle de développement reposant sur la qualité du produit pour un développement durable de la filière et du territoire.

Notre travail a consisté à étudier l'évolution des caractéristiques physico-chimiques des huiles au cours de la maturation des olives de quatre variétés algériennes, à savoir: *Chemlal*, *Aghenfas*, *Buichret* et *Mekki* et à étudier l'effet de l'irrigation complémentaire sur ces caractéristiques au niveau de la variété *Chemlal*. Il s'agit d'étudier l'évolution des indices de maturité en fonction de l'altitude dans un territoire montagneux. L'objectif recherché est de préciser en fonction du gradient altitudinal les périodes les mieux indiquées de récolte des olives pour produire des huiles aux optimum de leurs paramètres de qualité et de rendement, et de mettre en exergue les caractéristiques spécifiques des huiles en fonction de cultivar et du système d'irrigation .

Dans un premier temps, nous avons effectué un suivi de l'évolution des indices de maturité des quatre cultivars étudiés sur une périodicité de quinzaine jours, allant du 15 septembre au 15 janvier de la campagne oléicole 2013/2014. Les résultats obtenus ont montré que la date de récolte exerce un effet significatif sur l'évolution des indices de maturité de l'ensemble des variétés étudiées.

Par contre nous avons observé qu'il n'existe pas de différence significative entre les quatre cultivars vis à vis du processus de maturation, mais les quatre variétés se caractérisent par une maturité précoce (mois d'octobre).

Le principal paramètre que nous avons observé dans le cadre de l'étude pomologique est le taux en matière grasse par rapport à la matière sèche dans les olives, qui représente un indicateur économique de première importance. Nous avons noté une augmentation progressive de ce paramètre au cours de la maturation, cette évolution montre que le phénomène de biosynthèse lipidique, qui s'est déclenché pendant le mois de juin, se poursuit et sans cesse

jusqu'au mois de janvier. En fait, toutes les variétés étudiées sont riches en huile, mais les taux les plus élevés en matière grasse sont enregistrés pour les olives de la variété *Chemlal*.

Les données obtenues montrent une stabilité du rendement en huile dans les quatre variétés étudiées vers les stades de maturité les plus avancés (à partir de l'indice 3 dans les variétés *Aghenfas*, *Buichert* et *Mekki* et à l'indice 2.5 dans la variété *Chemlal*) et montre en conséquence, qu'une récolte tardive ne présente aucun avantage en terme de production d'huile, donc en rendement économique.

L'étude des indices analytiques liés à la qualité de l'huile d'olive (acidité libre, indice de peroxyde et extinction spécifique) nous a permis de classer les quatre huiles mono-variétales algériennes analysées dans la catégorie des huiles d'olive extra-vierge.

Néanmoins, nos résultats ont montré une augmentation significative de l'indice d'acidité libre au cours de la maturation des fruits des quatre cultivars étudiés. L'augmentation de l'acidité libre au fur et à mesure de la maturation des fruits peut donc engendrer des saveurs désagréables de rance dans les huiles d'olive obtenues. Ainsi, la détermination d'une date de récolte optimale semble primordiale pour produire des huiles d'olive de qualité correspondant aux normes de production de l'huile extra vierge.

L'identification et la quantification des composés majeurs et mineurs de l'huile d'olive des quatre variétés algériennes étudiées, obtenues à des dates de récolte différentes, permettent de contribuer à une meilleure connaissance de la variabilité génétique affectant l'olivier dans le territoire étudié. Les analyses par CPG des profils acides ont permis de montrer une richesse remarquable de toutes les huiles étudiées en acide oléique, composante fortement recherchée. Cependant, l'huile *Chemlal* se distingue par une composition acide plus riche en acide oléique comparativement aux trois autres variétés à savoir, *Aghenfas*, *Buichert* et *Mekki*.

Concernant l'acide palmitique C16:0, nous avons noté que la concentration maximale en ce composé a dépassé le seuil exigé par le COI (2016) uniquement au niveau de l'échantillon correspondant aux premiers stades de maturité, en mois de septembre, de la variété *Mekki*.

Quant à la composition des principales espèces moléculaires de triacylglycérols, nous retenons que toutes les huiles analysées sont caractérisées par quatre principaux triacylglycérols (TAGs) : La OOL (dioléolinoléine), POL (palmitooléolinoléine), OOO (trioléine) et la POO (dioléopalmitine), alors que les autres espèces moléculaires telles que la PLL, OLL, PPO, SOO et la POLn+EeOL sont relativement peu représentées. Aussi, tous les échantillons d'huile d'olive

contiennent des taux importants en tri-oléine (OOO), qui était supérieur à 30% durant tous les stades de maturité.

L'analyse de la fraction insaponifiable des huiles mono-variétales étudiées a révélé que ces dernières sont très riches en stérols dont les teneurs dépassent 1000mg/Kg, mais aussi en alcools aliphatiques comparativement à d'autres variétés étrangères.

L'analyse discriminante de la fraction stérolique et alcoolique a montré une parfaite séparation entre les trois variétés: *Chemlal*, *Aghenfas* et *Buichret* et une séparation modérée avec la variété *Mekki*.

En fait, les résultats obtenus liés à la quantification ainsi que l'analyse discriminante des fractions acide, stérolique et alcoolique sont intéressants et utiles dans la création d'une base de données sur l'authenticité de nos huiles d'olive algériennes.

Par ailleurs, le dosage spectrophotométrique des pigments en chlorophylle et caroténoïde montre que nos variétés contiennent des quantités acceptables en ces composants.

L'analyse de la fraction volatile obtenues par micro-extraction en phase solide, la séparation et l'identification de ces composés par chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse, permet de distinguer différentes classes chimiques comme les aldéhydes, les alcools, les cétones les hydrocarbures et les esters. Les échantillons analysés sont caractérisés par d'importantes teneurs en composés volatils générés par la voie lipoxigénase généralement associés à des sensations aromatiques agréables. Les huiles des variétés *Chemlal* et *Aghenfas* présentent les concentrations les plus élevées en composés volatils en C<sub>6</sub> notamment en aldéhydes en C<sub>6</sub> qui sont clairement plus élevées que les alcools en C<sub>6</sub>. Toutefois, cette tendance n'est pas observée dans le cas des huiles *Mekki* et *Buichret*. Ainsi, les résultats obtenus révèlent nettement que les divers composés analysés sont présents avec des concentrations variables, ce qui est à l'origine des profils biochimiques dissemblables et spécifiques pour chaque huile monovariétale examinée.

L'étude du processus de maturation des olives est fondamentale pour l'obtention des huiles d'olive de bonne qualité. En effet, des changements physiologiques, liés directement au stade de maturité du fruit, modifient la composition chimique de l'huile d'olive (**Sánchez et Harwood, 2002**). Les variations de la composition acide en fonction du processus de maturation ont concerné particulièrement les acides gras majeurs. En effet, les taux en acide oléique ont tendance à diminuer progressivement, alors que les taux en acide linoléique montrent

une tendance inverse au cours de la maturation des olives. Ainsi, les rapports acides gras monoinsaturés/acides gras polyinsaturés ont remarquablement baissé, au fur et à mesure que l'indice de maturation a augmenté pour toutes les huiles monovariétales analysées. Néanmoins, ces variations se font à des vitesses différentes dans les quatre cultivars considérés.

Nous avons également observé pour les variétés *Chemlal*, *Buichret* et *Mekki*, une diminution des taux en C<sub>16:0</sub> au cours de la maturation des fruits, contrairement aux huiles *Aghenfas*, caractérisées par une augmentation remarquable des taux en C<sub>16:0</sub> au fur et à mesure que la maturité des olives progresse.

La composition en triacylglycérols des huiles analysées a montré, également, des variations selon le stade de maturation du fruit. On retient en particulier, une importante diminution des taux en trioléine (OOO) et au contraire une augmentation des taux en dioléolinoléine (OOL), au cours de la maturation des olives.

A la lumière des résultats obtenus, une date de récolte précoce des olives correspondent à la période dont la couleur des olives est tournante à violet (indice de maturité est compris entre 2 et 3) durant le mois de novembre pour les quatre variétés étudiées est à conseiller afin d'obtenir des huiles riches en acides gras mono-insaturés.

L'analyse de la fraction insaponifiable des huiles mono-variétales étudiées a révélé que les huiles les plus riches en insaponifiable sont celles obtenus à des stades de maturité précoces, qui correspondent à la période dont l'indice de maturité est compris entre 2 et 3, coïncidant avec le mois de novembre pour l'ensemble des variétés, période durant laquelle les taux varient de 1.4 à 1.5%. Dans toutes les huiles étudiées, les variations des teneurs en stérols et alcools aliphatiques totaux ont suivi la même tendance de diminution au cours de la maturation des fruits.

L'évaluation des teneurs en composés stéroliques et alcooliques totaux des quatre variétés étudiées a montré des comportements similaires lors du processus de la maturation des fruits. En effet, les teneurs en ces composés ont progressivement diminué à partir de la couleur verte de l'épiderme pour atteindre un minimum dans les fruits à pigmentation "noire" (IM= 4).

Ainsi, une récolte tardive des olives (en mois de janvier) causerait une baisse des concentrations en stérols et alcools totaux et en particulier les composés en  $\beta$ -sitosterol. Les teneurs en  $\Delta^5$ -avenasterol ont augmenté au fur et à mesure de la progression de la maturation des

fruits dans toutes les huiles étudiées, ce qui constitue un indice défavorable pour la qualité de l'huile .

Nous avons également noté que les modifications que subit le fruit pendant sa maturation se reflètent directement sur la composition pigmentaire des huiles d'olive obtenues; en effet, les teneurs en chlorophylles et en caroténoïdes ont significativement chuté au cours du processus physiologique étudié.

Par ailleurs nos données révèlent des variations de la composition aromatiques des huiles de l'ensemble des variétés au cours de la maturation des olives : une diminution des composés aldéhydiques en C<sub>6</sub>, notamment le *E*-2-héxénal, dans les huiles d'olive mono-variétales testées à des étapes tardives de maturation a été observé.

Pour d'obtenir des huiles aromatisées, riches en composés volatils générés par la voie lipoxygénase et de ce fait agréables au goût et à l'olfaction, une récolte précoce des olives pour les variétés *Aghenfas*, *Buichret* et *Mekki* au mois d'octobre ) est à recommander. Toutefois, les huiles *Chemlal* conservent une composition aromatique satisfaisante pratiquement tout au long de la période de récolte considérée.

Nous avons également étudié l'influence du facteur d'irrigation des oliviers sur les différentes caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive *Chemlal* vierge. D'abord, nous tenons à signaler que l'irrigation a fait retarder le phénomène de maturation des olives du fait que la variété *Chemlal* cultivée dans le sol conduit en sec se caractérise par une maturité précoce (mois d'octobre) comparée au cultivar *Chemlal* issu du parcelle irriguée qui fait preuve d'une maturation tardive (mois de novembre).

Bien que l'irrigation n'est pas rentable pour la variété *Chemlal* en matière de rendement en matière grasse et désavantageuse sur les teneurs en composés aromatiques, stéroliques et alcooliques, elle est sans aucun effet sur les critères de qualité chimique à savoir: l'acidité, l'indice de peroxyde et l'extinction en UV, mais elle est intéressante afin d'améliorer les teneurs en d'autres paramètres analytiques chimiques tel que l'acides oléiques, triacylglycérol OOO, insaponifiables et chlorophylle.

Ce travail sur la caractérisation chimique d'huiles mono-variétales algériennes mérite d'être poursuivie et en particulier l'étude de l'influence des pratiques culturales et des aspects technologiques sur l'ensemble des indices analytiques d'une huile d'olive.

En guise de conclusion et suite aux résultats obtenus fondés sur l'évaluation de divers paramètres relatif à l'huile, nous pouvons affirmer que les indices de maturité les plus appropriés pour la récolte des olives des quatre variétés *Chemlal*, *Aghenfas*, *Mekki* et *Buichret* sont estimés respectivement à 2.49, 2.53, 2.10 et 2.39. Par conséquent, la période optimale de récolte des huiles de l'ensemble des variétés étudiées se situe en mi novembre, période au cours de laquelle nous pouvons garantir un rendement très élevé en matière grasse tout en ayant une huile de bonne qualité chimique et organoleptique, notamment une composition acide harmonieuse, une teneur élevée en antioxydants (stérols, alcools aliphatiques) et en composés d'arômes et assez élevé en pigments (chlorophylles et carotènes). Toutefois, il est à signaler qu'en dehors de cette période, les huiles produites peuvent être hors norme (très proche des limites fixé par le COI) ; les olives récoltés au début de la maturité sont non seulement pauvres en matière grasse, mais également riche en acide palmitique et en insaponifiable. En outre une récolte tardive n'est pas intéressante dans la mesure où elle pourrait conduire à des huiles d'acidité relativement élevée, pauvres en antioxydants, riche en acides linoléique, qualifié comme indésirable à de hautes concentrations.

L'analyse discriminante linéaire a montré une séparation bien distincte en quatre groupes des quatre variétés à savoir, les huiles d'olive des variétés *Chemlal*, *Aghenfas*, *Buichret* et *Mekki* en fonction de la fraction acide constitué des acides gras et des triacylglycérols. Ces paramètres paraît être très utile pour caractériser l'origine géographique de ces variétés ainsi que pour permettre de différencier les huiles d'olive du bassin méditerranéen, en l'occurrence des huiles des autres pays.

En ce qui concerne la relation entre l'altitude et les indices de maturité des variétés ainsi étudiées, les résultats montrent clairement que les olives mûrissent plus rapidement dans les basses altitudes et de ce fait, une récolte précoce est à revendiquer dans les basses altitudes et la meilleure date de récolte pour la campagne 2013/2014 à l'altitude de 200 mètres est vers la fin du mois d'octobre pour les quatre variétés dont les indices de maturité correspondants sont les plus appropriés. Alors qu'à l'altitude 800 mètres, la date de récolte appropriée est vers la fin du mois de novembre.

Ces informations pourraient être exploitables et aident à maintenir la typicité et l'authenticité de nos huiles algériennes afin de les valoriser dans le cadre d'une indication géographique « appellations d'origine protégées l'AOP ou contrôlées l'AOC), ainsi qu'elles sont

dans l'intérêt des oléiculteurs de la région afin qu'ils se mobilisent et s'organisent sous forme des associations dans ce cadre.



**RÉFÉRENCES**  
**BIBLIOGRAPHIQUES**

## Références bibliographiques

### A

- Abasa L., Ben Temime S., Mssalem M., Daoud D., Zarrouk M., Cherif A. (2003). Etude comparative de la lypogénèse chez quelques variétés d'oliviers cultivées en Tunisie. *Riv. Ital. dell Sostanze Grasse*, 80, 297-306.
- Abaza L., Msallem M., Daoud D., Zarrouk M. (2002). Caractérisation des huiles de sept variétés d'olivier tunisiennes. *OCL*, 9, 174-179.
- Abaza L., Taamalli W., Ben Temime S., Daoud D., Gutiérrez F., Zarrouk M. (2005). Natural antioxidant composition as correlated to stability of some Tunisian virgin olive oils. *Riv. Ital. Sostanze Grasse*, 82, 12-18.
- Abuajah CI., Ogbonna AC., Osuji CM. (2015). Functional components and medicinal properties of food: a review. *J. Food Sci. Technol.* 52 (5): 2522–2529.
- Aguilera M. P., Beltran G., Ortega D., Fernandez A., Jimenez A., Uceda M. (2005). Characterisation of virgin olive oil of Italian olive cultivars: 'Frantoio' and 'Leccino', grown in Andalusia. *Food Chem.*, 89, 387–391.
- Ait yasmine Z., Hilali S., Serhrouchni. (2001). Etude de quelques paramètres déterminants de la date de récolte des olives dans le périmètre du Talda, 88, 39-45.
- Alloggio V., Caponio F. (1997). Influenza delle tecniche di preparazione della pasta di olive sulla qualità dell'olio. Nota II. Evoluzione delle sostanze fenoliche e di alcuni parametri di qualità in funzione della maturazione delle drupe in olio d'oliva vergine della cv. Coratina. *Riv. Ital. Sostanze Grasse*, 74, 443-447.
- Amelotti G., Morchio Sulla G. (1985). Composizione sterolica del olio di oliva di pressione della provincia di Lumeria. *Riv. Ital. Sost. Grasse*, 55, 107-110.
- Angerosa F. (2000). Sensory quality of olive oils. In J. Harwood and R. Aparicio (Eds.), *Handbook of olive oil: Analysis and properties*. Gaithersburg, Maryland, USA: Aspen publications, Inc.
- Angerosa F. (2002). Influence of volatile compounds on virgin olive oil quality evaluated by analytical approaches and sensor panels. *Eur. Jour. Lipid Sc. Technol.*, 104, 639–660.
- Angerosa F., Basti C. (2001). Olive oil volatile compounds from the lipoxygenase pathway in relation to fruit ripeness. *Ital. J. Food Sci.*, 13(4), 421–428.
- Angerosa F., Basti C., Vito R. (1999). Virgin olive oil volatile compounds from lipoxygenase pathway and characterization of some Italian cultivars. *J. Agric. Food Chem.*, 47, 836-839.
- Angerosa F., D'Alessandro N., Basti C., Vito R. (1998). Biogenesis of volatile compounds in virgin olive oil: their evolution in relation to malaxation time. *J. Agric. Food Chem.*, 46(8), 2940–2944.
- Angerosa F., Di Giacinto L., D'Alessandro N. (1997). Quantization of some flavor components responsible for the "green" attributes in virgin olive oils. *J. High Resolution Chrom.*, 20, 507–510.
- Angerosa F., Di Giacinto L., Vito R., Cumitini S. (1996). Sensory evaluation of virgin olive oils by artificial neural network processing of dynamic headspace gas chromatographic data. *J. Sci. Food Agric.*, 72, 323-328.

Angerosa F., Servili M., Selvaggini R., Taticchi A., Esposto S., Montedoro G. (2004). Volatile compounds in virgin olive oil: Occurrence and their relationship with the quality. *J. Chroma.A*, 1054, 17–31.

AOCS. (1975). Official methods and recommended practices of the American oil chemist's society. Method of 1960 readapted in 1975. Ed « D. Firestone ». The American Oil Chemists Society Champaign.

Aparicio R., Alonso M V. (1994). Characterization of virgin olive oils by SEXIA expert system. *Progress in Lipid research*, 33, 1/2, 29-38.

Aparicio et Aparicio Ruiz. (2000). Authentication of vegetable oils by chromatographic techniques. *J. Chromatogr.* 881(1-2):93-104.

Aparicio R., Conte LS., Fiebig H. (2013). Olive oil authentication. In Ramón Aparicio & John. Harwood (Eds.), *Handbook of olive oil* (2nd ed. pp. 590–641). Boston, MA: Springer, US.

Aparicio, R., Luna, G. (2002). Characterisation of monovarietal virgin olive oils. *Eur.J. Lipid Sci. Technol.*, 104, 614–627.

Aparicio R., Morales M. T. (1998). Characterization of olive ripeness by green aroma compounds of virgin olive oil. *J. Agric. Food Chem.*, 46, 1116- 1122.

Aparicio, R., Morales, M. T., Alonso M. V. (1996). Relationship between volatile compounds and sensory attributes of olive oils by the sensory wheel. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 73, 1253-1264.

Arthur C. L., Pawliszyn J. (1990). Solid phase microextraction with thermal desorption using fused silica optical fibers. *Anal.Chem.*, 62, 2145– 2148.

Awad A.B., Downie A.C., Fink C.S. (2000). Inhibition of growth and stimulation of apoptosis by beta-sterosterol treatment of MDA-MB-231 human breast cancer cells in culture. *Int.J Mol.Med*; 5, 541-555.

## B

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

Bajoub A., Hurtado-Fernández E., Ajal EA., Fernández-Gutiérrez A., Carrasco-Pancorbo A., Ouazzani N .(2015). Quality and chemical profiles of monovarietal north Moroccan olive oils from “Picholine Marocaine” cultivar: Registration database development and geographical discrimination. *J Food Chem* 179: 127–136.

Balatsouras G. 1997. Méthodes d'elaboration des olives de table. Encyclopédie mondiale de l'olivier. COI, Madrid, Espagen, 295-342.

Bastic M., Bastic Lj., Jovanovic J.A., Spitteller G. (1978). Hydrocarbons and other weakly polar unsaponifiables in some vegetable oils. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 55, 886-89.

Ben Tekayai I., et Hassouna. M. (2005). Étude de la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge extra tunisienne au cours de son stockage. *OCL*, 12, 447-454.

Bendini A., Cerretani L., Carrasco-Pancorbo A., Gómez-Caravaca A.M., Segura-Carretero A., Fernández-Gutiérrez A., Lercker G. (2007). Phenolic molecules in virgin olive oils: a survey of their sensory properties, health effects, antioxidant activity and analytical methods. An overview of the last decade. *Molecules*, 12, 1679-1719.

Ben Temime S., Baccouri B., Taamalli W., Abaza L., Daoud D., Zarrouk M. (2006a). Location effects on oxidative stability of Chétoui virgin olive oil. *J.F. Biochem.*30, 659–670.

- Ben Temime S., Campeol E., Luigi Cioni P., Daoud D., Zarrouk M. (2006b). Volatile compounds from Chétoui olive oil and variations induced by growing area. *Food Chem.*,99, 315–325.
- Ben Temim S., Manai H., Methnmi K. (2008). Sterolic composition of Chetoui virgin olive oil: Influence of geographical origin. *J Food Chem* (10), 366-374.
- Ben Temime S., Taamalli W., Baccouri B., Abaza L., Daoud D., Zarrouk M. (2006c). Changes in olive oil quality of Chétoui variety according to origin of plantation. *Journal of Foods Lipids*, 13, 88-99.
- Boskou D. (1996). Olive Oil, Chemistry and Technology. AOCS Press, Champaign, IL, USA, pp. 96–100.
- Boucheffa S., Miazzi M., M.,di Rienzo V., Mangini G., Fanelli V., Tamendjari A., Pignone D., Montemurro C. (2016). The coexistence of oleaster and traditional varieties affects genetic diversity and population structure in Algerian olive (*Olea europaea*) germplasm. *Genet Resour Crop Evol*
- Boussenadji., R. (1995). Contribution à la connaissance analytique de l'huile d'olive algérienne. *Olivae* 57, 50-53.

## C

- Carelli A.A., Cert A. (1993). Comparative study of the determination of triacylglycerol in vegetable oils using chromatographic techniques. *J.Chrom. A*, 630, 213–22.
- Caselli S., Modi G., Nizi Grifi F., Fiorino P. (1993). Variabilité de la composition en acides gras, en stérols et en alcools de l'huile d'olive de cultivars de la Toscane. *Olivae*, 47: 46-51.
- Cert A., Alba J., León-Camacho M., Moreda W., Pérez-Camino M. C. (1996) Effects of talc addition and operating mode on the quality and oxidative stability of virgin olive oils obtained by centrifugation. *J. Agric. Food Chem.* 44, 3930-3934.
- Chimi H., Atouati BY. (2006). Determination du stade optimal des olives de la picholine marocaine par le suivi de l'évolution des polyphénols totaux, *Olivae*, n°54, p56-60.
- Christie W. W. (1998). The preparation of derivatives of fatty acids. In *Gas Chromatography and Lipids*, (pp. 64-84).The Oily Press: Ayr, Scotland.
- Christopoulou E., Lazaraki M., Alexiou F., Synouri S., Frangiscos E. (1996). Influence of certain factors on the composition of olive–pomace oils. Part II sterol, triterpenic dialcohols and aliphatic alcohols. *Riv. Ital. Sostanze Grasse*, 73, 201–211.
- Cimato A. (1990). La qualité de l'huile d'olive vierge et les facteurs agronomiques, *Olivae*, 31, 20-31.
- COI (Conseil Oléicole International). (1997). Encyclopédie mondiale de l'olivier, Première édition, Avril, 61-64.
- COI (Conseil Oléicole International). (1998). L'olivier, l'huile d'olive, Edition et Diffusion par le Conseil Oléicole International. p 11-13.
- COI (Conseil Oléicole International). (2016). T.15/NC N°3/Rév.6. Normes commerciales applicable aux huiles d'olive et huiles de grignon d'olive.
- COI/OH/Doc. N°1 Décembre. 2017.
- Cunha S.C., Oliveira M.B.P.P. (2005). Discrimination of vegetable oils by triacylglycerols evaluation of profile using HPLC/ELSD. *Food Chem*.

**D**

De la torre M. C., Lopez M. C., Coleil J. (1985). Evolucion de la fraccion esterolica rante la maduracion de las aceitunas. *Grasas y aceites*, 36 (3), 198-202.

De Leonardis A., Macciola V., De Felice M. (1998). Rapid determination of squalene in virgin olive oils using gas-liquid chromatography. *It. J. Food Sci.* 1, 75-80.

De Stefani E., Boffetta P., Ronco A.L. (2000). Plant sterols and risk of stomach cancer: a case-control study in Uruguay. *Nutr.Cancer* 37, 140-144.

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

Degreyt W.I. (1998). Effect of physical refining on selected minor components in vegetable oils, 6-8.

Demonty I., Ras R.T., van der Knaap H.C., Duchateau G.S., Meijer L., Zock P.L., Geleijnse J.M., Trautwein, E.A. (2009). Continuous dose-response relationship of the LDL-cholesterol-lowering effect of phytosterol intake. *J Nutr* 139, 271-284.

Dettori S., Russo G. (1993). Influence du cultivar et du régime hydrique sur le volume de production et la qualité de l'huile d'olive. *Olivae*, 49:36-43.

Dhifi W., Angerosa F., Serraiocco A., Oumar I., Hamrouni I., Merzouk B. (2005). Virgin olive oil aroma: Characterization of some Tunisian cultivars. *J. Agric. Food Chem.* 93, 697-701.

Di Giovacchino L., Solinas M., Miccoli M. (1994). Effect of extraction systems on the quality of virgin olive oil. *J. Am. Oil Chem. Soc.* 71, 1189- 1194.

DSA (Direction des Services Agricoles) de Bordj Bou Arréridj. (2017).

Durate L., Martin R. (1976). Insaponifiables des corps gras, fraction stérique des huiles d'olive vierge portugaises. *Grasas y aceites*, 27(2), 101-106.

**E**

EEC (European Union Commission). (1991) . Commission Regulation 2568/91, July 11 (1991). *Offic. J. Eur. Commun.*, L248, 1-82.

EEC (European Union Commission). (2011) Commission Regulation (EU) No 61/2011 of 24 January 2011 amending Regulation (EEC) No 2568/91 on the characteristics of olive oil and olive-residue oil and on the relevant methods of analysis.

Eisner J., Iverson J.L., Mazingo A.K., Firestone D. (1965). Gas chromatography of unsaponifiable matter. III. Identification of hydrocarbons, aliphatic alcohols, tocopherols, triterpenoid alcohols and sterols present in olive oils. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 48, 417-433.

El-Antari A., El-Moudni A., Ajama H. (2003). Comparaison de la qualité and fattyacid composition of the olive oil obtained from Mediterranean varieted cultivated in Morocco. *Olivae*. 95, 26-31.

El Antari A., Hital A., Boulouha B., El Moudni A. (2000). Estudio de la influencia de la variedad, los factores ambientales y la tecnicas de cultivo en las caracter\_isticas de los frutos y la composicion qui mica del aceite de oliva virgen extra de Marruecos. *Olivae*, 80, 29-36.

Evangelisti F., Zunin P., Calcagno C., Tiscornia E., Petacchi R. (1994). Dacus oleae infestation and its consequences on the phenolic compounds of virgin olive oil. *Riv. It. Sost. Grasse* 71, 507-511.

**F**

- Fakourelis N., Lee E. C., Minn D. B. (1987). Effects of chlorophyll and b- carotene on the oxidation stability of olive oil. *J. Food Sci.*, 52, 234–235.
- Farines M., Soulier J. (1988). Identification des stérols par résonance magnétique nucléaire du proton. *Rev. Franç. Corp gras*, 2, 57-62.
- Fedeli E. (1997). «Contrôle de qualité». In « Encyclopédie mondiale de l'olivier, Plaza & Janès éd- Barcelonne – Espagne, 2000, pp. 286-287.
- Franceschi S., Bididi E., Vecchia C., Talami R., D'Avanzo B., Wegni E. (1994). Tomatoes and risk of digestive track cancers. *Int. J. Cancer*, 59, 181– 184.

**G**

- Gallina Toschi T., Cerretani L., Bendini A., Bonoli-Carbognin M., Lercker G. (2005). Oxidative stability and phenolic content of virgin olive oil: An analytical approach by traditional and high resolution techniques. *J. Sep. Sci.*, 28, 859-870.
- Gandul-Rojas B., Minguez-Mosquera M.I. (1996). Chlorophyll and carotenoide composition in virgin olive oil from various Spanish olive varieties. *J. Am. Oil. Chem. Soc.*, 72, 31-39.
- Garcia A., Brenes M.J., Moyano M., Alba J., García P., Garrido A. (2001). Improvement of phenolic compound content in virgin olive oils by using enzymes during malaxation. *J. Food Engin.*, 48, 189-194.
- Garcia J.M., Sellar S., Perez-Camino M. C. (1996). Influence of Fruit Ripening on Olive Oil Quality. *J. Agric. Food Chem.*, 44, 3516-3520.
- Giacalone R., Giuliano S., Gulotta E., Monfreda M., Presti G. (2015). Origin assessment of EV olive oils by esterified sterols analysis. *Food Chem* 188:279-285.
- Giuffrè AM. (2014). Evolution of fatty alcohols in olive oils produced in Calabria (Southern Italy) during fruit ripening. *J Oleo Sci* 63 (5): 485-496.
- Giuffrida D., Salvo F., Salvo A., La Pera L., Dugo G. (2007). Pigments composition in monovarietal virgin olive oils from various Sicilian olive varieties. *Food Chem.*, 101, 833–837
- Gomez-Caravaca A.M., Cerretani L., Bendini A., Segura-Carretero A., Fernández-Gutiérrez A., Lercker G. (2008). Effect of filtration systems on the phenolic content in virgin olive oil by HPLC DAD-MSD, *Am. J. Food Technol.*
- Gomez-Rico A., Salvador M.D., La Greca M., Fregapane G. (2006). Phenolic and volatile compounds of extra virgin olive oil (*Olea europaea* L. cv. Cornicabra) with regard to fruit ripening and irrigation management. *J.Agr Food Chem.*, 54, 7130-7136.
- Gomez-Rico A., Salvador M.D., Moriana A., Perez D., Olmedilla N., Ribas F., Fregapane G. (2007). Influence of different irrigation strategies in a traditional Cornicabra cv. olive orchard on virgin olive oil composition and quality. *Food Chem.*, 100, 568-578.
- Gorinstein S., Bartnikowska E., Kulasek G., Zemser M., Trakhtenberg S. (2003). Comparison of the contents of the main biochemical compounds and the antioxidant activity of some Spanish olive oils as determined by four different radical scavenging tests. *J. Nut.Biochem.*,14, 154–159.
- Gracia M. S. (2001). Composicion quimica de distintas calidades de aceites de oliva virgen de la variedad “Empetre” en el bajo Arag on. *Grasas y Aceites*, 52(1), 52–58.

Grati-Kammoun N. (2001). Etude de la diversité génétique de l'olivier en Tunisie, Approche pomologique, chimique et moléculaire. Thèse de doctorat en Sciences Biologiques. Faculté des Sciences de Sfax. 350p.

Grati-Kammoun N., Ayadi M., Hamdi M. T., Rekik H. (1998). Evolution des caractéristiques chimiques de l'huile d'olive en fonction de la variété et en cours du temps. IV ème Journées Nationales sur les Acquis Recentes de la Recherche Agricole. Nabeul (Tunisie). Ed. IRESA: 254-258.

Grati-Kammoun N., Khlif M. (2007). Caractérisation technologique des variétés d'olivier cultivées en Tunisie. Ezzaitouna, Numéro spécial, 69P.

Grati-Kammoun N., Zarrouk N. (2012). Exploratory chemometric analysis for the characterisation of Tunisian olive cultivars according to their lipid and sterolic profiles. *Inter J of Food Sci & Technol*, 47(7), 1496–1504.

Gutiérrez F., Jiménez B., Ruiz A., Albi M.A. (1999). Effect of olive ripeness on the oxidative stability of virgin olive oil extracted from the varieties Picual and Hojiblanca and on the different components involved. *J. Agr. Food Chem.* 47, 121–127.

## H

Heredia-Moreno A.J., Fernandez-Bolonas R; Bejarano G. (1989). *Grasas y Aceites*, 40, 190-193.

## I

Inglese P. (1994). Influence de la variété sur les caractéristiques qualitatives de l'huile d'olive. *Olivae*, 54, 42-47.

## J

Jennigs W., Shibamoto T. (1980). Qualitative analysis of flavor and fragrance volatiles by glass capillary gas chromatography. New York: Academic Press.

Jiménez A., Beltran G., Aguilera M. P. (2004). Application of solide phase microextraction to the analysis of volatile compounds in virgin olive oils. *Journal of chromatography A*. 1028,321-324.

Joana S., Amaral., Isabel Mafraet M., Beatriz P.P. Oliveira.(2010).Characterization of Three Portuguese Varietal Olive Oils Based on Fatty Acids, Triacylglycerols, Phytosterols and Vitamin E Profiles: Application of Chemometrics. *Natural Components*: 581-589.

Joulain D., Konig W. A. (1998). The atlas of spectra data of sesquiterpene hydrocarbons. Hamburg: E.B.-Verlag.

Joulain D., Konig W.A., Hochmuth D.H. (2001). Terpenoids and related constituents of essential oils. Library of MassFinder.

## K

Kalua C.M., Allen M.S., Bedgood D.R., Bishop A.G., Prenzler P .D., Robards K. (2007). Olive oil volatile compounds, flavour development and quality: A critical review. *Food Chem.*,100, 273–286.

Kamal-Eldin A., Maatta K., Toivo J., Lampi A. M., Piironen V. (1998). Acid-catalyzed isomerization of fucosterol and delta5-avenasterol. *Lipids*, 33:1073–1077.

Kiritsakis A. K. (1991). Olive oil, A. Book. Amer. *Oil Chem. Soc.*, Press: Champaign Illinois.

Kiritsakis A., Markakis P. (1987). Olive oil: a review. *Adv. Food Res.* 31, 453- 482.

- Kiritsakis A.K., Nanos G. D., Polymenopoulos Z., Thomai T., Sfakiotakis E. Y. (1998). Effect of fruit storage conditions on olive oil quality. *J. Am.Oil Chem.Soc.*,75, 721–724.
- Kiritsakis A., Tsepeli A. (1992). Relationship of the acidity of olive oil to its resistance to oxidation. *Riv. Ital. Sost. Grass.* 69: 513-515.
- Klippel K.F., Hiltl D.M., Schipp B.A. (1997). Multicentric, placebo- controlled, double-blind clinical trial of beta-sitosterol (phytosterol) for the treatment of benign prostatic hyperplasia. German BPH-Phyto Studygroup. *Br.J. Urol.*; 80, 427-432.
- Koutsaftakis A., Kotsifaki F., Stefanoudaki, E. (1999). Effect of extraction system stage of ripeness, and kneading temperature on the sterol composition of virgin olive oils. *Journal of the American Oil Chemists' Society* 76, 1477–1481.
- Koutsaftakis A., Kotsifaki F., Stefanoudaki E., Cert A. (2000). Etude triennale sur les variations de plusieurs caractéristiques et de divers composants mineurs des huiles d'olive vierge obtenues à partir d'olives cueillies à différents degrés de maturité. *Olivae*, 80, 22-27.
- Kozukue N., Friedman M. (2003). Tomatine, chlorophyll, -carotene and lycopene content intomatoes duringgrowth and maturation, *J.Sci.Food Agric.*, 83, 195–200.
- Krichène D, Allalout A, Salvador MD, Fregapane G, Zarrouk M. (2010). Fatty acids, volatiles, sterols and triterpenic alcohols of six monovarietal Tunisian virgin olive oil. *Eur J Lipid Sci Tech* 112: 400-409.
- Kubo, A. Lunde, C.S. et Kubo, L. (1995). Antimicrobial activity of the olive oil flavor compounds. *J Agric. Food Chem*, 43: 1629- 1633.
- L**
- Landrum J.T., Bone R.A. (2001). Lutein, zeaxanthin and the macular pigment. *Archives of Biochemistry and Biophysics*, 385, 28–40.
- Lanzon A., Albi, T., Cert A., Gracian J. (1994). The hydrocarbon fraction of virgin olive oil and changes resulting from refining. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 71, 285-291.
- Law M. (2000). Plant sterol and stanol margarines and health. *BMJ*; Mar 25; 320: 861–4.
- Lazzeri Y. (2009). «Les défis de la mondialisation pour l'oléiculture méditerranéenne, L'olivier en Méditerranée», Conférence Centre Culturel Français de Tlemcen - Algérie.
- Lazzez A., Karray B., Ayadi M., Constantini M. (2002). Relation de dependance entre les acides gras et les triglycérides au cours de la maturation des olives de la variété Chemlali. *Journal de la Société Chimique de Tunisie*, 4(12), 1585-1590.
- Lazzez A., Perri E., Caravita MA., Khlif M., Cossentini M. (2008). Influence of olive maturity stage and geographical origin on some minor components invirgin olive oil of the Chemlali variety. *J Agr Food Chem* 56: 982–988. Law M. Plant sterol and stanol margarines and health. *BMJ* 2000; Mar 25; 320: 861–4.
- Lorenzo I M., Pavon J. L. P., Laespada M. E. F., Pintp C. G., Cordero B. M. (2002). Detection of adulterants in olive oil by headspace-mass spectrometry. *Journal of chromatography A*, 945 (1-2), 221-230.
- Loussert R., Brousse G. (1978). L'olivier, Edition G. P. Maisonneuve et Larose, Paris, 462p.
- Lukic´ M., Lukic´I., Krapac M., Sladonja B., Pilizota V.(2013). Sterols and triterpene diols in olive oil as indicators of variety and degree of ripening. *Food Chem* 136: 251–258.



Luna G., Morales M.T., Aparicio R. (2006). Characterisation of 39 varietal virgin olive oils by their volatile compositions. *Food Chem.*, 98, 243–252.

## M

Macheix J.J., Fleuriet A., Billot J. (1990). Fruit phenolics. CRC Press, Boca Raton, FL.

Macher M. B., Holmqvist A. (2001). Triacylglycerol analysis of partially hydrogenated vegetable oils by silver ion HPLC. *J. Separation Sci.*, 24, 179–185.

Mäkinen M. (2002). Lipid hydroperoxides. Effects of tocopherols and ascorbic acid on their formation and decomposition. (Dissertation). EKT series 1253. University of Helsinki. Department of Applied Chemistry and Microbiology. 44-90.

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

Marchal P. (1989). Génie de la cristallisation : application à l'acide adipique, INPT. Paris, France.

Mariani C., Fedeli E., Grob K., Artho A. (1991). Indagine sulle variazioni dei componenti minori liberati ed esterificati di oli ottenuti da olive in funzione della maturazione e dello stoccaggio. *Riv Ital delle Sostanze Grasse* 68 (4): 179–188.

Martinez Suarez J M. (1973). Recientes estudios de la almazara experimental del Instituto de la Grasa. *Riv Ital delle Sostanze Grasse*. 50: 325–330.

Mattheis J. P., Fellman J. K., Chen P. M., Patterson M. E. (1991). Changes in headspace volatiles during physiological development of bisbee delicious apple fruit. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 39(11), 1902–1906.

Méndez A.I., Falque E. (2007). Effect of storage time and container type on the quality of extra-virgin olive oil. *Food Control*, 18, 521-529.

Mendil M., Sebai A. (2006). L'olivier en Algérie. Alger : Institut technique de l'arboriculture fruitière et de la vigne, pp. 26–97.

Migdalas A., Baourakis G., Kalogeras N., Meriem H. B. (2004). « Sector Modeling for the Prediction and Evaluation of Cretan Olive Oil », *European Journal of Operational Research*, 152 (2), p. 454-464.

Minguez-Mosquera M I., Rejano L., Gandul B., Sanchez A. H., Garrido J.(1991). Color-pigment correlation in virgin olive oil. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 68, 332–336.

Montedoro G. (1989). Huile: Variété et technologie influençant la qualité. *Olivae*, 29:28-30.

Montedoro G. F., Begliomini A. L., Servilli M., Pertucioli M., Federici R. (1993). Potenzialy modeli che definisco I tipicità degli oli extra vergini di oliva. *Ind. Aliment*, 32: 618-631.

Montedoro G., Bertuccioli M., Anichini F. (1978). Aroma analysis of virgin olive oil by headspace (volatiles) and extraction (polyphenols) techniques. In G. Charalambous & G. E. Inglett (Eds.), *Flavour of food and beverages: Chemistry and Technology* (pp. 247–281). New York: Academic Press.

Montedoro G., Servili M., Baldioli M., Selvaggini R., Miniati E. (1992). Simple and hydrolyzable compounds in virgin olive oil. 1. Their extraction, separation and semiquantitative evaluation by HPLC. *J. Agric. Food Chem.*, 40, 1571-1576.

Morales M.T., Luna G., Aparicio R. (2005). Comparative study of virgin olive oil sensory defects. *Food Chem.*, 91(2), 293–301.

- Morales M.T., Rios, J.J., Aparicio R. (1997). Changes in the volatile composition of virgin olive oil during oxidation: Flavors and off- flavors. *J. Agric. Food Chem.*, 45, 2666–2673.
- Morderet F. (1999). Evolution des critères de qualité des huiles d’olives. *OCL*, 6 (1), 69-76.
- Mordret F., Costille J.L., Lacoste F. (1997). Méthodes Physico–chimiques d’analyse des huiles d’olive, *OCL*, 4, 364 – 369.
- Mosquera Minguez M.I., Rejano L., Guandul B., Sanchez A.H., Garido J. (1991). Color pigment, correlation in virgin olive oil. *J. Am. Oil. Chem. Soc* 68. P : 332-336.
- Motilva M.J., Tovar M.J., Romero M.P., Alegre A., Girona J. (2000). Influence of regulated deficit irrigation strategies applied to olive trees (Arbequina cultivar) on oil yield and oil composition during the fruit ripening. *J.Sci.Food Agri*, 80, 2037–2043.

## N

- Nergiz C., Engez Y. (2000). Compositional variation of olive fruit during ripening. *Food Chem.*, 69, 55-59.
- Nergiz C., Unal K. (1990). The effect of extraction systems on triterpene alcohols and squalene content of virgin olive oil. *Grasas Aceites*, 41, 117-121.
- Normen L., Holmes D., Frohlich J. Plant sterols and their role in combined use with statins for lipid lowering. *Curr Opin Investig Drugs* 2005; Mar 6: 307–16.

## O

- Olias J.M., Perez, A.G., Rios J.J., Sanz L.C. (1993). Aroma of virgin olive oil -biogenesis of the green odor notes. *J. Agric. Food Chem.*, 41(12), 2368–2373.
- Ollivier D. (2003). Recherche d’adultération dans les huiles végétales : Application à la qualité des huiles vierges et notamment de l’huile d’olive. *OCL*. 10, 315-319.
- Ollivier D., Souillol S., Guérère M., Pinatel C., Arloud J. (2000). Données récentes sur la composition en acides gras et en triglycérides d’huile d’olive vierges françaises. *Nouvel olivier*, 13,13–18.
- Orregia M., Marinelli L. 2017. FLOS OLEI. Del tribunal Di Roma. Italie.

## P

- Pannelli G., Servilli M., Selvaggini R., Selvaggini R., Baldioli M., Montedoro G.F. (1994). Effect of agronomic and seasonal factors on olive (*Olea europea* L.) production and on the qualitative characteristics of the oil. *Acta Horticulturea*, 356, 239-243.
- Parenti A., Spugnoli P., Cardini D. (2000). Gramolazione e qualità dell’olio di oliva. *Riv. It. Sost. Grasse* 77, 61-64.
- Parlati M. V., Perri E., Palopoli A., Rizzuti B. (1994). Further observations on oil quality of calabrian olive cultivars. *Acta Horti.*, 356, 327-330.
- Perez-Jimenez F. (2005). International conference on the healthy effect of virgin olive oil. *Eur. J. Clinic. Invest.*, 35, 421–424
- Perrin J. L. (1992). Minor components and natural antioxidants of olives and olive oils. *Rev. Fr. Corps Gras*, 39, 25-32.

Perrin J. L., Prevot A. (1986). Analyse des triglycérides des huiles. *Revue Française des Corps Gras*, 11, 437-445.

Psomiadou E., Tsimidou M. (1999). On the role of squalene in olive oil stability. *J. Agric. Food Chem.*, 47, 4025-4032.

## R

Rahmani M. (1987). Studies of factors affecting olive oil quality with special reference to Maroco. Thèse PhD, Université de Minnesota (USA).

Rahmani M. (1989). Photooxydation des huiles d'olive: influence de la composition chimique. *Rev. Franç. Corps Gras*, 36 (9/10), 355-360.

Rahmani M., Csallani A. S. (1991). Chlorophyll and B carotène pigments in moroccan virgin olive oils measured by high performance liquid chromatography. *J. Am. Oil Chem. Soc* 68, 672-674.

Ranalli A., Contento S., Schiavone C., Simone N. (2001). Malaxing temperature affects volatile and phenol composition as well as other analytical features of virgin olive oil. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* 103, 228-238.

Ranalli A., Pollastri L., Contento S., Di Loreto G., Iannucci E., Lucera L., Russi F. (2002). Sterol and alcohol components of seed, pulp and whole olive fruit oils. Their use to characterise olive fruit variety by multi- variates. *J. Sci. Food Agric.* 82, 854-859.

Ranalli K. Y A. (1992). Incidence of the processing parameters on the olive fruits of the chromatic and analytical characteristics of the oils. *Ind. Alimentari.* 31, 513-526.

Reina R. J., White K. D., Jahngen E G E. (1997). Validated method for quantitation and identification of 4,4-desmethylsterols and triterpene diols in plant oils by thin-layer-chromatography- high resolution gas chromatography-mass spectrometry. *Journal of AOAC International*, 80(6), 1272-1280.

Rivera del Álamo R M., Fregapane G., Aranda F., Gómez-Alonso S., Salvador M D. (2004). Sterol and alcohol composition of Cornicabra virgin olive oil: the campesterol content exceeds the upper limit of 4% established by EU regulations. *Food Chem* 84: 533-537.

Roca M., Minguez-Mosquera M. I. (2001). Change in the natural ratio between chlorophylls and carotenoids in olive fruit during processing for virgin olive oil. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 78, 133-138.

Rossell JB. (2001). *Frying: Improving quality*. Boca Raton, FL: CRC Press.

Ryan D., Robards K. (1998). Phenolic compound in olives. *Analyst* 123. 31-44.

## S

Saenz M.T., Garcia M.D., Ahumada M.C., Ruiz V. (1998). Cytostatic activity of some compounds from the unsaponifiable fraction obtained from virgin olive oil. *Il Farmaco* 53, 448-449.

Salvador M. D., Aranda F., Fregapane G. (1998). Chemical composition of commercial Cornicabra virgin olive oil from 1995/96 and 1996/97 crops. *J. Am. Oil Chem. Soc.* 75, 1305-1311.

Salvador MD., Aranda F., Fregapane G. (1999). Contribution of chemical components of Cornicabra virgin olive oils to oxydative stability. A study of three successive crops seasons. *J. A.O. C. S.* 76 (4), 427- 432.

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

- Sanchez C. J., De Miguel G.C., Martin E. J. (1999). La qualité de l'huile d'olive provenant des variétés cultivées en Estrémadure en fonction de la composition et la maturation de l'olive. *Olivae*, 79, 38-40.
- Sanchez C J., Harwood, J. L. (2002). Biosynthesis of triacylglycérols and volatiles in olives. *Eur. J.Lipid Sci. Technol*, 104, 564–573.
- Sánchez C J., Osorio Bueno E., Montaña García A. F., Martínez Cano M. (2004). Sterol and erythrodiol + uvaol content of virgin olive oils from cultivars of Extremadura (Spain). *Food Chemistry*, 87, 225–230.
- Servili M., Baldioli M., Beglimini A. L., Selvaggini R., Montedoro G. (2000). Volatile compounds of virgin olive oil evaluated by solid-phase microextraction: An Application in the discrimination of virgin olive oils according to the cultivar and area. In V. Lanzotti O. Tagliatalata-Scafati (Eds.). *Flavour and fragrance chemistry*, 46 (pp. 211–220). Dordrecht, The Netherlands: Kluwer Academic Publishers.
- Shibasaki H. (2005). Influence of Fruit Ripening on Chemical Properties of "Mission" Variety Olive Oil in Japan. *Food Sci. Technol. Res.*, 11 (1), 9-11.
- Sifi S. (2004). Huiles d'olive tunisiennes. Critères d'authenticité: Impact de la variété, du climat et de stade de maturation. Thèse de Doctorat en Sciences Biologiques. Faculté des sciences de Tunis. 145 p.
- Slach Y. P. Grove M.G., Takamura H., Gardner H. W. (1995). Characterization of C5 13 cleaving enzyme of 13 (S)-hydroperoxyde of linolenic acid by soybean seed. *Plant physiology*, 108, 1211-1218.
- Soulier J. Farines M. (1992). «L'insaponifiable» In Manuel des Corps Gras, Lavoisier éd. Tec and Doc, Paris, pp. 95-104.
- Stefanoudaki E., Chartzoulakis K., Koutsafaskis F. (2001). Effect of drought on qualitative characteristics of olive oil of Koroneiki. *Grasas y Aceites*, 52 (3-4): 202-206.
- Stiti N., M'sallem M., Triki S., Cherif A. (2002). Etude de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive de différentes variétés tunisiennes. *Riv. Ital. Sostanze Grasse* 79, 357-363.

## T

- Thabet B. (2004). Tendances recentes de la production mondiale au cours des années 90. *Olivae*, 100, 12-17.
- Tiscornia E., Fiorina N., Evangelisti F. (1982). Chemical composition of olive oil and variations induced by refining. *Riv. Ital. Sost. Grasse*, 59, 519-556.
- Tovar M.J., Romero M.P., Alegre S., Girona J., Motilva M.J. (2003). Composition and organoleptic characteristics of oil from Arbequina olive (*Olea europaea L.*) trees under deficit irrigation. *J. Sci. Food Agric*, 82, 1755–1763.
- Tsimidou M. Z., Georgiou A., Koidis A., Boskou D. (2005). Loss of stability of "veiled" (cloudy) virgin olive oils in storage, *Food Chem.*, 93, 377-387.
- Turill W. D. (1951). Wild and cultivated olives. *Brit. Ass. Adv. Sci, kew Bull.*, 3, 437-444.

## U

- Uceda M., Frias M. L., Ruano M. T. (1990). Diferenciacion de variedades de aceituna por la composición acidica de su aceite. Book of Abstracts, International Symposium on Olive Growing; Cordoba, Spain, pp 35-38.
- Uceda M., Hermoso M. (2001). La calidad del aceite de oliva. In El cultivo del olivo; Barranco, D., Fernández-Escobar, R., Rallo, L., Eds.; Mundi Prensa: Madrid, Spain., 589-614.

V

- Van Poppel G., Goldbohm R. A. (1995). Epidemiological evidence for  $\beta$ - carotene and cancer prevention. *Amer.Clinical Nutrition*, 62, 1493–1503.
- Vazquez A., Maestro R., Graciani E. (1971). Cambios en los polifenoles de la aceituna durante la maduración. *Grasas y Aceites*, 22, 366-370.
- Vekiari S. A., Oreopoulou V., Kourkoutas Y., Kamoun N., Msallem M., Psimouli V., Arapoglou D. (2010). Characterization and seasonal variation of the quality of virgin olive oil of the Throumbolia and Koroneiki varieties from Southern Greece. *Grasas y Aceites*, 61, 221–231.
- Velasco J., Dobarganes C. (2002). Oxidative stability of virgin olive oil. *Eur. J.Lipid Sci. Technol.*, 104(9–10), 661–676.
- Venkateswarlu G., Let M. B., Meyer A. S., Jacobsen C. (2004). Modeling the sensory impact of defined combinations of volatile lipid oxidation products on fishy and metallic off-flavors. *J. Agric. Food Chem.*, 52(6), 1635– 1641.
- Vichi S., Castellote A. I., Pizzale L., Conte L. S., Buxaderas S., Lopez- Tamames E. (2003).Solid-Phase Microextraction in the analysis of virgin olive oil volatile fraction: Characterization of virgin olive oils from two distinct geographical areas of northern Italy. *J. Agric. Food Chem.*, 51, 6572– 6577.
- Von Holtz R.L., Fink C.S., Awad A.B. (1998). Beta-Sitosterol activates the sphingomyelin cycle and induces apoptosis in LNCaP human prostate cancer cells. *Nutr.Cancer* 32, 8-12.
- Vossen P. (2007). « Olive Oil : History, Production, and Characteristics of the World’s Classic Oils», *HortScience*, 42 (5), p. 1093-1100.

W

- Wallali L., Chimitah M., Loussert R., Mahou A., Boulouha B. (1984). Caractères morphologiques et physiologiques de clones d’olivier, Picholine marocaine. *Olivae*, 3, 26-30.
- Wallali L., Skiredj A., Ellatir H. (2002). Fiches techniques, L’amandier, l’olivier, le figuier, le grenadier. Institut agronomique et vétérinaire Hassan II, Rabat.
- Williams M., Salas J. J., Sanchez J., Harwood J. L. (2000). Lipoxygenase pathway in olive callus cultures (*Olea europaea*). *Phytochemistry*, 53(1), 13–19.
- Wilt T.J., MacDonald R., Ishani A. (1999). Beta-sitosterol for the treatment of benign prostatic hyperplasia: a systematic review. *BJU.Int.*, 83,976-983.
- Wolff J.P. (1968). Manuel d’analyse des corps gras. Edition Azoulay – Paris, p.245

Y

- Yorulmaz A., Erinc H., Tekin A. (2013). Changes in olive and olive oil characteristics during maturation.*J. Am. Oil. Chem . Soc*, 90, 647–658

**ANNEXE**

**Tableau 1: Evolution des taux de MG/PS des quatre variétés (Chemlal en régime pluvial et irrigué, Aghenfas, Buichret et Mekki) au cours de la maturation.**

	Fin Sep	MiOct	Fin Oct	Mi Nov	Fin Nov	Mi Dec	Fin Dec	Mi Jan
<b>Chemlal (pluvial)</b>	41.80±2.53a	39.68±1.75a	45.60±2.27b	51.33±3.04c	51.04±4.53c	51.28±2.49c	51.36±3.50c	51.30±2.97c
<b>Chemlal (Irrigué)</b>	40.76 ±3.90 a	37.8±4.05 a	46.9±4.21b	51.97±3.88 c	52.77± 3.15c	52.29 ±3.19c	52.07±2.05c	52.78 ±3.34c
<b>Aghenfas</b>	39.80 ±2.64a	42.39±2.66a b	41.99 ±2.12a	44.37±2.39ab	45.96± 2.05b	45.64±2.74 b	45.72± 3.93b	45.90 ±2.45b
<b>Mekki</b>	35.34 ± 2.42 a	37.88±2.73 a	38.70±1.84 a	44.04±1.93 b	45.35±2.25 b	45.27±2.20 b	45.38±3.01 b	45.17±2.92 b
<b>Buichret</b>	39.08±3.84 a	38.44±2.84 a	39.64 ±1.56a	42.86±1.11ab	46.88±1.83 c	46.36±2.96 c	46.74± 2.54c	46.73±2.20 c

**Tableau2: Evolution de l'indice d'acidité libre des huiles d'olive de quatre variétés (Chemlal issu de culture pluviale et culture irriguée, Aghenfas, Buichret, Mekki) au cours de la maturation.**

	Fin Sep	MiOct	Fin Oct	Mi Nov	Fin Nov	Mi Dec	Fin Dec	Mi Jan
<b>Chemlal (Irrigué)</b>	0,12 ± 0,05b	0,12 ± 0,09b	0,10 ± 0,06a	0,22 ±0,03 c	0,20±0,06 c	0,21± 0,07b	0,28±0,04bc	0,30 ±0,05c
<b>Chemlal (Pluvial)</b>	0.10 ±0.02 a	0.11 ±0.01 a	0.12± 0.03 a	0.11 ±0.04 a	0.16 ±0.02 a	0.19±0.02ab	0.22±0.05ab	0.29 ±0.06 b
<b>Aghenfas</b>	0.19 ±0.04 a	0.20 ±0.03 a	0.22 ±0.02 a	0.20 ±0.03 a	0.21 ±0.04 a	0.25±0.02ab	0.30±0.01bc	0.32 ±0.01 c
<b>Buichret</b>	0.13 ±0.02 a	0.11 ±0.02 a	0.12 ± 0.01a	0.22 ±0.02 b	0.30 ±0.06 c	0.24 ±0.04 b	0.28±0.03bc	0.20 ±0.05 b
<b>Mekki</b>	0.18 ±0.03 a	0.22 ±0.02 a	0.21 ±0.04 a	0.23 ±0.05 a	0.23 ±0.04 a	0.29±0.06ab	0.32±0.04bc	0.37± 0.06 c

**Tableau 3 : Composition en acides gras (%) des échantillons d'huiles d'olive algériennes (Chemlal issu de culture pluviale et culture irriguée, Aghenfas, Buichret, Mekki) pendant la maturation du fruit.**

	Fin Sep	MiOct	Fin Oct	Mi Nov	Fin Nov	Mi Dec	Fin Dec	Mi Jan
<b>Chemlal (Régime irrigué)</b>								
<b>C16:0</b>	11.65± 2.87b	11.37±1.14ab	11.40±2.58ab	10.82±1.42ab	10.20±1.67ab	9.54 ± 0.73 a	8.67 ± 1.59 a	8.55 ± 0.94 a
<b>C16:1</b>	0.54 ± 0.00 b	0.43 ± 0.01 a	0.42 ± 0.00 a	0.75 ± 0.01 b	0.66 ± 0.00 b	0.56±0.00 ab	0.50 ± 0.00 a	0.48 ± 0.00 a
<b>C17:0</b>	0.04 ± 0.00 a	0.04 ± 0.00 a	0.04 ± 0.00 a	0.05 ± 0.00 a	0.05 ± 0.00 a	0.05 ± 0.00 a	0.05 ± 0.00 a	0.05 ± 0.00 a
<b>C17:1</b>	0.05 ± 0.00 a	0.05 ± 0.00 a	0.04 ± 0.00 a	0.05 ± 0.00 a	0.04 ± 0.00 a	0.05 ± 0.00 a	0.05 ± 0.00 a	0.05 ± 0.00 a
<b>C18:0</b>	1.54 ± 0.00 a	1.90 ± 0.02 b	2.87 ± 0.03 c	2.65 ± 0.00	2.09 ±0.00bc	2.17±0.00 bc	2.26±0.00 bc	2.74 ± 0.00 c
<b>C18:1</b>	74.84±9.67 b	74.72±7.70 b	73.33±9.53 a	73.12±5.32 a	73.26±8.10 a	73.23±9.05 a	73.49±6.30 a	72.73±5.48 a
<b>C18:2</b>	10.15±2.75 a	10.26±2.39 a	10.67±1.13 a	11.43±1.42 b	12.57±2.10 c	13.19±1.70 d	13.88±2.21 e	14.42±3.58 f
<b>C18:3</b>	0.52 ± 0.00 c	0.55 ± 0.00 c	0.51 ± 0.00 b	0.48 ± 0.00 b	0.46 ± 0.00 b	0.49 ± 0.00 b	0.38 ± 0.00 a	0.31 ± 0.00 a
<b>C20:0</b>	0.53 ± 0.01 a	0.51 ± 0.02 a	0.54 ± 0.00 a	0.50 ± 0.00 a	0.52 ± 0.00 a	0.52 ± 0.00 a	0.54 ± 0.00 a	0.50 ± 0.00 a
<b>C20:1</b>	0.01 ± 0.00 a	0.01 ± 0.00 a	0.03 ± 0.00 a	0.01 ± 0.00 a	0.02 ± 0.00 a	0.04 ± 0.00 a	0.02 ± 0.00 a	0.02 ± 0.00 a
<b>C22:0</b>	0.10 ± 0.00 a	0.11 ± 0.00 a	0.10 ± 0.00 a	0.09 ± 0.00 a	0.10 ± 0.00 a	0.14 ± 0.00 a	0.11 ± 0.00 a	0.10 ± 0.00 a
<b>C24:0</b>	0.03±0.00 ab	0.05 ± 0.00 b	0.05 ± 0.00 b	0.05 ± 0.00 b	0.03±0.00 ab	0.02 ± 0.00 a	0.05 ± 0.00 b	0.05 ± 0.00 b
<b>AGMI/A GPA</b>	7.07 ± 0.92 c	6.96 ± 0.18 c	6.60 ± 0.04 c	6.21±0.52 bc	5.68 ± 0.00 b	5.40±0.01 ab	5.19±0.09 ab	4.97 ± 0.05 a
<b>Chemlal (Régime pluvial)</b>								
<b>C16:0</b>	11.43 ±1.86b	11.22 ±3.63b	11.10 ±4.70b	10.80 ±3.05b	10.13 ±1.49b	9.50±2.74 ab	8.40 ± 1.63 a	8.06 ± 2.88 a
<b>C16:1</b>	0.38 ± 0.03 a	0.62 ± 0.01 a	0.84 ± 0.02 a	1.18 ± 0.04 b	1.04 ± 0.05 b	0.68 ± 0.01 a	0.76 ± 0.03 a	0.73 ± 0.04 a
<b>C17:0</b>	0.05 ± 0.00 a	0.06 ± 0.00 a	0.04 ± 0.00 a	0.04 ± 0.00 a	0.06 ± 0.00 a	0.04 ± 0.00 a	0.04 ± 0.00 a	0.04 ± 0.00 a
<b>C17:1</b>	0.04 ± 0.00 a	0.04 ± 0.00 a	0.04 ± 0.00 a	0.04 ± 0.00 a	0.04 ± 0.00 a	0.04 ± 0.00 a	0.05 ± 0.00 a	0.05 ± 0.00 a
<b>C18:0</b>	2.14 ± 0.00 a	2.63±0.05 ab	2.77± 0.13 b	2.02 ± 0.57 a	2.46±0.74 ab	2.96 ± 0.29 b	2.24±0.28 ab	2.68±0.91 ab
<b>C18:1</b>	73.14 ±9.77c	72.38±11.27bc	71.37 ±6.48b	71.52 ±9.30b	70.15 ±8.41a	69.35 ±7.16a	70.43±6.60ab	69.08 ±9.28a
<b>C18:2</b>	11.54±7.27 a	11.68±6.37 a	12.63±6.15ab	13.22±4.03ab	14.97±1.55 b	16.31±5.83bc	17.04 ±1.37c	18.38 ±2.17d
<b>C18:3</b>	0.54 ± 0.08 a	0.60 ± 0.08 a	0.56 ± 0.03 a	0.53 ± 0.07 a	0.50 ± 0.05 a	0.51 ± 0.04 a	0.46 ± 0.09 a	0.42 ± 0.06 a
<b>C20:0</b>	0.53 ± 0.06 a	0.59 ± 0.08 b	0.50 ± 0.04 b	0.52 ± 0.02 b	0.48±0.03 ab	0.48±0.09 ab	0.42 ± 0.02 a	0.41 ± 0.05 a
<b>C20:1</b>	0.02 ± 0.00 a	0.02 ± 0.00 a	0.02 ± 0.00 a	0.02 ± 0.00 a	0.02 ± 0.00 a	0.02 ± 0.00 a	0.01 ± 0.00 a	0.01 ± 0.00 a
<b>C22:0</b>	0.13 ± 0.03 a	0.15 ± 0.04 a	0.12 ± 0.00 a	0.10 ± 0.00 a	0.08 ± 0.00 a	0.09 ± 0.00 a	0.09 ± 0.00 a	0.09 ± 0.00 a
<b>C24:0</b>	0.06 ± 0.00 a	0.01 ± 0.00 a	0.01 ± 0.00 a	0.01 ± 0.00 a	0.07 ± 0.02 a	0.02 ± 0.00 a	0.06 ± 0.00 a	0.05 ± 0.00 a
<b>AGMI/A GPA</b>	6.09 ± 1.03 b	5.95 ± 1.24 b	5.48 ± 1.11b	5.29 ± 1.27 b	4.57 ± 0.95 a	4.16 ± 1.11 a	4.07 ± 0.84 a	3.72±1.17 ab
<b>Aghenfas</b>								



	Fin Sep	MiOct	Fin Oct	Mi Nov	Fin Nov	Mi Dec	Fin Dec	Mi Jan
<b>C16:0</b>	12.76±3.96 a	13.41±2.84 a	14.79±3.05 b	14.90±2.19 b	16.36±3.62 c	17.14±5.10 c	18.06±4.94 c	18.54±3.87 c
<b>C16:1</b>	0.40 ± 0.00 a	0.47 ± 0.00 a	1.54 ± 0.01b	1.41±0.01 ab	1.34±0.01 ab	1.56 ± 0.00 b	1.04±0.02 ab	1.48 ± 0.01 b
<b>C17:0</b>	0.04 ± 0.00 a	0.03 ± 0.00 a	0.03 ± 0.00 a	0.04 ± 0.00 a	0.04 ± 0.00 a	0.04 ± 0.00 a	0.04 ± 0.00 a	0.04 ± 0.00 a
<b>C17:1</b>	0.01 ± 0.00 a	0.02 ± 0.00 a	0.02 ± 0.00 a	0.02 ± 0.00 a	0.02 ± 0.00 a	0.02 ± 0.00 a	0.02 ± 0.00 a	0.03 ± 0.00 a
<b>C18:0</b>	1.87 ± 0.06 a	1.56 ± 0.05 a	2.87 ± 0.12 b	3.05 ± 0.09 b	3.18 ± 0.17 b	3.44 ± 0.10 b	3.60 ± 0.05 c	3.27 ± 0.07 b
<b>C18:1</b>	70.09 ±6.84c	69.94 ±5.19c	64.86±9.71bc	63.95±4.77 b	61.89±5.91 b	60.13 ±6.61a	58.43 ±8.29a	57.10±11.37 a
<b>C18:2</b>	13.43 ±4.70a	13.26 ±5.34a	14.58±4.16ab	15.38 ±3.22b	16.00 ±2.51b	16.56±3.30bc	17.84 ±6.10c	18.47±4.03 d
<b>C18:3</b>	0.65 ± 0.02 c	0.68 ± 0.12 c	0.65 ± 0.09 c	0.63 ± 0.05 b	0.55±0.04 ab	0.53±0.07 ab	0.50±0.13 ab	0.41± 0.04 a
<b>C20:0</b>	0.53 ± 0.09 c	0.42±0.05 ab	0.47±0.07 ab	0.42±0.12 ab	0.40±0.05 ab	0.47±0.03 ab	0.35± 0.04 a	0.54 ± 0.02c
<b>C20:1</b>	0.01 ± 0.00 a	0.01 ± 0.00 a	0.01 ± 0.00 a	0.03 ± 0.00 a	0.02 ± 0.00 a	0.02 ± 0.00 a	0.02 ± 0.00 a	0.03 ± 0.00 a
<b>C22:0</b>	0.16 ± 0.07 b	0.15 ± 0.02 b	0.13 ± 0.02 b	0.13 ± 0.04 b	0.11± 0.02 b	0.06 ± 0.00 a	0.05 ± 0.01 a	0.06 ± 0.00 a
<b>C24:0</b>	0.05 ± 0.00 a	0.05 ± 0.00 a	0.05 ± 0.02 a	0.04 ± 0.00 a	0.09 ± 0.02 b	0.03 ± 0.00 a	0.05 ± 0.01 a	0.03 ± 0.00 a
<b>AGMI/A GPA</b>	5.01±0.81 cd	5.05 ± 1.04 d	4.63 ± 0.62 c	4.09 ± 0.97 b	3.82 ± 0.26 b	3.61±0.10 ab	3.24 ± 0.88 a	3.11± 0.90 a
<b>Mekki</b>								
<b>C16:0</b>	21.76±3.54 b	19.05±4.85 b	18.83±3.77 b	18.97±2.90 b	16.10±2.78 a	16.38±1.32 a	15.87±2.04 a	15.36±3.11 a
<b>C16:1</b>	0.39±0.02 ab	0.40±0.01 ab	0.35± 0.05 a	0.42±0.02 ab	0.48 ± 0.02 b	0.57 ± 0.02 c	0.58 ± 0.05 c	0.61± 0.03 c
<b>C17:0</b>	0.05 ± 0.00 a	0.05 ± 0.00 a	0.05 ± 0.00 a	0.05 ± 0.00 a	0.05 ± 0.00 a	0.05 ± 0.00 a	0.04 ± 0.00 a	0.04 ± 0.00 a
<b>C17:1</b>	0.03 ± 0.00 a	0.03 ± 0.00 a	0.03 ± 0.00 a	0.03 ± 0.00 a	0.03 ± 0.00 a	0.03 ± 0.00 a	0.05 ± 0.01 a	0.05 ± 0.00 a
<b>C18:0</b>	2.54 ± 0.96 a	2.63 ± 0.35 a	2.30 ± 0.78 a	2.04 ± 0.51 a	2.41± 0.94 a	2.38 ± 0.80 a	2.52 ± 0.58 a	2.60 ± 0.72 a
<b>C18:1</b>	67.32 ±8.45	65.64±10.12bc	65.57±8.72bc	64.76±5.39 b	61.83±6.66ab	60.77±7.31 a	60.09±6.42 a	60.14±9.18 a
<b>C18:2</b>	6.59 ± 1.18 a	11.22±3.50 b	11.82±2.48 b	12.62±1.23 b	17.99±2.74 c	18.79±3.33 c	19.89±2.80 c	20.18±1.19 c

	Fin Sep	MiOct	Fin Oct	Mi Nov	Fin Nov	Mi Dec	Fin Dec	Mi Jan
<b>C18:3</b>	0.62 ± 0.18 c	0.43 ± 0.01 b	0.40±0.20 ab	0.39 ± 0.08 a	0.41±0.07 ab	0.36 ± 0.05 a	0.35 ± 0.04 a	0.34 ± 0.09 a
<b>C20:0</b>	0.52±0.19 ab	0.56 ± 0.06 b	0.52±0.02 ab	0.55 ± 0.02 b	0.53±0.05 ab	0.53±0.03 ab	0.46 ± 0.03 a	0.50 ± 0.02 b
<b>C20:1</b>	0.02 ± 0.00 a	0.03 ± 0.00 a	0.02 ± 0.00 a	0.03 ± 0.00 a	0.02 ± 0.00 a	0.02 ± 0.00 a	0.02 ± 0.00 a	0.04± 0.00 a
<b>C22:0</b>	0.08 ± 0.01 a	0.09 ± 0.01 a	0.09 ± 0.00 a	0.08 ± 0.00 a	0.09 ± 0.00 a	0.06 ± 0.00 a	0.07 ± 0.00 a	0.09 ± 0.00 a
<b>C24:0</b>	0.08 ± 0.00 b	0.07±0.00 ab	0.02 ± 0.00 a	0.06±0.00 ab	0.06±0.00 ab	0.06±0.00 ab	0.06 ±0.00 b	0.05±0.00 ab
<b>AGMI/A GPA</b>	9.40 ± 1.28 c	5.66 ± 0.67 b	5.40 ± 0.94 b	5.01± 1.14 b	3.39 ± 0.96 a	3.21± 0.82 a	3.00 ± 0.52 a	2.96 ± 0.69 a
<b>Buichret</b>								
<b>C16:0</b>	19.16±3.63 c	15.83 ±2.16b	15.27±2.28ab	15.12±2.90ab	14.63±2.10 a	15.30±1.47ab	13.55 ±1.59a	13.78 ±3.80a
<b>C16:1</b>	1.54 ± 0.08 b	0.67 ± 0.05 a	0.82±0.08 ab	1.12 ± 0.05	0.53 ± 0.04 a	0.69 ± 0.05 a	0.93±0.01 ab	1.14 ± 0.04 b
<b>C17:0</b>	0.03 ± 0.00 a	0.03 ± 0.00 a	0.03 ± 0.00 a	0.04 ± 0.00 a	0.04 ± 0.00 a	0.04 ± 0.00 a	0.04 ± 0.00 a	0.04 ± 0.00 a
<b>C17:1</b>	0.05 ± 0.00 a	0.01 ± 0.00 a	0.01 ± 0.00 a	0.01 ± 0.00 a	0.01 ± 0.00 a	0.01 ± 0.00 a	0.02 ± 0.00 a	0.02 ± 0.00 a
<b>C18:0</b>	1.86±0.06 ab	2.35 ± 0.04 b	1.76±0.07 ab	1.40 ± 0.04 a	2.22 ± 0.09 b	1.69±0.08 ab	2.05 ± 0.04	1.95 ± 0.04 b
<b>C18:1</b>	65.54 ±4.84b	66.23±9.50 c	63.31±5.48ab	62.16 ±6.82a	62.06 ±5.30a	62.20 ±6.27a	62.65 ±7.70a	62.39 ±5.32a
<b>C18:2</b>	10.89 ±1.12a	14.00 ±3.32a	17.85 ±1.84b	19.18 ±4.40b	19.63 ±2.96b	19.11 ±1.18b	19.93±3.33bc	19.95 ±2.52c
<b>C18:3</b>	0.32 ±0.08ab	0.30 ± 0.03ab	0.33 ± 0.10 b	0.28 ±0.07ab	0.20 ± 0.06 a	0.22 ± 0.05 a	0.18 ± 0.06 a	0.15 ± 0.04 a
<b>C20:0</b>	0.45 ± 0.04 a	0.43 ± 0.03 a	0.46 ± 0.08 a	0.54 ± 0.04 a	0.50 ± 0.03 a	0.52 ± 0.03 a	0.48 ± 0.04	0.42 ± 0.02 a
<b>C20:1</b>	0.01 ± 0.00 a	0.01 ± 0.00 a	0.02 ± 0.00 a	0.01 ± 0.00 a	0.02 ± 0.00 a	0.01 ± 0.00 a	0.01 ± 0.00 a	0.01 ± 0.00 a
<b>C22:0</b>	0.12 ± 0.02 a	0.11 ± 0.03 a	0.10 ± 0.01 a	0.11 ± 0.02 a	0.13 ± 0.02 a	0.16 ± 0.00 a	0.12 ± 0.02 a	0.12 ± 0.00 a
<b>C24:0</b>	0.03 ± 0.00 a	0.03 ± 0.00 a	0.04 ± 0.01 a	0.03 ± 0.00 a	0.03 ± 0.00 a	0.05 ± 0.00 a	0.04 ± 0.00 a	0.03 ± 0.00 a
<b>AGMI/A GPA</b>	5.99 ± 1.18 d	4.68 ± 1.05 c	3.53±0.95 bc	3.25±1.18 bc	3.16 ± 1.82 b	2.25 ± 0.93 a	3.15 ± 0.81 b	3.13 ± 0.71 b

**Tableau 4 : Composition en triacylgcérols (%) des échantillons d'huiles d'olive algériennes (Chemlal issu de culture pluviale et culture irriguée, Aghenfas, Buichret, Mekki) pendant la maturation du fruit.**

	Fin Sep	MiOct	Fin Oct	Mi Nov	Fin Nov	Mi Dec	Fin Dec	Mi Jan
<i>Chemlal (Régime irrigué)</i>								
<b>PLL</b>	0.09 ± 0.01 b	0.03 ± 0.00 a	0.01 ± 0.00 a	0.15 ± 0.00 a	tr	0.02 ± 0.00 a	0.06±0.00 ab	0.02 ± 0.00 a
<b>OLL</b>	0.29 ± 0.00 a	0.32 ± 0.02 a	0.50±0.06 ab	1.34±0.09 ab	1.69±0.07 ab	2.21±0.07 ab	2.38±0.01 ab	3.05± 0.03 b
<b>POL+EIn</b>	0.26 ± 0.00 a	5.23 ± 0.01 c	5.94 ± 0.04d	3.83 ± 0.03b	6.29 ± 0.12d	0.09 ± 0.00 a	3.31 ± 0.02b	4.16 ± 0.03c
<b>OOL</b>	12.86±2.18 a	13.99±2.93 a	15.27±1.25 a	19.17±2.15 b	20.11±3.42 b	29.73±1.84 c	30.58 1.22 c	36.93±2.71 d
<b>POL</b>	3.39 ± 0.83 a	3.52 ± 0.90 a	3.67 ± 0.42 a	4.11±0.55 ab	4.37±0.79 ab	4.58±0.92 ab	4.82±0.94 ab	4.98 ± 1.04 b
<b>OOO</b>	52.54±3.60 b	52.87±4.71 b	51.08±3.48 b	49.73±2.60ab	48.11±3.47ab	46.70±3.83ab	44.45±2.52 a	43.26±2.10 a
<b>POO</b>	29.95±2.19 d	22.84±1.72cd	22.17±1.80cd	20.84±1.24 c	18.53±0.20 c	15.46 ±1.49b	13.22 ±2.14b	6.62 ± 0.22 a
<b>PPO</b>	0.54 ± 0.01 a	0.77 ± 0.00 c	0.98 ± 0.03 d	0.62 ± 0.02 b	0.58 ±0.02ab	0.72 ± 0.02 c	0.63±0.03 ab	0.50 ± 0.01 a
<b>SOO</b>	0.07 ± 0.00 a	0.42 ± 0.05 b	0.37 ± 0.03 b	0.20 ± 0.02 b	0.31 ± 0.03 b	0.48 ± 0.04bc	0.55 ± 0.05 c	0.48± 0.01bc
<i>Chemlal (Régime pluvial)</i>								
<b>PLL</b>	0.01 ± 0.00 a	0.01 ± 0.00 a	0.01 ± 0.00 a	0.04 ± 0.00 a	0.01 ± 0.00 a	0.03 ± 0.00 a	0.01 ± 0.00 a	0.01 ± 0.00 a
<b>OLL</b>	0.34 ± 0.02 a	0.63 ± 0.04 a	0.74 ± 0.06 a	0.88±0.09ab	0.87± 0.03ab	0.93± 0.03ab	1.05 ± 0.05 b	1.24 ± 0.04 c
<b>POL+EIn</b>	0.19 ± 0.01 a	0.95 ± 0.02 a	7.34 ± 0.11 b	11.28±0.53 c	11.77±1.04cd	11.47±0.74cd	12.9 ± 0.66 d	12.27±0.51cd
<b>OOL</b>	15.66 ±1.50a	20.00±3.82ab	21.69±2.25ab	22.17±2.18ab	22.15±3.13ab	23.34±2.20ab	24.82±4.10ab	25.57 ±2.71b
<b>POL</b>	4.07 ± 0.51 a	4.30 ± 0.20 a	5.18± 0.95ab	5.44 ±1.04ab	6.93 ± 0.44 b	7.25 ± 0.48 c	8.41 ± 0.50 d	9.07 ± 0.29 e
<b>OOO</b>	50.49±2.53 d	41.87±1.40bc	39.05±2.94bc	37.16±1.29bc	36.46±1.40bc	35.91±0.70bc	32.22 ±1.62b	30.84 ±0.67a
<b>POO</b>	27.38 ±0.11c	31.52 ±1.53d	23.28 ±1.60b	21.95±0.82ab	20.75±2.50ab	18.94 ±1.19a	18.51 ±2.62a	18.04 ±0.73a
<b>PPO</b>	1.57 ± 0.07 a	0.54 ± 0.08 a	1.05 ± 0.09 b	0.76±0.06 ab	0.59±0.00 a	1.17 ± 0.05	0.86±0.04 ab	1.55 ± 0.04 b
<b>SOO</b>	0.28 ± 0.04 a	0.17 ± 0.05 a	1.65 ± 0.05 b	0.32 ± 0.03 a	0.47 ± 0.06 a	0.96 ±0.08ab	1.22 ± 0.05 b	1.41 ± 0.09 b
<i>Aghenfas</i>								
<b>PLL</b>	0.03 ± 0.00 a	0.02 ± 0.00 a	0.02 ± 0.00 a	0.01 ± 0.00 a	0.03 ± 0.00 a	0.02 ± 0.00 a	0.01 ± 0.00 a	0.03 ± 0.00 a
<b>OLL</b>	0.10 ± 0.07 a	0.11 ± 0.00 a	0.24 ± 0.03 a	0.28 ± 0.03 a	0.31 ± 0.02 a	0.44 ± 0.02 a	0.46 ± 0.03 a	0.53 ± 0.02 a
<b>POL+EIn</b>	0.88 ± 0.06 a	0.44 ± 0.05 a	4.71 ± 0.09 a	9.53 ± 0.07 c	7.04 ± 0.07 b	1.37±0.08 ab	0.91 ± 0.02 a	0.48 ± 0.07 a
<b>OOL</b>	22.55±2.18 a	27.88±2.80 b	29.47±0.73 b	30.26±1.38 b	30.17±1.88 b	32.83 ±2.64b	31.29 ±2.29b	31.10 ±2.22b
<b>POL</b>	4.17 ± 0.98 a	6.73 ± 0.32 b	7.39 ± 0.66 b	8.19 ± 1.41 b	8.01 ± 0.42 b	9.73 ± 0.58 b	10.62 ±2.12b	11.13 ±2.60b
<b>OOO</b>	49.65 ±2.84c	44.10 ±3.91b	40.68±6.10ab	39.04±6.79ab	39.18±5.30ab	37.29 ±4.22a	36.66 ±4.71a	35.30 ±3.80a
<b>POO</b>	19.54 ±3.18c	16.31 ±2.75b	14.22 ±1.14b	9.22 ± 1.51 a	11.90 ±2.60a	16.37 ±5.29b	17.88 ±4.10b	19.45 ±2.77b
<b>PPO</b>	1.76 ± 0.06 ab	2.64 ± 0.05 c	1.38 ± 0.09 a	2.45 ± 0.05 b	2.15 ± 0.08 b	1.59 ±0.04ab	1.66± 0.04ab	1.39 ± 0.01 a

	Fin Sep	MiOct	Fin Oct	Mi Nov	Fin Nov	Mi Dec	Fin Dec	Mi Jan
<b>SOO</b>	1.32±0.02 ab	1.77±0.08 ab	1.89 ± 0.02 b	1.02±0.04 ab	1.21±0.01 ab	0.36 ± 0.09 a	0.51 ± 0.05 a	0.59 ± 0.03 a
<i>Mekki</i>								
<b>PLL</b>	0.15±0.01 ab	0.04 ± 0.00 a	0.38 ± 0.00 b	0.07 ± 0.01 a	0.01 ± 0.00 a	0.03 ± 0.00 a	0.02 ± 0.01 a	tr
<b>OLL</b>	0.53 ± 0.00 a	0.75 ± 0.02 a	0.91 ± 0.01 a	1.34 ± 0.06 b	1.27 ± 0.05 b	1.56 ± 0.02 b	1.70 ± 0.02 b	2.14 ± 0.02 c
<b>POL+Eln</b>	0.35 ± 0.07 b	0.36 ± 0.07 b	0.87±0.04 bc	0.03 ± 0.00 a	0.64±0.07 bc	0.95±0.01 bc	1.80 ± 0.02 c	0.35 ± 0.04 b
<b>OOL</b>	7.46 ± 0.97 a	11.75 ±1.16b	12.16 ±1.27b	13.47 ±2.83b	14.17 ±1.40b	14.44 ±2.68b	15.21 ±1.17b	15.36 ±2.22b
<b>POL</b>	6.20 ± 0.82 a	6.36 ± 1.42 a	7.88 ± 1.62 a	8.46 ± 1.48 a	9.04 ± 0.52 a	11.34±1.50ab	11.51±1.42ab	12.67 ±3.77b
<b>OOO</b>	45.85 ±3.74b	44.96 ±4.68b	44.63 ±7.33b	43.18 ±4.19b	41.53 ±4.44a	41.65 ±6.19a	40.40 ±6.12a	40.23 ±2.60a
<b>POO</b>	36.60 ±1.80d	33.41 ±2.48c	30.28 ±2.55b	29.19 ±0.95a	29.72 ±1.18a	27.23±2.63 a	26.64±1.60 a	26.05 ±1.01a
<b>PPO</b>	1.49 ± 0.05 a	1.17 ± 0.05 a	1.33 ± 0.02 a	1.53 ±0.01ab	1.80 ± 0.03 c	1.41 ± 0.02 a	1.46 ± 0.01 a	1.62 ± 0.03 b
<b>SOO</b>	1.37 ± 0.06 a	1.20 ± 0.04 a	1.56 ± 0.05 a	2.73 ± 0.04 b	1.82 ± 0.03 a	1.39 ± 0.02 a	1.26 ± 0.01 a	1.58 ± 0.04 a
<i>Buichret</i>								
<b>PLL</b>	0.04 ± 0.00 a	0.05 ± 0.00 a	0.02 ± 0.00 a	0.03 ± 0.00 a	0.23 ± 0.00 c	0.10 ± 0.00 b	0.05 ± 0.00 a	0.06 ± 0.00 a
<b>OLL</b>	0.64 ± 0.03 a	0.77 ± 0.04 a	1.12 ± 0.03 b	1.53 ± 0.03 b	1.66 ± 0.03 b	1.52 ± 0.25 b	1.80 ± 0.07 b	1.97± 0.12 b
<b>POL+Eln</b>	1.09 ±0.23 b	1.60 ± 0.08 c	1.28 ± 0.07 b	0.78 ± 0.08 b	0.13 ± 0.05 a	0.98 ± 0.12 b	0.47 ±0.02 ab	0.23 ± 0.08 a
<b>OOL</b>	23.85 ±2.45a	25.86 ±2.18a	28.92 ±3.71a	29.07±2.10ab	28.76±3.48ab	28.65±2.55ab	31.23±1.75 b	32.40±2.90 b
<b>POL</b>	6.18 ± 0.95 a	6.47 ± 0.82 a	6.99 ± 0.73 a	6.83 ± 1.05 a	8.12 ± 0.50 b	8.94 ± 0.20 b	8.76 ± 0.71 b	9.22 ± 0.88 b
<b>OOO</b>	48.73 ±2.83b	48.94 ±4.77b	47.36±5.62ab	47.83±3.90ab	47.10±6.66ab	46.55 ±5.25a	45.78 ±6.80a	45.41 ±4.18a
<b>POO</b>	16.85 ±1.62d	13.40 ±1.80c	11.62±2.69bc	11.48±0.92bc	10.41±2.74 b	9.10 ± 1.18 a	9.36 ± 2.22 a	8.52 ± 1.07 a
<b>PPO</b>	0.44 ± 0.02 a	0.27 ± 0.03 a	0.30 ± 0.06 a	0.21± 0.02 a	2.46 ± 0.55 b	2.38 ± 0.31 b	1.40 ± 0.11 b	1.10 ± 0.07 b
<b>SOO</b>	2.18± 0.63 b	2.64 ± 0.07 b	2.39 ±0.04 b	2.24 ±0.06 b	1.13 ± 0.05 a	1.78±0.06 ab	1.15 ± 0.13 a	1.09 ± 0.18 a

**Tableau 5: Evolution de la concentration en chlorophylle et carotène (mg/Kg) des huiles d'olive de quatre variétés (Chemlal en sec et en irrigué, Aghenfus, Buichret, Mekki) au cours de la maturation.**

	Fin Sep	MiOct	Fin Oct	Mi Nov	Fin Nov	Mi Dec	Fin Dec	Mi Jan
<b>Chemlal (Régime pluvial)</b>								
<b>Chlorophylles</b>	17.45± 1.22e	15.76±0.42de	14.22±1.03 d	13.71±2.24 d	8.56± 0.59 c	5.31± 0.86 b	3.11±0.05 ab	1.87± 0.15 a
<b>Carotènes</b>	7.87± 1.28 e	6.44± 1.10 d	6.06± 0.30 c	5.84± 0.52 c	4.39± 0.68 c	3.80± 0.73 b	2.28± 0.08 b	1.31± 0.94 a
<b>Chemlal (Régime irrigué)</b>								
<b>Chlorophylles</b>	23.08±2.47 f	20.21±1.90ef	18.88± 2.81e	17.41±0.31 e	10.70±1.46 d	8.95± 0.07 c	6.01± 1.62 b	5.62± 1.11 a
<b>Carotènes</b>	9.63± 1.39 e	6.84± 1.58 d	5.18± 1.05 c	4.49± 0.69 c	5.04± 1.00 c	3.72± 0.86 b	3.65± 0.93 b	2.70± 0.07 a
<b>Aghenfus</b>								
<b>Chlorophylles</b>	12.98±1.70 g	10.87±0.12 f	8.00± 0.72 e	6.19± 1.22 d	4.22± 0.69 b	4.34± 0.37 b	2.13± 0.18 a	1.65± 0.02 a
<b>Carotènes</b>	7.12± 1.13 c	5.93±0.57 bc	5.86±1.10 bc	5.22± 0.61 b	3.94± 0.20 b	3.19± 0.17 b	1.60±0.38 ab	0.94± 0.06 a
<b>Mekki</b>								
<b>Chlorophylles</b>	16.49±1.41 f	13.19±1.74 e	11.29±1.27 d	8.41± 0.99 c	5.72± 1.27 b	3.10± 0.81 a	3.21± 0.41 a	2.52± 0.05 a
<b>Carotènes</b>	9.30± 0.74 e	7.18± 1.12 d	6.19± 1.37 c	5.84± 0.20 c	4.09±0.38 bc	3.18± 0.58 b	2.95± 0.40 b	1.18± 0.29 a
<b>Buichret</b>								
<b>Chlorophylles</b>	13.19± 1.41f	10.55±0.52 e	7.41± 1.27 d	7.59± 1.54 d	6.89± 0.63 c	4.18± 0.80 b	3.65± 0.92 b	2.07± 0.04 a
<b>Carotènes</b>	7.52± 0.77 g	6.98± 1.69 f	5.38± 0.53 e	4.17± 0.55 d	3.83± 0.22 c	2.11± 0.06 b	1.29±0.17 ab	0.84± 0.32 a

**Tableau 6. Variations des pourcentages des différentes classes chimiques des composés aromatiques dans les huiles d'olive algériennes (Chemlal, Aghenfus, Buichret et Mekki).**

	Fin Sep	MiOct	Fin Oct	Mi Nov	Fin Nov	Mi Dec	Fin Dec	Mi Jan
<b>Chemlal (Régime irrigué)</b>								
<b>Contenu total en C5</b>	3.63± 0.43e	3.11± 0.08d	3.73± 0.05e	2.93± 0.26c	2.58± 0.87c	1.62± 0.25b	1.17±0.35ab	0.87±0.70a
<b>Contenu total en C6</b>	22.34± 2.30c	23.52± 1.67c	22.15±2.06c	20.66± 3.17b	19.35±0.77b	16.21±ab1.28	17.18±1.52ab	16.02±2a
<b>Contenu total en alcools</b>	3.21± 0.34c	3.04 ± 0.55c	3.52± 0.48cd	3.11± 0.71c	2.84± 0.68bc	2.75± 0.04bc	2.33 ± 0.33b	1.62±0.8a

<b>Contenu total en aldéhydes</b>	17.54± 1.46e	16.74± 1.90e	13.71± 2.37d	10.22± 2.28c	9.50 ± 2.50c	5.44± 0.18bc	4.19± 0.26b	2.73 ±0.44a
<b>Contenu total en estères</b>	3.87± 0.83c	0.64± 0.03a	1.11± 0.01b	0.85± 0.01a	1.53± 0.27b	0.62± 0.06a	0.79± 0.11a	0.33± 0.04a
<b>Contenu total en hydrocarbures</b>	1.54± 0.86a	2.87± 0.16bc	1.32± 0.06a	2.00± 0.17b	3.23± 0.58c	6.50± 0.50d	7.71± 1.45de	9.12± 1.03e
<b>Contenu total en cétones</b>	4.63± 0.66c	4.95± 0.90c	4.72± 0.28c	4.88± 0.37c	3.10± 0.09b	3.32± 0.16b	3.61± 0.65bc	2.44± 0.44a
<b>Contenu total en arôme</b>	56.76± 4.33e	54.87±6.96de	50.26± 6.19d	44.65±4.50cd	42.13± 9.28c	36.46± 2.10b	36.98± 6.29b	33.13±4.4a
<b>Chemlal (Régime pluvial)</b>								
<b>Contenu total en C5</b>	4.42± 0.98f	4.13± 0.25e	3.88± 0.56d	3.92± 0.76d	3.25± 0.30c	2.66± 0.81b	2.23± 0.49b	1.81± 0.51a
<b>Contenu total en C6</b>	27.06± 6.44c	26.33± 6.58c	26.19± 5.47c	23.51± 5.52b	23.99± 4.05b	22.41±4.10ab	22.58±5.19ab	21.89±1.4a
<b>Contenu total en alcools</b>	6.18± 1.24b	6.83± 1.71c	6.52± 1.60bc	5.73± 0.33a	6.18± 0.72b	5.59± 0.19a	5.19 ± 1.37a	5.42± 0.92a
<b>Contenu total en aldéhydes</b>	13.43± 1.62e	12.88± 2.43d	12.51± 0.18d	11.62 ±1.00c	11.70 ±0.75c	10.91±1.90ab	10.55±0.54ab	9.73± 0.78a
<b>Contenu total en estères</b>	0.32 ± 0.06a	0.75± 0.09a	3.60± 0.25b	0.73± 0.00a	0.51± 0.03a	0.69± 0.08a	0.24± 0.01a	0.52± 0.02a
<b>Contenu total en hydrocarbures</b>	2.87± 0.24a	2.53± 0.05a	4.87 ± 0.15b	5.33± 0.04b	6.43± 0.11bc	7.90± 0.83c	6.21± 1.20bc	7.33± 0.88c
<b>Contenu total en cétones</b>	10.74± 1.39b	9.10± 1.74ab	7.94 ± 0.05a	7.68± 1.27a	10.63 ±2.86b	11.90 ±1.00b	10.83± 2.56b	8.65± 1.42a
<b>Contenu total en arôme</b>	65.02± 3.77d	62.55± 6.90c	65.51± 5.81d	58.52± 3.28b	62.69± 4.20c	62.06± 5.14c	57.83± 1.38b	55.35±7.2a
<b>Aghenfus</b>								
<b>Contenu total en C5</b>	5.84± 0.64d	5.86± 1.63d	4.17± 0.85bc	4.63± 0.32c	3.18± 0.92b	3.05± 0.59b	3.16± 0.55b	2.94± 0.34a
<b>Contenu total en C6</b>	18.64± 1.18d	19.32± 2.39c	17.55± 1.02c	15.29± 0.27b	15.61±1.64b	13.88±1.37ab	12.39± 0.44a	12.11±1.1a
<b>Contenu total en alcools</b>	3.75± 0.58d	3.55± 0.86d	3.56± 0.69d	2.82± 0.33c	2.95± 0.03c	2.77± 0.75c	2.03± 0.69b	1.41± 0.05a
<b>Contenu total en aldéhydes</b>	19.75± 2.20c	17.54±0.57bc	18.33± 1.94c	17.38±1.61bc	16.60± 1.20b	16.83± 0.81b	16.51± 1.53b	15.27±1.2a
<b>Contenu total en estères</b>	1.22± 0.07ab	1.43± 0.03b	1.11± 0.05ab	1.54± 0.06 b	0.99± 0.04a	0.94± 0.04ab	0.48 ± 0.04a	0.55± 0.06a
<b>Contenu total en hydrocarbures</b>	2.54± 0.29ab	1.32± 0.59a	1.79± 0.15a	3.76± 0.23b	5.44± 0.42c	5.18± 0.05c	6.73± 0.38d	6.53± 0.33d
<b>Contenu total en cétones</b>	4.85± 0.16b	4.72 ± 0.28b	4.61± 0.07b	5.80± 0.16c	5.72± 0.11c	4.11± 0.36a	4.30± 0.39a	4.64± 0.29a

Contenu total en arôme	56.59±5.17 d	53.74±7.72cd	51.12± 6.80c	51.22± 3.19c	50.49± 4.00c	46.76± 5.27b	45.60± 4.49b	43.45±4.0a
<i>Mekki</i>								
Contenu total en C5	6.52± 1.27c	6.47± 0.51c	6.58± 0.78c	5.77± 0.28b	5.83± 0.96b	5.38± 0.36b	4.41± 0.92a	4.30± 0.37a
Contenu total en C6	8.53± 0.66d	8.41± 0.25d	7.75± 0.08c	6.10± 1.73bc	5.36± 0.48b	4.01± 0.54ab	3.37± 0.58ab	2.59± 0.14a
Contenu total en alcools	3.69 ± 0.23c	3.71± 0.16c	3.49 ± 0.05c	2.76± 0.11b	2.82± 0.83b	2.50± 0.03b	1.89± 0.04a	1.66± 0.36a
Contenu total en aldéhydes	13.64± 1.78e	11.62± 1.68d	8.47 ± 0.72c	9.59± 1.20c	7.66± 0.71b	6.38± 0.08ab	5.22± 0.27ab	4.63± 0.25a
Contenu total en esteres	1.65± 0.90b	1.78 ± 0.48b	2.84± 0.31b	1.49± 0.23ab	0.67± 0.04a	0.44 ± 0.12a	0.69 ± 0.10a	0.24 ±0.05a
Contenu total en hydrocarbures	2.16 ± 0.16a	2.56 ± 0.38	2.09 ± 0.45b	2.22 ± 0.08b	3.81 ± 0.26c	4.29± 0.08cd	4.87± 0.10cd	5.32± 0.34d
Contenu total en cétones	2.51± 0.16ab	2.44± 0.42ab	2.40± 0.06ab	3.82± 0.17b	2.95± 0.08b	3.11± 0.15b	2.10± 0.16ab	1.48±0.11a
Contenu total en arôme	38.70± 4.01e	36.99± 5.90e	33.60± 3.71d	31.75± 3.84d	29.10±13.89c	26.11± 1.02b	22.55±1.21a <sub>b</sub>	20.22±2.5a
<i>Buichret</i>								
Contenu total en C5	7.88± 0.54d	6.49± 1.34c	6.71± 0.76cd	5.05± 1.20b	5.36± 1.11bc	4.82± 0.83b	4.10± 0.52b	3.44± 0.78a
Contenu total en C6	11.18± 0.16d	9.69± 0.58c	8.33± 0.79bc	9.51± 0.10c	7.80± 0.56b	6.71± 0.83a	5.29± 0.09a	4.13± 0.37a
Contenu total en alcools	4.67 ± 0.80b	4.79 ± 0.58b	4.48 ± 0.80b	3.14± 0.15ab	3.58±0.64ab	3.66± 0.25ab	2.40 ± 0.29a	2.57 ±0.06a
Contenu total en aldéhydes	10.43± 2.54b	10.95 ±1.58c	10.88± 0.93c	9.78 ± 1.86b	9.61± 0.13b	8.11± 0.24a	8.82 ± 0.53a	7.92 ±0.04a
Contenu total en esteres	1.39 ± 0.16 b	0.89± 0.08a	0.83± 0.04a	0.77 ± 0.01a	0.60 ± 0.11a	0.61± 0.08a	0.33 ± 0.09a	0.41 ±0.06a
Contenu total en hydrocarbures	0.65 ± 0.09a	0.33 ± 0.09a	1.44± 0.18ab	1.76± 0.29ab	2.88± 0.03b	3.50 ± 0.08c	4.22 ± 0.17d	4.90 ±0.10e
Contenu total en cétones	3.47 ± 0.08b	3.61 ± 0.11b	3.48 ± 0.10b	1.52± 0.05a	1.83 ± 0.08a	1.22 ± 0.09a	1.84± 0.08a	0.59 ±0.08a
Contenu total en arôme	39.67± 2.64c	36.75± 5.87b	36.15± 6.67b	31.53±4.98ab	31.66±3.03ab	28.62± 1.28a	27.00± 3.05a	24.16±2.4a

# Characterization of sterolic and alcoholic fractions of some Algerian olive oils according to the variety and ripening stage

Hasna Boulkroune<sup>1,\*</sup>, Aida Lazzez<sup>2</sup>, Mokhtar Guissous<sup>1</sup>, Yuva Bellik<sup>1</sup>, Sami Smaoui<sup>2</sup>,  
Nazih Grati Kamoun<sup>2</sup> and Toufik Madani<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Department of Biology, Faculty of Life and Nature Sciences, Mohamed El Bachir El Ibrahimi University, Bordj Bou Arreridj 34000, Algeria

<sup>2</sup> Laboratory of Technology and Quality, Olive Tree Institute, BP 1087, Sfax, Tunisia

<sup>3</sup> Laboratory of Natural Resources Characterization, Setif, Algeria

Received 14 October 2016 Accepted 25 April 2017

**Abstract** The present study reported for the first time the evolution of some minor compounds (sterols and aliphatic alcohols) composition of four Algerian olive oils according to the cultivar and the maturity stage during the season (2013/2014). Olive samples were collected during eight different harvesting dates. The studied cultivars were Chemlal, Aghenfas, Buichret and Mekki. Ten sterolic compounds, triterpene dialcohols (erythrodiol uvaol) and seven fatty alcohols were identified and characterized. The results showed a decreasing level of total sterols, b-sitosterol, triterpenic dialcohols, total aliphatic alcohols, tetracosanol (C24), and an increasing level of D<sup>5</sup>-avenasterol according to the maturity process. Linear discriminant analysis (LDA) enabled the classification of the studied varieties on the basis of analytical data and a correct classification rate of 96.5% and 88.6% was achieved using the original and cross validation method respectively. The most discriminating variables have been: cholesterol, campestanol, D<sup>7</sup>-stigmastenol, D<sup>7</sup>-avenasterol, clerosterol, alcohol C22, alcohol C25, alcohol C27.

**Keywords:** minor compounds / olive oil / cultivar / maturity / discriminant analysis

**Résumé** Caractérisation des fractions stéroliques et alcooliques de quelques huiles d olive algériennes en fonction de la variété et de l état de maturité. Cette étude rapporte pour la première fois l évolution de la composition en stérols et alcools aliphatiques de quatre huiles d olive algériennes en fonction du cultivar et de la maturité au cours de la récolte 2013/2014. Les échantillons d olives ont été collectés à huit dates de récolte différentes. Les cultivars étudiés sont : Chemlal, Aghenfas, Buichret et Mekki. Dix composés stéroliques, deux dialcools triterpéniques (érythrodiol uvaol) et sept alcools gras ont été identifiés et caractérisés. Les résultats ont montré une teneur décroissante pour les stérols totaux, le b-sitostérol, les dialcools triterpéniques, les alcools aliphatiques totaux et le tétracosanol (C24) et inversement une teneur croissante en D<sup>5</sup>-avénastérol avec l augmentation progressive de la maturité. L analyse linéaire discriminante (linear discriminant analysis [LDA]) a permis la classification des variétés étudiées sur la base des données analytiques. Un taux de classification correct de 96,5 % et 88,6 % a été atteint en utilisant respectivement les méthodes de validation originale et croisée. Les variables les plus discriminantes ont été : le cholestérol, le campestanol, le D<sup>7</sup>-stigmastérol, le D<sup>7</sup>-avénastérol, le clérostérol et les alcools gras C22, C25 et C27.

**Mots clés :** composés mineurs / huile d olive / cultivar / maturité / analyse discriminante

## 1 Introduction

Olive oil is one of the most important food products throughout the Mediterranean Basin due to its high nutritional

and dietetic value. It is composed essentially of triacylglycerols which represent 98% of the oil and minor components such as tocopherols, phenolic compounds, alcohols and phytosterols (Bianchi, 2003). It has been demonstrated that the unsaponifiable fraction presented a beneficial therapeutic effect for human health (Abuajah et al., 2015; Cilla et al., 2015; Mahaddalkar et al., 2015).

\* Correspondence: [hasna34@gmail.com](mailto:hasna34@gmail.com)  
[h.boulkroune@uni-v-bba.dz](mailto:h.boulkroune@uni-v-bba.dz)



Qualitative and quantitative sterols analysis is one tool to characterize the quality and the category of olive oil according to the official method provided by regulation EEC No. 2568/1991 (European Union Commission, 2011), to detect possible fraudulent and mixtures with other vegetable oils (Monfreda et al., 2012).

Moreover, sterol esters evaluation has been proposed as useful parameter in studies related to varietal and geographical discrimination (Giacalone et al., 2015). Furthermore, alcohols are identified as highly applicable compounds for chemical authentication (Rivera del Álamo et al., 2004). It is well documented in the literature that the variation in quantitative sterolic profiles in olive oil is related to different factors like geographical origin (Manai-Djebali et al., 2012) harvesting technique, oil extraction systems, storage conditions, refining procedures (Gutiérrez et al., 2000), agronomic and climatic conditions (El Antari et al., 2000). Cultivar and maturity stage are considered among the main factors affecting sterolic composition (Lukić et al., 2013; Lazzez et al., 2008).

In Algeria, olive growing represents an ancient activity, which is very important sector notably for the rural economy, it occupies about 350 000 ha (MADR, 2014) which are located mainly in the Kabilia region situated in the north of Algeria. Thirty-six varieties of olive oil had been identified by Mendil and Sebai (2006). Chemlal is considered as the most well-known variety in Algeria, covering approximately 40% of the total Algerian olive orchard. It is distributed mainly in North-Central Algeria, particularly in Kabylia. Recently, it has been pointed that this variety is the predominant cultivar with the highest olive oil production, and the industrial oil yield is about 18 L per 100 kg of olives (Haddadi and Yakoub-Bougdal, 2010). To our knowledge, and after a very advanced literature review, we are confident that the first researches that have been done on the olive varieties in Algeria have been focused much more on the identification and characterization of these varieties based on the characteristics of fruit and the quantity of oil produced by each variety. In fact, there are scarce informations on chemical composition of Algerian olive oils (Douzane et al., 2012), and no published information related to the effect of cultivar or harvesting period on the sterolic and alcoholic compounds of the olive oil. Therefore, the objective of the present work is the characterization of sterol and alcohol fractions of four local Kabylia olive oil varieties: Chemlal, Mekki, Aghenfás and Buichret. The determination of the influence of cultivar and harvesting period on the profiles trends of these fractions is also studied. A multivariate statistical analysis (principal component analysis [PCA]) as an unsupervised method was applied to study the structure of the data and to visualize possible groups. Afterwards, a linear discriminant analysis (LDA) as a supervised method was applied to explain and predict an individual s belonging to a predefined class based on its characteristics measured using predictive variables.

## 2 Material and methods

### 2.1 Plant material

The study was carried out during the harvest season 2013/2014 in olive orchards located in Djaafra, department of Bordj Bou Arreridj, North-Eastern part of Algeria, as shown in

Figure 1. The latitude and longitude of the area are 36°20'27"N and 4°46'03"E, respectively. Four representative autochthonous kabylia varieties were selected for this study: Aghenfás, Buichret, Chemlal and Mekki. Each variety was present in a mono-varietal orchard. The four orchards were situated approximately at an altitude of 400 m and characterized by the same pedo-climatic conditions, subjected to the same cultural practices and conducted without irrigation. Only healthy and fresh olive fruits were hand-picked all around the perimeter of trees. Olive samples were harvested approximately once every two weeks from the end of September until late of January. In each harvesting date, all samples varieties have nearly the same maturity index (MI) which were determined according to the Estación de Olivicultura de Jaén (Uceda and Hermoso, 2001). This method is based on the evaluation of the olive skin and pulp colors, and the values range from 0 to 7. For each cultivar, twenty eight olive samples have been extracted separately at sampling period between September and January. The samples were immediately brought to the laboratory for oil extraction.

### 2.2 Extraction of olive oils

The olive oils were extracted using an Abencor system (MC2 Ingeniería y Sistemas S.L. Sevilla, Spain). First, a representative 3 kg sample of olive fruits was used for olive oil extraction as follows: deleafing, washing, and then crushing in the hammer mill. The obtained paste was well mixed at 25 °C for 20 min, then subjected to centrifugation at 3000 rpm for 3 min without adding warm water. The collected oil was separated by decanting and kept in air-tight, sealed in a dark glass vials, and stored at 4 °C until analysis.

### 2.3 Physicochemical analysis is

#### 2.3.1 Determination of acidity, peroxide value, ultraviolet absorption indices

Free acidity (g oleic acid/100 g olive oil), peroxide value (PV) (meq O<sub>2</sub>/kg of olive oil) and the UV absorption for the determination of the extinction coefficients of K232 and K270 were measured following the analytical methods described in regulation EEC/2568/91. All parameters were determined in triplicate for each sample.

#### 2.3.2 Determination of sterols, triterpene dialcohols, and alcohols contents

The content of sterolic and alcoholic fraction extracted from different samples was determined according to the analytical methods described in European regulation EEC 2568/91 and subsequent amendments (European Union Commission, 2011).

##### 2.3.2.1 Sterols and triterpene dialcohols analysis

Five grams of olive oil were added to a -cholestanol used as internal standard and then saponified with 50 ml of potassium hydroxide in an ethanolic solution (2M). After one hour of boiling, the unsaponifiable fraction was extracted with 200 ml of diethyl ether, purified with water and then dried by sodium sulfate and finally the diethyl ether was evaporated. Twenty



Fig. 1. Map of the studied and sampled areas.

milligrams of the unsaponifiable were dissolved in 0.5 ml of chloroform and then deposited on a basic silica gel plate. The sterol fraction was separated by elution with a mixture of hexane and diethyl ether (65/35, v/v). The bands corresponding to the triterpenic dialcohols ( $R_f=0.21$ ), sterols ( $R_f=0.25$ ), and aliphatic alcohols ( $R_f=0.42$ ) were scraped and the sterols recovered from the plate were dissolved in chloroform and filtered through a paper filter. As a final step, the solvent was evaporated under nitrogen and the obtained sterols were transformed into trimethylsilyl ethers by 50 ml of a pyridine/hexamethyldisilazane/trimethylchlorosilane mixture (9/3/1, v/v/v).

Separation and quantification of the trimethylsilyl sterol fraction was carried out using capillary gas chromatography, on a Shimadzu set 17 A chromatograph using an HP-5 capillary column (30 m length x 0.32 mm i.d), coated with a stationary phase formed by 5% of biphenyl and 95% of dimethylpolysiloxane (0.25 mm thickness). The working conditions of the chromatograph were as follow: type of detector: flame ionisation detector (FID), injector temperature: 280 C, isothermal column: 260 C and detector temperature: 290 C. The injection volume was 5 ml at a flow rate of 1 ml/min using nitrogen as carrier gas.

#### 2.3.2.2 Alcohols analysis

Five grams of olive oil were added to 1-eicosanol used as internal standard and then saponified with 50 ml of potassium hydroxide in an ethanolic solution (2M). The unsaponifiable matter was extracted with ethyl ether. The alcoholic fraction was separated from the unsaponifiable by elution on thin layer

chromatography using a mixture of hexane and diethyl ether (65/35, v/v), then the bands were scraped off and the silica gel containing the alcohols was dissolved in chloroform and filtered through a paper filter. The solvent was evaporated under nitrogen and the alcohols were treated with trimethylsilyl ethers to obtain the trimethylsilyl derivatives by 50 ml of a pyridine/hexamethyldisilazane/trimethylchlorosilane mixture (9/3/1, v/v/v).

The separation and quantification of the trimethyl silyl alcohol fraction was carried out using gas chromatography, on a Shimadzu set 17 A chromatograph using an HP-5 capillary column (30 m length x 0.32 mm i.d), coated with a stationary phase formed by 5% of biphenyl and 95% of dimethylpolysiloxane (0.25 mm thickness). In the following conditions: the column was held at 180 C for 8 min then programmed to increase at 5 C/min until 260 C and stabilized at this temperature for 15 min. The type of detector is FID, injector temperature: 280 C, detector temperature: 290 C, gas vector: nitrogen, flow rate: 1 ml/min, volume injected: 5 ml.

The qualitative analysis of the sterolic and alcoholic fractions was performed after the determination of the retention time of their pure compounds, which had been analyzed in the same conditions.

#### 2.4 Statistical analysis

All assays were carried out in triplicates and results were expressed as mean  $\pm$  SD. Statistical analysis was carried out by using SPSS statistical package software (SPSS for windows,

version 20, SPSS INC, and Chicago, USA). The analysis of variance (ANOVA) was applied on variables studied to detect significant differences between varieties and maturity stages. Tukey's t-test was then carried out to detect significant differences between values ( $P < 0.05$ ).

Then a multivariate analysis was performed on the data set by applying PCA and LDA taking into consideration only the variables with  $P < 0.01$ .

PCA, a commonly used multivariate method, was applied to reduce or group the large number of variables to a smaller number of new, derived variables (called principal components [PCs]). PCs are the linear combinations of the primary variables that are more conducive to making the samples different from each other. They determine which variables contribute the most to such differences.

While LDA is a multivariate probabilistic classification method based on the use of multivariate probability distribution with the hypothesis of normal distribution with the same variance-covariance matrix in all the considered classes. This chemometric technique can be used only with well-defined data matrices, i.e. those having a high ratio between number of objects and number of variables inside each category (Field, 2009).

### 3 Results and discussion

#### 3.1 Chemical quality criteria: acidity, peroxide value, ultraviolet absorption indices

Table 1 shows the chemical quality criteria of olive oils from the four cultivars (Chemlal, Aghenfas, Mekki and Buichret). All the analyzed oils showed values falling within the ranges established for extra virgin olive oil category (acidity  $\leq 0.8\%$ ; PV  $\leq 20$  meq  $O_2$ /kg; K270  $\leq 0.22$ ; K232  $\leq 2.5$ ), as stated by International Olive Council (IOC) (2016).

At the first harvesting date (the end of September), olive oil ripening index (RI) of all studied varieties ranged between 1.16 and 1.31 in Buichret and Aghenfas varieties, respectively. On the seven subsequent dates, the ripening index markedly increased at 4.02 to 4.47 in Aghenfas and Chemlal varieties, respectively. These results indicate that the four varieties were characterized by the same trend of ripening process, while harvesting dates affect significantly ripening index ( $P < 0.0001$ ).

The percentage of free acids is an important used parameter used to measure the olive oil acidity. A significant increase in free acidity along the studied varieties as ripening progressed ( $P < 0.0001$ ) and stage of ripeness ( $P < 0.005$ ) (Tab. 1). During the different harvesting dates, the acidity of olive oils varied from 0.1% to 0.2% in Chemlal and Buichret olive oils, and from 0.1% to 0.3% in Aghenfas and Mekki olive oils. A similar slight increase in acidity during the maturation period was found by Bengana et al. (2013). In fact, during the olive ripening, there is an increase in lipolytic activity which hydrolyses some triacylglycerols and gives fatty acids, monoacylglycerols and diacylglycerols (Martinez Suarez, 1973).

Measurements of PV and absorbance at 232 nm in the UV region are used to provide information on the primary oxidation of the olive oils. As it is shown in Table 1, the oils obtained from olives at more advanced ripening stages

presented a decrease in the values of PV. This diminution is significant only in Buichret and Mekki olive oils in which the values varied from 9.24 and 10.07 to 5.34 and 6.50 at the first and last sampling, respectively. This behavior is most likely related to the increasing of enzymatic lipoygenase activity. Likewise, K232 values decreased as ripening progressed, this result disagrees the results found by Desouky et al. (2009).

K270 is considered as an indicator of secondary oxidation, as shown in Table 1 this parameter presents a slight tendency to decrease during maturity process but not significantly in all studied olive oils, which can be explained by the absence of secondary oxidation during olive maturation.

#### 3.2 Impact of variety and maturity stage on sterolic compound trends

The sterolic composition of olive oils of the studied varieties is given in Table 2. Figure 2 shows a chromatogram of the sterol components obtained for one of Chemlal olive oil samples. Ten sterolic compounds were identified, which are cholesterol, campesterol, campestanol, stigmasterol, cleros-terol, b-sitosterol,  $D^{5,24}$ -stigmastadienol,  $D^7$ -stigmastenol,  $D^7$ -avenasterol, and  $D^5$ -avenasterol. From Table 2, it can be seen that all studied olive oils varieties presented higher levels of sterol contents when comparing to the minimum limit (1000 mg/kg) established by the International Olive Oil Council for Virgin Olive Oil (IOC, 2016). In the present study, the mean of total sterol contents ranged between 1187 mg/kg to 2304 mg/kg among the four varieties. The obtained results were similar to other Mediterranean varieties, such as Chemlali and Chetoui olive oils from Tunisia, with an average contents of 2580 mg/kg and 1522 mg/kg, respectively (Lazzez et al., 2008; Ben Temime et al., 2008), and Italian oils with values ranging from 979 to 1830 mg/kg (Giacalone et al., 2015).

Moreover, the total sterol contents in the studied varieties showed significant variations among olive cultivars and maturity stages ( $P < 0.0001$ ). We noticed that the level of sterols decreased when the ripening stage increased and the contents drop between 9.59% for Mekki cultivar to 16.80% for Chemlal cultivar, when the first stage was compared with the last.

For Chemlal, the level of sterols decreased from 2170 mg/kg to 1744 mg/kg between September and December. Whereas, for Mekki, the levels decreased from 1933 to 1747 mg/kg between September and January. Aghenfas olive oil presented the highest quantity of total sterols in comparison to the other varieties, which exceeded 2000 mg/kg until the end of November. The highest value was registered in September (2304 mg/kg), whereas the lowest content was recorded in January (1972 mg/kg). The low levels of sterols were observed in Buichret olive oil by comparison to other varieties.

With respect to ripening stage, there was a tendency for the sterol levels to decline with increasing ripeness index. This has been noted by other workers (Gutiérrez et al., 1999; Mariani et al., 1991), and is understood as being due to the synthesis of the sterols occurring in the first stages of development of the fruit: with ripening, the sterols become diluted as more oils are produced.



Table 1. Ripening Index (RI) and means  $\pm$  SDs of chemical quality criteria of Aghenfás, Buichret, Chemlal and Mekki olive oils at different olives harvest dates.

	End Sep	Mid-Oct	End Oct	Mid-Nov	End Nov	Mid-Dec	End Dec	Mid-Jan
RI								
Chemlal	1.19 $\pm$ 0.06 <sup>a</sup>	1.85 $\pm$ 0.14 <sup>b</sup>	2.07 $\pm$ 0.09 <sup>b,c</sup>	2.49 $\pm$ 0.15 <sup>c</sup>	3.38 $\pm$ 0.20 <sup>d,e</sup>	3.30 $\pm$ 0.13 <sup>d</sup>	3.72 $\pm$ 0.18 <sup>e</sup>	4.47 $\pm$ 0.19 <sup>f</sup>
Aghenfás	1.31 $\pm$ 0.19 <sup>a</sup>	1.97 $\pm$ 0.18 <sup>b</sup>	2.30 $\pm$ 0.11 <sup>b,c</sup>	2.53 $\pm$ 0.15 <sup>c,d</sup>	3.07 $\pm$ 0.22 <sup>c</sup>	3.63 $\pm$ 0.19 <sup>c,f</sup>	3.44 $\pm$ 0.44 <sup>e,f</sup>	4.02 $\pm$ 0.27 <sup>f</sup>
Buichret	1.16 $\pm$ 0.13 <sup>a</sup>	1.70 $\pm$ 0.25 <sup>b</sup>	2.46 $\pm$ 0.09 <sup>c,d</sup>	2.39 $\pm$ 0.34 <sup>c</sup>	3.41 $\pm$ 0.40 <sup>d</sup>	3.67 $\pm$ 0.29 <sup>d,e</sup>	3.82 $\pm$ 0.19 <sup>d,e</sup>	4.35 $\pm$ 0.21 <sup>e</sup>
Mekki	1.26 $\pm$ 0.17 <sup>a</sup>	1.74 $\pm$ 0.14 <sup>b</sup>	2.17 $\pm$ 0.26 <sup>c,d</sup>	2.10 $\pm$ 0.23 <sup>c</sup>	3.20 $\pm$ 0.19 <sup>d</sup>	3.45 $\pm$ 0.22 <sup>d,e</sup>	3.76 $\pm$ 0.23 <sup>e,f</sup>	4.14 $\pm$ 0.08 <sup>g</sup>
Acidity (%)								
Chemlal	0.10 $\pm$ 0.02 <sup>a</sup>	0.11 $\pm$ 0.01 <sup>a</sup>	0.12 $\pm$ 0.03 <sup>a</sup>	0.11 $\pm$ 0.04 <sup>a</sup>	0.16 $\pm$ 0.02 <sup>a</sup>	0.19 $\pm$ 0.02 <sup>a,b</sup>	0.22 $\pm$ 0.05 <sup>a,b</sup>	0.29 $\pm$ 0.06 <sup>b</sup>
Aghenfás	0.19 $\pm$ 0.04 <sup>a</sup>	0.20 $\pm$ 0.03 <sup>a</sup>	0.22 $\pm$ 0.02 <sup>a</sup>	0.20 $\pm$ 0.03 <sup>a</sup>	0.21 $\pm$ 0.04 <sup>a</sup>	0.25 $\pm$ 0.02 <sup>a,b</sup>	0.30 $\pm$ 0.01 <sup>b,c</sup>	0.32 $\pm$ 0.01 <sup>c</sup>
Buichret	0.13 $\pm$ 0.02 <sup>a</sup>	0.11 $\pm$ 0.02 <sup>a</sup>	0.12 $\pm$ 0.01 <sup>a</sup>	0.22 $\pm$ 0.02 <sup>b</sup>	0.30 $\pm$ 0.06 <sup>c</sup>	0.24 $\pm$ 0.04 <sup>b</sup>	0.28 $\pm$ 0.03 <sup>b,c</sup>	0.20 $\pm$ 0.05 <sup>b</sup>
Mekki	0.18 $\pm$ 0.03 <sup>a</sup>	0.22 $\pm$ 0.02 <sup>a</sup>	0.21 $\pm$ 0.04 <sup>a</sup>	0.23 $\pm$ 0.05 <sup>a</sup>	0.23 $\pm$ 0.04 <sup>a</sup>	0.29 $\pm$ 0.06 <sup>a,b</sup>	0.32 $\pm$ 0.04 <sup>b,c</sup>	0.37 $\pm$ 0.06 <sup>c</sup>
PV (meq O <sub>2</sub> /kg)								
Chemlal	8.46 $\pm$ 1.21 <sup>a,b</sup>	9.17 $\pm$ 2.11 <sup>b</sup>	8.45 $\pm$ 2.11 <sup>a,b</sup>	8.17 $\pm$ 1.82 <sup>a,b</sup>	7.82 $\pm$ 1.84 <sup>a,b</sup>	6.18 $\pm$ 0.90 <sup>a</sup>	5.02 $\pm$ 0.80 <sup>a</sup>	5.51 $\pm$ 0.17 <sup>a</sup>
Aghenfás	10.06 $\pm$ 0.33 <sup>b</sup>	8.13 $\pm$ 2.32 <sup>a</sup>	9.82 $\pm$ 0.73 <sup>a,b</sup>	8.55 $\pm$ 2.26 <sup>a</sup>	8.17 $\pm$ 1.09 <sup>a</sup>	8.58 $\pm$ 3.03 <sup>a</sup>	6.89 $\pm$ 0.97 <sup>a</sup>	6.10 $\pm$ 0.60 <sup>a</sup>
Buichret	9.24 $\pm$ 0.43 <sup>c</sup>	8.39 $\pm$ 1.69 <sup>b,c</sup>	8.21 $\pm$ 0.93 <sup>a,b</sup>	6.92 $\pm$ 0.85 <sup>a,b</sup>	6.09 $\pm$ 0.28 <sup>a</sup>	5.33 $\pm$ 0.30 <sup>a</sup>	5.42 $\pm$ 0.53 <sup>a</sup>	5.34 $\pm$ 0.22 <sup>a</sup>
Mekki	10.07 $\pm$ 0.73 <sup>b</sup>	11.92 $\pm$ 0.72 <sup>b</sup>	10.12 $\pm$ 0.78 <sup>b</sup>	9.89 $\pm$ 0.59 <sup>b</sup>	10.47 $\pm$ 1.42 <sup>b</sup>	8.99 $\pm$ 1.78 <sup>b</sup>	6.70 $\pm$ 1.51 <sup>a</sup>	6.50 $\pm$ 1.58 <sup>a</sup>
K <sub>232</sub>								
Chemlal	1.83 $\pm$ 0.12 <sup>b</sup>	1.75 $\pm$ 0.30 <sup>a,b</sup>	1.55 $\pm$ 0.22 <sup>a,b</sup>	1.31 $\pm$ 0.15 <sup>a</sup>	1.22 $\pm$ 0.08 <sup>a</sup>	1.32 $\pm$ 0.14 <sup>a</sup>	1.12 $\pm$ 0.21 <sup>a</sup>	1.08 $\pm$ 0.12 <sup>a</sup>
Aghenfás	1.73 $\pm$ 0.18 <sup>b</sup>	1.82 $\pm$ 0.24 <sup>a,b</sup>	1.74 $\pm$ 0.25 <sup>a,b</sup>	1.57 $\pm$ 0.16 <sup>a,b</sup>	1.26 $\pm$ 0.31 <sup>a</sup>	1.13 $\pm$ 0.26 <sup>a</sup>	1.27 $\pm$ 0.11 <sup>a</sup>	1.14 $\pm$ 0.22 <sup>a</sup>
Buichret	2.22 $\pm$ 0.33 <sup>a,b</sup>	2.23 $\pm$ 0.11 <sup>b</sup>	2.14 $\pm$ 0.18 <sup>a,b</sup>	2.10 $\pm$ 0.28 <sup>a,b</sup>	1.99 $\pm$ 0.19 <sup>a</sup>	2.03 $\pm$ 0.21 <sup>a,b</sup>	1.72 $\pm$ 0.12 <sup>a</sup>	1.65 $\pm$ 0.09 <sup>a</sup>
Mekki	2.29 $\pm$ 0.11 <sup>b</sup>	2.22 $\pm$ 0.29 <sup>a,b</sup>	2.22 $\pm$ 0.32 <sup>a,b</sup>	2.10 $\pm$ 0.25 <sup>a</sup>	2.15 $\pm$ 0.15 <sup>a</sup>	2.03 $\pm$ 0.05 <sup>a</sup>	1.75 $\pm$ 0.12 <sup>a</sup>	1.82 $\pm$ 0.06 <sup>a</sup>
K <sub>270</sub>								
Chemlal	0.18 $\pm$ 0.04 <sup>b</sup>	0.16 $\pm$ 0.03 <sup>a,b</sup>	0.17 $\pm$ 0.04 <sup>a,b</sup>	0.15 $\pm$ 0.03 <sup>a</sup>	0.14 $\pm$ 0.01 <sup>a</sup>	0.15 $\pm$ 0.02 <sup>a</sup>	0.11 $\pm$ 0.02 <sup>a</sup>	0.12 $\pm$ 0.02 <sup>a</sup>
Aghenfás	0.16 $\pm$ 0.03 <sup>a</sup>	0.15 $\pm$ 0.03 <sup>a</sup>	0.15 $\pm$ 0.01 <sup>a</sup>	0.13 $\pm$ 0.02 <sup>a</sup>	0.11 $\pm$ 0.06 <sup>a</sup>	0.13 $\pm$ 0.01 <sup>a</sup>	0.12 $\pm$ 0.04 <sup>a</sup>	0.13 $\pm$ 0.04 <sup>a</sup>
Buichret	0.20 $\pm$ 0.02 <sup>b</sup>	0.19 $\pm$ 0.02 <sup>a,b</sup>	0.17 $\pm$ 0.04 <sup>a</sup>	0.18 $\pm$ 0.01 <sup>a,b</sup>	0.15 $\pm$ 0.03 <sup>a</sup>	0.13 $\pm$ 0.01 <sup>a</sup>	0.15 $\pm$ 0.02 <sup>a</sup>	0.14 $\pm$ 0.03 <sup>a</sup>
Mekki	0.14 $\pm$ 0.01 <sup>a</sup>	0.14 $\pm$ 0.03 <sup>a</sup>	0.15 $\pm$ 0.01 <sup>a</sup>	0.14 $\pm$ 0.03 <sup>a</sup>	0.15 $\pm$ 0.02 <sup>a</sup>	0.13 $\pm$ 0.05 <sup>a</sup>	0.15 $\pm$ 0.04 <sup>a</sup>	0.13 $\pm$ 0.03 <sup>a</sup>

<sup>a,b,c,d</sup> Values with the same letter in the same line are not significantly different at a 95% confidence level ( $P \leq 0.05$ ).

In all studied oils, b-sitosterol was the most abundant phytosterol being found and its level represents more than 75% of total sterols. These results are similar to those reported by Lukić et al. (2013). Nevertheless, it is worth noting that all samples contained b-sitosterol with considerable quantities. The values ranged from 966.7 mg/kg to 2123.6 mg/kg (Tab. 2). Statistical analysis showed that the variety and harvesting period had a significant effect on the trend of b-sitosterol amounts in the studied varieties ( $P = 0.0001$ ). The data reported in Table 2 showed a concomitant decrease of both components and total sterols during the process of maturity. In the case of Chemlal, b-sitosterol displayed a regular decrease from 1976.1 mg/kg in September to 1468.4 mg/kg at the end of December. As well, the same profile tendency is observed for the other varieties: Aghenfás (from 2123.6 mg/kg to 1556.2 mg/kg), Mekki (from 1738.0 mg/kg to 1362.1 mg/kg), and Buichret (from 1462.2 mg/kg to 996.7 mg/kg). This reduction of b-sitosterol level during ripening stage was also observed by Vekiari et al. (2010).

The D<sup>5</sup>-avenasterol is the second major sterol found in the sterolic fraction. The D<sup>5</sup>-avenasterol and b-sitosterol are the typical components of the pulp of the olive (Christopoulou et al., 1996). The concentration of D<sup>5</sup>-avenasterol is important for olive oil quality, as it confers important antioxidant properties at high temperatures (Rossell, 2001).

The obtained results showed a significant differences related to the maturity stage in all evaluated samples ( $P = 0.0001$ ). A significant increase of D<sup>5</sup>-avenasterol was recorded during the maturity process with a maximum level in January for Buichret (174 mg/kg), in the late of November for Chemlal and Aghenfás (246 mg/kg and 315 mg/kg, respectively), and at the beginning of December for Mekki (344 mg/kg) (Tab. 2).

This increase in D<sup>5</sup>-avenasterol is followed by a regular decrease until the end of maturity, except for Buichret. The increase of D<sup>5</sup>-avenasterol contents observed in the present study is in agreement with the results reported in other previous study (Lazzez et al., 2008).

A negative correlation was noted between b-sitosterol and D<sup>5</sup>-avenasterol in all studied oils:  $r = -0.78$  for Chemlal,  $r = -0.87$ , for Aghenfás and Buichret,  $r = -0.84$  for Mekki. This inverse relationship was previously reported for spanish varieties (Gutiérrez et al., 1999). Fernández-Cuesta et al. (2013) have explained this phenomenon to the fact that D<sup>5</sup>-avenasterol is the precursor of b-sitosterol.

Aghenfás showed the highest value of b-sitosterol (92.15%) and low level of D<sup>5</sup>-avenasterol (2.06%), whereas Mekki presented the lowest percentage of b-sitosterol (76.46%) and important level of D<sup>5</sup>-avenasterol (18.49%). Buichret and Chemlal presented high levels of b-sitosterol

**Table 2.** Sterolic composition (mg cholesterol/kg oil) of *Aghenfas*, *Buichret*, *Chemlal* and *Mekki* virgin olive oils during the maturity stage.

	End Sep	Mid-Oct	End Oct	Mid-Nov	End Nov	Mid-Dec	End Dec	Mid-Jan
<b>Cholesterol</b>								
<i>Chemlal</i>	4.8 ± 0.3 <sup>b</sup>	3.9 ± 0.2 <sup>a</sup>	5.3 ± 0.2 <sup>b</sup>	3.5 ± 0.5 <sup>a</sup>	4.9 ± 0.4 <sup>b</sup>	3.8 ± 0.2 <sup>a</sup>	3.8 ± 0.3 <sup>a</sup>	3.4 ± 0.2 <sup>a</sup>
<i>Aghenfas</i>	1.1 ± 0.3 <sup>a</sup>	1.2 ± 0.3 <sup>a</sup>	1.1 ± 0.1 <sup>a</sup>	1.8 ± 0.6 <sup>ab</sup>	1.3 ± 0.3 <sup>a</sup>	2.1 ± 0.4 <sup>ab</sup>	2.2 ± 0.2 <sup>ab</sup>	2.5 ± 0.0 <sup>b</sup>
<i>Buichret</i>	1.2 ± 0.4 <sup>a</sup>	2.0 ± 0.3 <sup>ab</sup>	1.8 ± 0.1 <sup>ab</sup>	2.6 ± 0.3 <sup>b</sup>	3.0 ± 0.3 <sup>b</sup>	3.4 ± 0.2 <sup>b</sup>	3.1 ± 0.2 <sup>b</sup>	1.3 ± 0.4 <sup>a</sup>
<i>Mekki</i>	3.9 ± 0.5 <sup>c</sup>	5.0 ± 0.1 <sup>c,d</sup>	5.7 ± 0.1 <sup>d</sup>	4.5 ± 0.3 <sup>c</sup>	4.3 ± 0.0 <sup>c</sup>	2.6 ± 0.1 <sup>b</sup>	2.0 ± 0.3 <sup>a</sup>	3.2 ± 0.5 <sup>b</sup>
<b>Campesterol</b>								
<i>Chemlal</i>	61.7 ± 5.2 <sup>c</sup>	65.8 ± 4.1 <sup>c</sup>	51.9 ± 3.4 <sup>b</sup>	48.2 ± 2.3 <sup>b</sup>	54.8 ± 2.6 <sup>c</sup>	47.6 ± 3.3 <sup>b</sup>	45.8 ± 3.8 <sup>b</sup>	39.2 ± 4.0 <sup>a</sup>
<i>Aghenfas</i>	80.8 ± 6.6 <sup>e</sup>	72.7 ± 2.9 <sup>d</sup>	55.2 ± 2.1 <sup>b</sup>	65.1 ± 3.2 <sup>c</sup>	51.5 ± 3.7 <sup>b</sup>	43.4 ± 2.5 <sup>a</sup>	51.8 ± 3.5 <sup>b</sup>	41.3 ± 2.4 <sup>a</sup>
<i>Buichret</i>	32.8 ± 2.4 <sup>a</sup>	46.8 ± 2.4 <sup>b</sup>	34.7 ± 3.7 <sup>a</sup>	36.0 ± 3.7 <sup>ab</sup>	29.0 ± 2.3 <sup>a</sup>	33.2 ± 2.2 <sup>a</sup>	37.9 ± 2.7 <sup>ab</sup>	41.8 ± 3.1 <sup>ab</sup>
<i>Mekki</i>	56.2 ± 4.1 <sup>b</sup>	45.2 ± 4.3 <sup>ab</sup>	52.2 ± 2.0 <sup>b</sup>	35.1 ± 4.6 <sup>a</sup>	34.54 ± 5.31 <sup>a</sup>	43.13 ± 3.09 <sup>ab</sup>	37.80 ± 1.49 <sup>a</sup>	34.86 ± 2.71 <sup>a</sup>
<b>Campestanol</b>								
<i>Chemlal</i>	0.6 ± 0.2 <sup>a</sup>	0.7 ± 0.1 <sup>a</sup>	1.4 ± 0.3 <sup>b</sup>	2.9 ± 0.3 <sup>c</sup>	3.7 ± 0.3 <sup>d</sup>	2.9 ± 0.2 <sup>c</sup>	3.5 ± 0.2 <sup>d</sup>	3.4 ± 0.5 <sup>d</sup>
<i>Aghenfas</i>	1.8 ± 0.3 <sup>a</sup>	1.6 ± 0.1 <sup>a</sup>	1.5 ± 0.2 <sup>a</sup>	2.1 ± 0.2 <sup>ab</sup>	1.5 ± 0.3 <sup>a</sup>	1.9 ± 0.3 <sup>a</sup>	2.8 ± 0.1 <sup>b</sup>	3.4 ± 0.4 <sup>c</sup>
<i>Buichret</i>	0.5 ± 0.2 <sup>a</sup>	0.7 ± 0.3 <sup>a</sup>	0.7 ± 0.2 <sup>a</sup>	0.5 ± 0.1 <sup>a</sup>	1.5 ± 0.3 <sup>b</sup>	2.5 ± 0.3 <sup>c</sup>	2.5 ± 0.1 <sup>c</sup>	2.7 ± 0.4 <sup>c</sup>
<i>Mekki</i>	0.8 ± 0.4	0.7 ± 0.2 <sup>a</sup>	0.8 ± 0.1 <sup>a</sup>	1.8 ± 0.1 <sup>b</sup>	1.3 ± 0.0 <sup>ab</sup>	2.6 ± 0.4 <sup>b,c</sup>	2.2 ± 0.2 <sup>b</sup>	3.0 ± 0.4 <sup>c</sup>
<b>Stigmasterol</b>								
<i>Chemlal</i>	18.1 ± 1.3 <sup>ab</sup>	17.8 ± 2.3 <sup>ab</sup>	14.6 ± 1.4 <sup>a</sup>	16.5 ± 1.1 <sup>ab</sup>	17.4 ± 2.2 <sup>ab</sup>	11.6 ± 2.1	12.9 ± 1.3 <sup>a</sup>	21.2 ± 2.7 <sup>b</sup>
<i>Aghenfas</i>	9.2 ± 1.6 <sup>a</sup>	10.9 ± 0.9 <sup>a</sup>	12.1 ± 1.4 <sup>ab</sup>	9.7 ± 1.0 <sup>a</sup>	13.2 ± 1.2 <sup>ab</sup>	16.1 ± 0.9 <sup>b</sup>	13.8 ± 1.5 <sup>ab</sup>	10.5 ± 2.0 <sup>a</sup>
<i>Buichret</i>	14.3 ± 1.6 <sup>b</sup>	14.0 ± 2.5 <sup>b</sup>	12.8 ± 3.4 <sup>b</sup>	9.1 ± 1.2 <sup>ab</sup>	8.3 ± 1.8 <sup>a</sup>	5.5 ± 0.9 <sup>a</sup>	7.0 ± 1.3 <sup>a</sup>	8.0 ± 1.6 <sup>a</sup>
<i>Mekki</i>	7.7 ± 1.2 <sup>a</sup>	7.2 ± 2.2 <sup>a</sup>	12.9 ± 1.7 <sup>b</sup>	6.9 ± 1.1 <sup>a</sup>	12.6 ± 3.1 <sup>b</sup>	12.5 ± 1.4 <sup>b</sup>	17.2 ± 1.7 <sup>c</sup>	18.1 ± 3.0 <sup>c</sup>
<b>Clerosterol</b>								
<i>Chemlal</i>	16.6 ± 0.8 <sup>ab</sup>	15.7 ± 0.5 <sup>ab</sup>	16.1 ± 0.6 <sup>ab</sup>	17.2 ± 0.6 <sup>ab</sup>	20.0 ± 2.2 <sup>c</sup>	18.7 ± 1.2 <sup>b,c</sup>	12.7 ± 1.4 <sup>a</sup>	14.1 ± 0.1 <sup>a</sup>
<i>Aghenfas</i>	16.2 ± 0.9 <sup>b</sup>	19.9 ± 0.6 <sup>b,c</sup>	18.2 ± 0.5 <sup>b</sup>	19.4 ± 1.2 <sup>b,c</sup>	20.0 ± 2.7 <sup>c</sup>	13.2 ± 1.6 <sup>a</sup>	17.2 ± 0.2 <sup>b</sup>	16.5 ± 1.4 <sup>b</sup>
<i>Buichret</i>	17.9 ± 1.6 <sup>b</sup>	18.6 ± 2.2 <sup>b</sup>	16.1 ± 1.9 <sup>b</sup>	17.8 ± 1.3 <sup>b</sup>	11.8 ± 0.8 <sup>ab</sup>	10.5 ± 0.6 <sup>ab</sup>	7.3 ± 1.9 <sup>a</sup>	9.2 ± 1.2 <sup>a</sup>
<i>Mekki</i>	15.7 ± 0.6 <sup>ab</sup>	18.1 ± 2.1 <sup>ab</sup>	18.5 ± 1.2 <sup>ab</sup>	11.9 ± 1.7 <sup>a</sup>	18.7 ± 2.1 <sup>b</sup>	12.2 ± 1.0 <sup>a</sup>	14.2 ± 2.0 <sup>a</sup>	13.1 ± 1.3 <sup>a</sup>
<b>β-sitosterol</b>								
<i>Chemlal</i>	1976.1 ± 21.7 <sup>d</sup>	1849.8 ± 49.1 <sup>c</sup>	1722.7 ± 35.3 <sup>b,c</sup>	1667.0 ± 52.6 <sup>ab</sup>	1584.7 ± 40.0 <sup>ab</sup>	1558.4 ± 80.8 <sup>a</sup>	1468.4 ± 45.8 <sup>a</sup>	1558.0 ± 59.7 <sup>a</sup>
<i>Aghenfas</i>	2123.6 ± 10.9 <sup>d</sup>	1951.4 ± 50.5 <sup>c</sup>	1812.0 ± 42.6 <sup>b</sup>	1758.4 ± 38.1 <sup>b</sup>	1631.8 ± 55.7 <sup>a</sup>	1556.2 ± 56.0 <sup>a</sup>	1631.0 ± 26.3 <sup>a</sup>	1608.0 ± 44.3 <sup>a</sup>
<i>Buichret</i>	1398.9 ± 23.7 <sup>e</sup>	1462.6 ± 17.3 <sup>f</sup>	1265.4 ± 12.7 <sup>d</sup>	1128.2 ± 27.2 <sup>c</sup>	1033.2 ± 24.7 <sup>b</sup>	1004.8 ± 8.4 <sup>b</sup>	966.7 ± 14.1 <sup>a</sup>	1051.4 ± 15.1 <sup>b,c</sup>
<i>Mekki</i>	1738.0 ± 15.6 <sup>d</sup>	1650.6 ± 30.1 <sup>c</sup>	1612.2 ± 12.3 <sup>c</sup>	1544.0 ± 44.5 <sup>b</sup>	1411.9 ± 41.7 <sup>a</sup>	1420.9 ± 18.6 <sup>a</sup>	1425.5 ± 35.1 <sup>a</sup>	1362.1 ± 45.4 <sup>a</sup>
<b>Δ<sup>5</sup>-avenasterol</b>								
<i>Chemlal</i>	73.0 ± 4.6 <sup>b</sup>	56.1 ± 5.4 <sup>a</sup>	109.2 ± 8.8 <sup>c</sup>	184.3 ± 12.1 <sup>e</sup>	246.0 ± 14.0 <sup>e</sup>	221.5 ± 2.8 <sup>f</sup>	178.0 ± 8.9 <sup>c</sup>	139.2 ± 10.8 <sup>d</sup>
<i>Aghenfas</i>	47.5 ± 6.7 <sup>a</sup>	101.5 ± 11.2 <sup>b</sup>	189.2 ± 3.5 <sup>c</sup>	268.5 ± 7.2 <sup>c</sup>	315.0 ± 13.9 <sup>f</sup>	226.6 ± 11.0 <sup>d</sup>	223.5 ± 3.2 <sup>d</sup>	258.6 ± 7.9 <sup>c</sup>
<i>Buichret</i>	52.7 ± 2.7 <sup>a</sup>	96.8 ± 4.1 <sup>b</sup>	113.2 ± 9.8 <sup>c</sup>	161.0 ± 3.2 <sup>c</sup>	162.8 ± 7.4 <sup>e,f</sup>	169.0 ± 8.6 <sup>e,f</sup>	146.8 ± 2.7 <sup>d</sup>	174.0 ± 9.5 <sup>f</sup>
<i>Mekki</i>	88.0 ± 3.4 <sup>a</sup>	133.9 ± 4.4 <sup>b</sup>	251.17 ± 8.70 <sup>c</sup>	318.0 ± 4.4 <sup>f</sup>	321.2 ± 12.08 <sup>f</sup>	343.6 ± 6.8 <sup>e</sup>	297.7 ± 5.3 <sup>c</sup>	281.3 ± 9.8 <sup>d</sup>

Table 2. (continued).

	End Sep	Mid-Oct	End Oct	Mid-Nov	End Nov	Mid-Dec	End Dec	Mid-Jan
$\Delta^{5,24}$ -stigmastadienol								
<i>Chemlal</i>	10.3 ± 1.1 <sup>a</sup>	17.8 ± 0.5 <sup>c</sup>	15.6 ± 2.2 <sup>b,c</sup>	9.6 ± 0.8 <sup>a</sup>	13.4 ± 0.6 <sup>b</sup>	15.6 ± 1.5 <sup>b,c</sup>	9.1 ± 0.9 <sup>a</sup>	13.5 ± 1.3 <sup>b</sup>
<i>Aghenfas</i>	4.5 ± 0.7 <sup>a</sup>	13.2 ± 1.4 <sup>c</sup>	16.5 ± 1.1 <sup>d</sup>	16.8 ± 1.6 <sup>d</sup>	12.0 ± 1.5 <sup>c</sup>	9.4 ± 1.5 <sup>b</sup>	19.4 ± 0.8 <sup>c</sup>	16.8 ± 0.3 <sup>d</sup>
<i>Buichret</i>	13.6 ± 1.8 <sup>c</sup>	11.3 ± 1.1 <sup>a,b</sup>	8.0 ± 0.6 <sup>a</sup>	12.8 ± 0.1 <sup>b,c</sup>	9.4 ± 0.6 <sup>a,b</sup>	8.7 ± 1.0 <sup>a</sup>	6.8 ± 1.0 <sup>a</sup>	10.0 ± 1.4 <sup>a,b</sup>
<i>Mekki</i>	9.7 ± 0.8 <sup>a</sup>	16.7 ± 0.9 <sup>b</sup>	14.7 ± 1.2 <sup>b</sup>	15.1 ± 0.2 <sup>b</sup>	11.3 ± 1.6 <sup>a,b</sup>	8.5 ± 1.2 <sup>a</sup>	18.0 ± 2.5 <sup>c</sup>	17.0 ± 1.1 <sup>b</sup>
$\Delta^7$ -stigmastenol								
<i>Chemlal</i>	2.7 ± 0.3 <sup>a</sup>	3.1 ± 0.5 <sup>a,b</sup>	2.2 ± 0.4 <sup>a</sup>	4.1 ± 0.2 <sup>b</sup>	3.1 ± 0.1 <sup>a,b</sup>	4.6 ± 0.4 <sup>b</sup>	4.1 ± 0.2 <sup>b</sup>	5.0 ± 0.2 <sup>b</sup>
<i>Aghenfas</i>	4.7 ± 0.8 <sup>b,c</sup>	4.4 ± 0.7 <sup>b</sup>	4.44 ± 0.34 <sup>b</sup>	2.1 ± 0.4 <sup>a</sup>	6.0 ± 0.1 <sup>c</sup>	3.8 ± 0.3 <sup>b</sup>	4.7 ± 0.8 <sup>b,c</sup>	2.2 ± 0.3 <sup>a</sup>
<i>Buichret</i>	5.9 ± 0.4 <sup>c</sup>	3.7 ± 0.3 <sup>a</sup>	4.3 ± 0.3 <sup>a</sup>	4.0 ± 0.2 <sup>a</sup>	4.8 ± 0.3 <sup>a,b</sup>	5.5 ± 0.3 <sup>b,c</sup>	4.5 ± 0.5 <sup>a,b</sup>	3.8 ± 0.8 <sup>a</sup>
<i>Mekki</i>	5.1 ± 0.9 <sup>a</sup>	7.1 ± 0.2 <sup>b</sup>	7.0 ± 0.3 <sup>a,b</sup>	6.8 ± 0.5 <sup>a,b</sup>	5.0 ± 0.4 <sup>a</sup>	7.0 ± 1.0 <sup>a,b</sup>	6.1 ± 0.7 <sup>a,b</sup>	4.2 ± 0.3 <sup>a</sup>
$\Delta^7$ -avenasterol								
<i>Chemlal</i>	6.2 ± 0.4 <sup>a</sup>	8.6 ± 0.8 <sup>b</sup>	5.0 ± 0.7 <sup>a</sup>	7.0 ± 0.3 <sup>a,b</sup>	6.7 ± 1.3 <sup>a,b</sup>	5.7 ± 0.5 <sup>a</sup>	6.43 ± 0.5 <sup>a,b</sup>	8.50 ± 1.2 <sup>b</sup>
<i>Aghenfas</i>	15.2 ± 2.9 <sup>b</sup>	11.4 ± 0.7 <sup>a,b</sup>	7.2 ± 1.0 <sup>a</sup>	8.8 ± 0.3 <sup>a</sup>	11.6 ± 0.5 <sup>a,b</sup>	9.6 ± 0.8 <sup>a</sup>	8.5 ± 1.5 <sup>a</sup>	12.3 ± 1.4 <sup>a,b</sup>
<i>Buichret</i>	7.5 ± 0.1 <sup>b</sup>	7.0 ± 0.9 <sup>a,b</sup>	5.4 ± 1.3 <sup>a</sup>	4.9 ± 0.1 <sup>a</sup>	5.87 ± 0.4 <sup>a,b</sup>	4.5 ± 0.3 <sup>a</sup>	4.5 ± 0.8 <sup>a</sup>	5.0 ± 0.5 <sup>a</sup>
<i>Mekki</i>	7.9 ± 1.3 <sup>b</sup>	11.9 ± 0.4 <sup>b,c</sup>	9.4 ± 0.6 <sup>b</sup>	8.4 ± 1.0 <sup>b</sup>	14.2 ± 2.0 <sup>c</sup>	5.1 ± 0.5 <sup>a</sup>	7.6 ± 1.4 <sup>b</sup>	10.92 ± 1.0 <sup>b,c</sup>
Total Sterol								
<i>Chemlal</i>	2170.2 ± 34.6 <sup>c</sup>	2039.4 ± 47.0 <sup>b,c</sup>	1944.3 ± 25.8 <sup>a,b</sup>	1960.6 ± 37.8 <sup>a,b</sup>	1954.85 ± 32.03 <sup>a,b</sup>	1890.40 ± 75.60 <sup>a,b</sup>	1744.86 ± 61.9 <sup>a</sup>	1805.8 ± 69.9 <sup>a</sup>
<i>Aghenfas</i>	2304.6 ± 13.2 <sup>d</sup>	2188.2 ± 35.0 <sup>c,d</sup>	2117.8 ± 38.7 <sup>c</sup>	2152.9 ± 38.0 <sup>c,d</sup>	2064.0 ± 35.3 <sup>c</sup>	1882.3 ± 71.7 <sup>a</sup>	1974.9 ± 20.2 <sup>b</sup>	1972.1 ± 46.7 <sup>b</sup>
<i>Buichret</i>	1545.3 ± 29.3 <sup>f</sup>	1663.9 ± 14.0 <sup>g</sup>	1462.7 ± 29.75 <sup>e</sup>	1377.1 ± 31.4 <sup>d</sup>	1269.9 ± 29.9 <sup>b</sup>	1247.7 ± 17.2 <sup>b</sup>	1187.4 ± 15.6 <sup>a</sup>	1307.3 ± 27.7 <sup>b,c</sup>
<i>Mekki</i>	1933.2 ± 18.5 <sup>b,c</sup>	1896.7 ± 30.3 <sup>b,c</sup>	1984.7 ± 24.1 <sup>c</sup>	1952.6 ± 41.6 <sup>b,c</sup>	1835.1 ± 29.0 <sup>b</sup>	1858.3 ± 29.7 <sup>b</sup>	1828.4 ± 43.0 <sup>a</sup>	1747.8 ± 74.7 <sup>b</sup>
Erythrodiol + Uvaol								
<i>Chemlal</i>	31.0 ± 2.6 <sup>b</sup>	20.7 ± 1.2 <sup>a</sup>	21.0 ± 2.3 <sup>a</sup>	19.8 ± 1.2 <sup>a</sup>	18.2 ± 2.0 <sup>a</sup>	20.7 ± 1.7 <sup>a</sup>	18.8 ± 0.9 <sup>a</sup>	18.4 ± 1.1 <sup>a</sup>
<i>Aghenfas</i>	57.9 ± 1.1 <sup>d</sup>	53.6 ± 3.2 <sup>c</sup>	52.2 ± 4.2 <sup>c</sup>	31.9 ± 2.5 <sup>b</sup>	34.4 ± 1.5 <sup>b,c</sup>	29.4 ± 2.5 <sup>b</sup>	30.1 ± 1.4 <sup>b</sup>	18.3 ± 0.7 <sup>a</sup>
<i>Buichret</i>	29.1 ± 1.8 <sup>d</sup>	30.9 ± 1.9 <sup>c</sup>	33.2 ± 2.3 <sup>c</sup>	32.2 ± 1.7 <sup>b</sup>	38.5 ± 2.6 <sup>b,c</sup>	31.1 ± 1.4 <sup>b</sup>	24.7 ± 2.1 <sup>b</sup>	22.1 ± 1.2 <sup>a</sup>
<i>Mekki</i>	32.3 ± 2.5 <sup>b</sup>	32.7 ± 1.5 <sup>b</sup>	45.9 ± 3.4 <sup>d</sup>	42.7 ± 2.5 <sup>c,d</sup>	41.5 ± 2.5 <sup>c</sup>	37.9 ± 1.9 <sup>c</sup>	33.8 ± 1.8 <sup>b</sup>	23.0 ± 2.8 <sup>a</sup>

a,b,c,d Values with the same letter in the same line are not significantly different at a 95% confidence level ( $P \leq 0.05$ ).

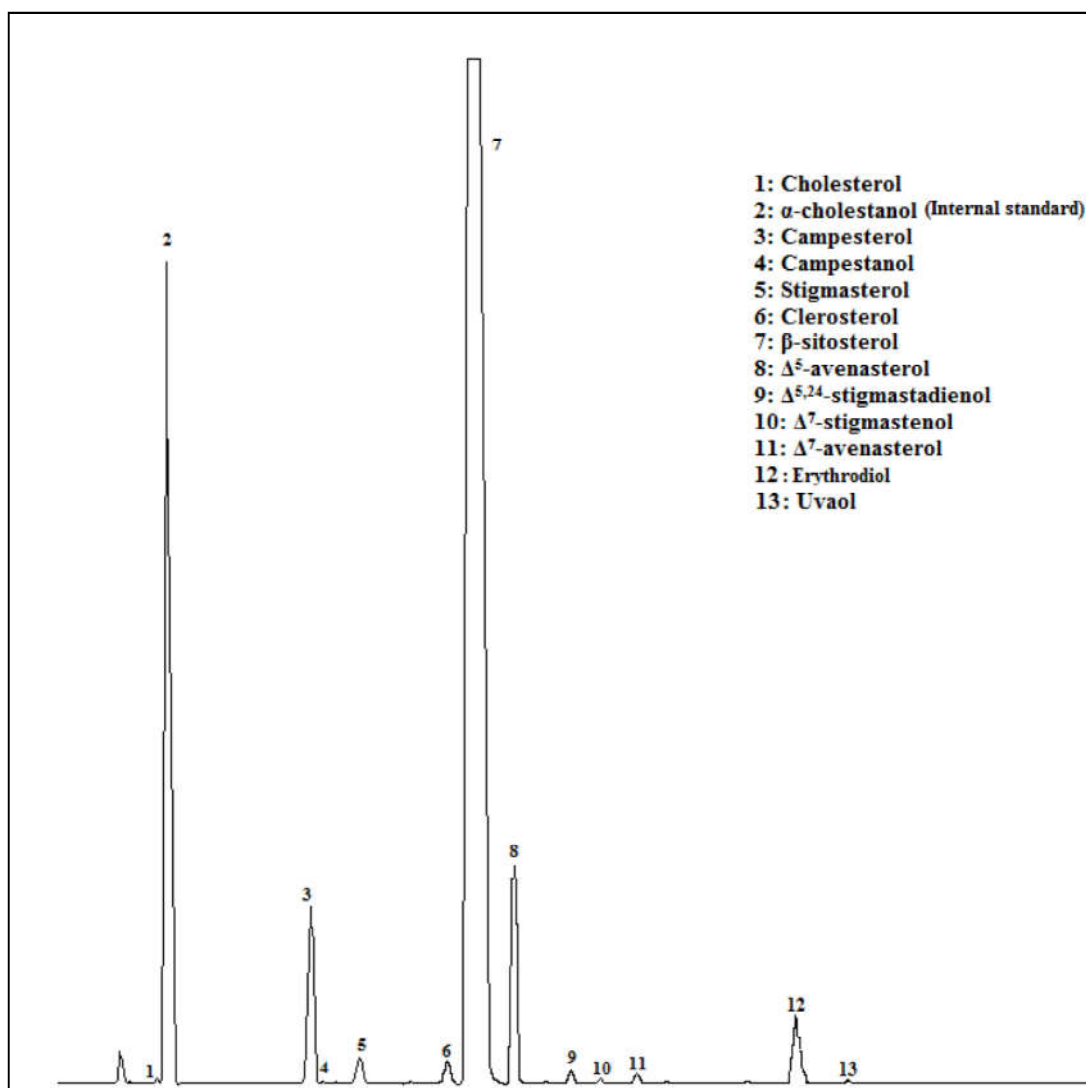


Fig. 2. Chromatogram of the sterol and triterpenic dialcohol components of one of the Chemlal analyzed samples.

(90.53–91.06%) and low levels of  $D^5$ -avenasterol (3.41–3.36%) (data in percentage not shown in tables).

Among identified sterols, campesterol showed a low content compared to the threshold established by the IOC regulations (4%) in all samples (IOC, 2016). As shown in Table 2, the amounts of campesterol varied significantly according to the cultivar. Furthermore, it can be observed that campesterol is significantly influenced by the maturity stage and ranged from 29 to 81 mg/kg.

As well, campesterol showed a clear downward trend during the maturity process except for Buichret oil. The amounts of campesterol decreased from 80.8 to 41.3 mg/kg, from 65.8 to 39.2 mg/kg, and from 56.2 to 34.5 mg/kg for Aghenfás, Chemlal and Mekki olive oils, respectively. Lukić et al. (2013) have also noted a diminution in campesterol during maturation in Croatian autochthonous olive varieties.

Regarding stigmasterol amounts, all cultivars presented very low contents of stigmasterol, and the values were less than campesterol percentages, as specified by IOC regulations (2016). It is well-known that stigmasterol content evolved unlike the quality of oil. In fact, high level is associated with

high acidity and low organoleptic quality of oil (Gutiérrez et al., 2000). A statistically significant difference between the studied varieties was observed ( $P = 0.0001$ ), Chemlal variety, presented the highest value (21.2 mg/kg), whereas, Buichret presented the lowest concentration (5.5 mg/kg) of stigmasterol. During the maturity stages, the levels of stigmasterol seem to be relatively stable, excepted for the last and sixth samples respectively in Chemlal and Aghenfás oils, which represents high contents. As well, stigmasterol was constant in Buichret but decreased from the beginning of November.

Similarly, a significant difference was observed for the contents of clerosterol, which is related to the variety and the maturity ( $P = 0.001$ ). Moderate amounts of this compounds were found, the values ranged from 7.3 to 20.0 mg/kg. The contents of clerosterol found in Algerian olive oil were higher than those found by Lazzez et al. (2008), for Chemlali olive oil.

Furthermore, small amounts of cholesterol, campestanol,  $D^{5,24}$ -stigmastadienol,  $D^7$ -stigmastenol and  $D^7$ -avenasterol were also identified in all analyzed olive oils. Cholesterol and  $D^7$ -stigmastenol were under the limits established by the IOC regulations (0.5%) (IOC, 2016).

### 3.3 Impact of variety and olive maturity stage on Triterpene dialcohols compounds trends

The triterpenic dialcohols, which are the erythrodiol and uvaol are concomitantly analysed and evaluated with the sterol fraction because they are also a part of the unsaponifiable fraction. Results of the quantitative analysis of triterpenic dialcohols (erythrodiol and uvaol) of the different olive oil samples are given in [Table 2](#). All values of triterpenic diols were in conformity with the limit established by the International Olive Oil Council's regulation for edible virgin olive oil, which must not exceed 4.5% of the total sterols (IOC, 2016).

We noted a significant difference among the studied varieties ( $P = 0.0001$ ) which is in quite agreement with the findings of other studies ([Sánchez-Casas et al., 2004](#); [Manai-Djebali et al., 2012](#)). The Aghenfas variety presented the highest levels that can reach 58 mg/kg especially in early maturity stage, while the lowest levels were observed in Chemlal variety, the other two varieties, namely Buichret and Mekki showed similar levels in most of maturity stages.

With respect to the levels of erythrodiol and uvaol during maturity process, we generally noted a downward trend when ripeness index increase. Understandably, it can be concluded that the maturity process has a significant influence on the level of the triterpenic dialcohols. These findings agree the results of [Yorulmaz et al. \(2013\)](#) and disagree with the outcomes found by [Sánchez-Casas et al. \(2004\)](#) in their study on Spanish olive oils.

### 3.4 Impact of variety and olive maturity stage on alcoholic compounds trends

The aliphatic alcohols compositions of the four varieties, Chemlal, Aghenfas, Buichret and Mekki are reported in [Table 3](#). [Figure 3](#) shows a chromatogram of the aliphatic alcohol components obtained for one of Chemlal olive oil samples. Seven aliphatic alcohols were identified, which are, the docosanol (C22), tricosanol (C23), tetracosanol (C24), pentacosanol (C25), hexacosanol (C26), heptacosanol (C27) and octacosanol (C28). C22, C24, C26 and C28 are the main aliphatic alcohols found in all olive oils, however, C23, C25 and C27 are detected in little quantities. Indeed, these compounds are located inside the olive stone, as consequence their extraction is very practical by solvent extraction methods than mechanical processes ([Aparicio et al., 2013](#)). Furthermore, the determination of these minor aliphatic alcohols is very important for the accurate knowledge of alcoholic profiles with other parameters (erythrodiol, uvaol and wax content) during the detection of possible fraudulent addition of olive pomace oil to VOO.

In the present work, the total aliphatic alcohols content varied significantly according to the variety ( $P = 0.05$ ). The mean values of the total aliphatic alcohols ranged from 81.4 mg/kg to 315.1 mg/kg. The maximum and the minimum average values were observed for Mekki olive oil ([Tab. 3](#)). Our results are similar to those found by [Lazzez et al. \(2008\)](#) in Chemlali olive oils, who reported values ranging between 70 mg/kg and 317 mg/kg, but very higher than those observed by [Rivera del Álamo et al. \(2004\)](#) in Spanish olive oils, in fact the levels observed, ranged from 35.0 mg/kg to 52.6 mg/kg and

from 44.2 mg/kg to 291 mg/kg, respectively. [Mariani et al. \(1991\)](#) outlined that high content of total aliphatic alcohols in some olive oils is mainly due to the presence of aliphatic alcohols in the free (non-esterified) form rather than as waxes. This phenomenon is attributed to adverse climatic conditions (prolonged drought).

According to the obtained results, it should be noted that the total aliphatic alcohols contents were significantly affected by the ripening process ( $P = 0.0001$ ). Aliphatic alcohols decreased significantly from early harvest period (September and beginning of October) to advanced stage of maturity (December and January). The highest values were 238.1 mg/kg, 302.6 mg/kg, 315.1 mg/kg and 283.6 mg/kg for Chemlal, Aghenfas, Mekki and Buichret, respectively. During the maturation of olives, these values decreased progressively to reach 82.3 mg/kg, 86.0 mg/kg, 81.4 mg/kg and 115.7 mg/kg in the same order.

Hexacosanol (C26) is the most important compounds found in the alcoholic fraction in all analyzed samples. The evolution of C26 during maturity stages follow practically the evolution of total alcohols which decreased significantly during maturity. The concentrations of C26 decreased progressively, from 122.4 to 23.7 mg/kg and from 138.0 to 20.2 mg/kg for Chemlal and Mekki, respectively. Is it the same for the other two varieties, in fact, a downward trend was also recorded, as shown in [Table 3](#). In advanced stages of maturity, the content of C26 seems to be stable especially for the varieties, Mekki, Chemlal and Aghenfas. According to the variety, we noted that the high levels were recorded in Mekki oil especially at the first stages of maturity, whereas, the lowest contents were observed in the oil of Buichret. In contrast, [Giuffrè \(2014\)](#) showed that C26 compound is not influenced by cultivar.

Tetracosanol (C24) is considered as the second or the third most abundant alcohol, depending to the variety. The obtained results showed that C24 varied significantly according to the cultivar ( $P = 0.0005$ ) and the harvest period ( $P = 0.0001$ ). Most cultivars showed a decrease in tetracosanol contents over the ripening period. Aghenfas contained the highest quantities of C24, which was observed from September until the end of November and the concentration decreased progressively from 94.3 mg/kg in September to 18.8 mg/kg in January. For Chemlal, Mekki and Buichret olive oils, the concentrations of C24 decreased from 29.3 mg/kg to 23.1 mg/kg, from 44.8 mg/kg to 37.2 mg/kg, and from 65.1 mg/kg to 25.1 mg/kg, respectively ([Tab. 3](#)).

With respect to the content of octacosanol (C28), statistical analysis showed a significant differences related to cultivar ( $P = 0.0001$ ) and maturity stage ( $P = 0.0001$ ). The level of C28 decreased clearly during maturity process for Chemlal and Buichret olive oils which the content range from 56.7 mg/kg to 11.4 mg/kg and from 44 mg/kg to 15.7 mg/kg respectively. Whereas, the concentration showed a different behavior for the other two varieties, the content of C28 increased during the first stages of maturity from 38 mg/kg to 80.5 mg/kg and decreased until the last stage of maturity for the case of Aghenfas variety. For the variety Mekki, C28 increased until reaching a maximum in October (83.8 mg/kg) and then decrease until the end of maturity. For all cultivars the concentration of octacosanol decreased at the end of the maturity process ([Tab. 3](#)), this diminution



Table 3. Alcoholic composition (mg eicosanol/kg oil) of Aghenfás, Buichret, Chemlal and Mekki virgin olive oils during the maturity stage.

	End Sep	Mid-Oct	End Oct	Mid-Nov	End Nov	Mid-Dec	End Dec	Mid-Jan
<b>C22</b>								
Chemlal	9.5 ± 1.5 <sup>a</sup>	15.5 ± 2.5 <sup>b</sup>	17.8 ± 2.4 <sup>b</sup>	23.7 ± 0.8 <sup>c</sup>	17.9 ± 1.5 <sup>b</sup>	16.5 ± 1.7 <sup>b</sup>	15.0 ± 2.1 <sup>b</sup>	15.1 ± 3 <sup>b</sup>
Aghenfás	6.3 ± 0.4 <sup>c</sup>	5.5 ± 0.8 <sup>d</sup>	4.9 ± 0.2 <sup>d</sup>	2.8 ± 0.6 <sup>c</sup>	1.8 ± 0.4 <sup>b</sup>	0.9 ± 0.4 <sup>a</sup>	1.9 ± 1.1 <sup>b</sup>	1.11 ± 0.3 <sup>a</sup>
Buichret	16.3 ± 2.2 <sup>a,b</sup>	11.9 ± 2.0 <sup>a</sup>	16.0 ± 1.6 <sup>a,b</sup>	22.3 ± 1.8 <sup>b</sup>	21.1 ± 1.2 <sup>b</sup>	10.6 ± 1.5 <sup>a</sup>	9.5 ± 1.0 <sup>a</sup>	13.5 ± 1.2 <sup>a,b</sup>
Mekki	22.7 ± 1.7 <sup>c</sup>	28.8 ± 2.1 <sup>d</sup>	27.1 ± 1.9 <sup>d</sup>	33.0 ± 3.3 <sup>c</sup>	15.8 ± 1.2 <sup>b</sup>	5.5 ± 0.8 <sup>a</sup>	4.7 ± 1.4 <sup>a</sup>	3.5 ± 0.9 <sup>a</sup>
<b>C23</b>								
Chemlal	5.1 ± 0.1 <sup>e</sup>	4.2 ± 0.1 <sup>c</sup>	1.9 ± 0.0 <sup>a</sup>	3.7 ± 0.0 <sup>b</sup>	5.8 ± 0.3 <sup>f</sup>	2.1 ± 0.1 <sup>a</sup>	2.1 ± 0.0 <sup>a</sup>	4.6 ± 0.0 <sup>d</sup>
Aghenfás	9.4 ± 0.1 <sup>d</sup>	5.5 ± 0.5 <sup>c,d</sup>	4.9 ± 0.1 <sup>c</sup>	5.7 ± 0.4 <sup>c,d</sup>	5.3 ± 0.6 <sup>c</sup>	1.9 ± 0.1 <sup>b</sup>	1.9 ± 0.1 <sup>b</sup>	1.1 ± 0.0 <sup>a</sup>
Buichret	5.6 ± 0.2 <sup>b</sup>	2.1 ± 0.0 <sup>a</sup>	3.62 ± 0.1 <sup>a,b</sup>	5.1 ± 0.7 <sup>b</sup>	5.3 ± 0.4 <sup>b</sup>	3.5 ± 0.3 <sup>a,b</sup>	3.1 ± 0.4 <sup>a,b</sup>	2.5 ± 0.0 <sup>a</sup>
Mekki	8.2 ± 1.1 <sup>d</sup>	7.1 ± 0.1 <sup>c</sup>	6.3 ± 0.2 <sup>c</sup>	7.1 ± 0.7 <sup>c</sup>	4.7 ± 0.2 <sup>b</sup>	2.3 ± 0.1 <sup>a</sup>	1.7 ± 0.1 <sup>a</sup>	1.7 ± 0.2 <sup>a</sup>
<b>C24</b>								
Chemlal	29.3 ± 2.7 <sup>b</sup>	31.5 ± 2.6 <sup>b</sup>	38.2 ± 2.9 <sup>c</sup>	42.5 ± 1.7 <sup>d</sup>	32.8 ± 2.2 <sup>b</sup>	25.1 ± 2.1 <sup>a</sup>	23.4 ± 1.9 <sup>a</sup>	23.1 ± 2.1 <sup>a</sup>
Aghenfás	94.3 ± 2.9 <sup>f</sup>	76.4 ± 2.4 <sup>e</sup>	62.5 ± 3.0 <sup>c</sup>	69.5 ± 3.3 <sup>d</sup>	54.1 ± 2.9 <sup>b</sup>	16.1 ± 0.8 <sup>a</sup>	17.0 ± 1.0 <sup>a</sup>	18.8 ± 1.9 <sup>a</sup>
Buichret	65.1 ± 3.8 <sup>d</sup>	45.1 ± 4.4 <sup>c</sup>	31.2 ± 3.4 <sup>a,b</sup>	30.4 ± 3.0 <sup>a,b</sup>	34.1 ± 1.5 <sup>a,b</sup>	29.1 ± 2.9 <sup>a</sup>	37.0 ± 1.6 <sup>b,c</sup>	25.1 ± 1.9 <sup>a</sup>
Mekki	44.8 ± 3.8 <sup>c</sup>	34.1 ± 2.5 <sup>b</sup>	26.1 ± 2.5 <sup>a</sup>	44.3 ± 3.8 <sup>c</sup>	37.4 ± 1.5 <sup>b,c</sup>	34.6 ± 1.8 <sup>b</sup>	32.6 ± 1.6 <sup>b</sup>	37.2 ± 2.3 <sup>b,c</sup>
<b>C25</b>								
Chemlal	9.6 ± 1.5 <sup>b</sup>	8.3 ± 1.2 <sup>b</sup>	3.7 ± 0.2 <sup>a</sup>	5.0 ± 1.1 <sup>a,b</sup>	4.7 ± 0.8 <sup>a</sup>	3.1 ± 1.0 <sup>a</sup>	3.7 ± 0.6 <sup>a</sup>	3.6 ± 0.4 <sup>a</sup>
Aghenfás	31.5 ± 1.4 <sup>c</sup>	33.0 ± 1.6 <sup>c</sup>	32.2 ± 1.8 <sup>c</sup>	48.6 ± 2.5 <sup>e</sup>	37.6 ± 2.1 <sup>d</sup>	20.3 ± 1.2 <sup>b</sup>	15.2 ± 1.0 <sup>a</sup>	15.4 ± 0.8 <sup>a</sup>
Buichret	27.2 ± 2.7 <sup>c</sup>	14.3 ± 1.7 <sup>a,b</sup>	12.5 ± 1.0 <sup>a</sup>	14.3 ± 1.3 <sup>a,b</sup>	11.1 ± 1.6 <sup>a</sup>	13.8 ± 1.4 <sup>a</sup>	15.3 ± 1.2 <sup>a,b</sup>	18.0 ± 1.4 <sup>b,c</sup>
Mekki	29.3 ± 2.7 <sup>c</sup>	31.4 ± 2.1 <sup>c</sup>	17.5 ± 1.8 <sup>b,c</sup>	15.4 ± 1.9 <sup>b</sup>	12.4 ± 1.4 <sup>b</sup>	6.1 ± 1.2 <sup>a</sup>	4.8 ± 1.4 <sup>a</sup>	5.5 ± 1.2 <sup>a</sup>
<b>C26</b>								
Chemlal	122.4 ± 5.6 <sup>e</sup>	94.3 ± 4.3 <sup>d</sup>	69.4 ± 2.3 <sup>c</sup>	57.8 ± 3.0 <sup>b</sup>	31.5 ± 2.8 <sup>a,b</sup>	31.3 ± 1.9 <sup>a,b</sup>	26.5 ± 2.2 <sup>a</sup>	23.7 ± 1.2 <sup>a</sup>
Aghenfás	113.4 ± 5.0 <sup>f</sup>	89.1 ± 3.9 <sup>e</sup>	61.3 ± 2.3 <sup>d</sup>	63.7 ± 1.5 <sup>d</sup>	43.3 ± 0.8 <sup>c</sup>	17.5 ± 1.8 <sup>a</sup>	16.9 ± 1.5 <sup>a</sup>	26.5 ± 1.3 <sup>b</sup>
Buichret	116.5 ± 8.0 <sup>d</sup>	56.2 ± 2.0 <sup>c</sup>	34.5 ± 1.7 <sup>b</sup>	25.1 ± 2.8 <sup>a</sup>	34.3 ± 1.7 <sup>b</sup>	38.3 ± 2.6 <sup>b</sup>	39.8 ± 2.9 <sup>b</sup>	40.5 ± 3.0 <sup>b</sup>
Mekki	138.0 ± 6.7 <sup>f</sup>	121.8 ± 7.6 <sup>e</sup>	99.4 ± 5.3 <sup>d</sup>	91.7 ± 5.9 <sup>d</sup>	66.2 ± 3.8 <sup>c</sup>	34.5 ± 3.1 <sup>b</sup>	21.4 ± 2.4 <sup>a</sup>	20.2 ± 2.3 <sup>a</sup>
<b>C27</b>								
Chemlal	5.3 ± 0.2 <sup>d</sup>	6.3 ± 0.6 <sup>c</sup>	3.1 ± 0.1 <sup>c</sup>	3.4 ± 0.2 <sup>c</sup>	2.3 ± 0.1 <sup>b</sup>	2.6 ± 0.3 <sup>b</sup>	0.5 ± 0.0 <sup>a</sup>	0.8 ± 0.0 <sup>a</sup>
Aghenfás	9.4 ± 0.1 <sup>f</sup>	8.3 ± 0.0 <sup>c</sup>	7.4 ± 0.1 <sup>d</sup>	8.6 ± 0.5 <sup>e</sup>	3.1 ± 0.1 <sup>b</sup>	1.9 ± 0.1 <sup>a</sup>	2.8 ± 0.0 <sup>b</sup>	4.4 ± 0.1 <sup>c</sup>
Buichret	8.8 ± 0.2 <sup>d</sup>	7.5 ± 0.5 <sup>c</sup>	5.2 ± 0.1 <sup>b</sup>	4.0 ± 0.1 <sup>a</sup>	3.7 ± 0.1 <sup>a</sup>	5.2 ± 0.6 <sup>b</sup>	8.5 ± 0.4 <sup>d</sup>	9.3 ± 0.2 <sup>c</sup>
Mekki	9.1 ± 0.1 <sup>g</sup>	8.0 ± 0.2 <sup>f</sup>	6.4 ± 0.1 <sup>e</sup>	4.5 ± 0.1 <sup>d</sup>	3.3 ± 0.5 <sup>c</sup>	2.1 ± 0.1 <sup>b</sup>	1.1 ± 0.1 <sup>a</sup>	1.4 ± 0.0 <sup>a</sup>
<b>C28</b>								
Chemlal	56.7 ± 1.4 <sup>f</sup>	52.7 ± 1.7 <sup>e</sup>	37.5 ± 2.2 <sup>d</sup>	28.6 ± 1.4 <sup>c</sup>	15.3 ± 0.7 <sup>a</sup>	18.3 ± 1.5 <sup>b</sup>	13.8 ± 0.9 <sup>a</sup>	11.4 ± 0.9 <sup>a</sup>
Aghenfás	38.1 ± 1.7 <sup>b</sup>	48.5 ± 2.1 <sup>c</sup>	64.1 ± 3.7 <sup>c</sup>	80.5 ± 4.2 <sup>f</sup>	54.6 ± 2.6 <sup>d</sup>	31.1 ± 1.8 <sup>a</sup>	30.2 ± 2.0 <sup>a</sup>	29.8 ± 1.7 <sup>a</sup>
Buichret	44.1 ± 3.7 <sup>c</sup>	24.5 ± 2.3 <sup>b</sup>	11.5 ± 1.0 <sup>a</sup>	11.6 ± 1.9 <sup>a</sup>	23.2 ± 2.0 <sup>b</sup>	15.0 ± 1.8 <sup>a</sup>	13.7 ± 1.5 <sup>a</sup>	15.6 ± 1.0 <sup>a,b</sup>
Mekki	47.9 ± 3.6 <sup>b,c</sup>	83.8 ± 3.6 <sup>d</sup>	64.7 ± 4.1 <sup>c</sup>	43.7 ± 3.3 <sup>b</sup>	42.2 ± 3.0 <sup>b</sup>	18.2 ± 1.4 <sup>a</sup>	15.1 ± 1.5 <sup>a</sup>	15.7 ± 1.5 <sup>a</sup>
<b>Total alcohol</b>								
Chemlal	238.1 ± 13.2 <sup>d</sup>	212.8 ± 12.8 <sup>c</sup>	171.7 ± 10.1 <sup>b</sup>	164.8 ± 8.2 <sup>b</sup>	110.4 ± 8.5 <sup>a,b</sup>	99.1 ± 5.5 <sup>a</sup>	85.1 ± 7.8 <sup>a</sup>	82.3 ± 9.8 <sup>a</sup>
Aghenfás	302.6 ± 11.7 <sup>c</sup>	266.4 ± 11.3 <sup>d</sup>	237.4 ± 11.0 <sup>c</sup>	279.4 ± 8.1 <sup>d</sup>	199.9 ± 7.7 <sup>b</sup>	89.7 ± 6.3 <sup>a</sup>	86.0 ± 3.6 <sup>a</sup>	97.1 ± 6.1 <sup>a</sup>
Buichret	283.6 ± 4.9 <sup>c</sup>	161.6 ± 12.8 <sup>b</sup>	114.6 ± 8.9 <sup>a</sup>	112.9 ± 8.4 <sup>a</sup>	132.9 ± 8.5 <sup>a,b</sup>	115.7 ± 10.5 <sup>a</sup>	127.0 ± 9.1 <sup>a</sup>	124.6 ± 8.7 <sup>a</sup>
Mekki	300.2 ± 11.9 <sup>b,d</sup>	315.1 ± 18.2 <sup>d</sup>	247.6 ± 15.5 <sup>c</sup>	239.9 ± 15.2 <sup>c</sup>	182.1 ± 11.2 <sup>b</sup>	103.3 ± 8.3 <sup>a</sup>	81.4 ± 8.5 <sup>a</sup>	85.2 ± 8.5 <sup>a</sup>

<sup>a,b,c,d</sup> Values with the same letter in the same line are not significantly different at a 95% confidence level ( $P \leq 0.05$ ).

was also reported in previous studies (Lazzez et al., 2008; Giuffrè, 2014).

Concerning the docosanol C22, all samples showed a content inferior to 33 mg/kg. The concentration of docosanol (C22), ranged between 0.9 mg/kg and 33.0 mg/kg. Rivera del Álamo et al. (2004), in his study reported values ranging between 8.2 mg/kg and 72.5 mg/kg for the C22. The obtained results, showed a significant differences according to maturity ( $P = 0.0001$ ) and cultivar ( $P = 0.0001$ ). During the maturation process the content of docosanol C22 increased and then decreased until the end of maturity, especially for the Chemlal,

Mekki and Buicheret, whereas in the oil of Aghenfás, which presented the lowest levels, we noted a decrease from 6.3 mg/kg at the first stage of maturity to a low content about 1mg/kg at the end of maturity. In contrary, Giuffrè (2014) has found that in general samples presented a constant docosanol level through the maturity process.

Regarding the C25 aliphatic alcohol, the results presented in Table 3 showed that Chemlal olive oil contained the low quantities compared to the other varieties, which don't exceed 10 mg/kg in all maturity stages. However, the high quantities were found in Aghenfás variety which reached 49 mg/kg

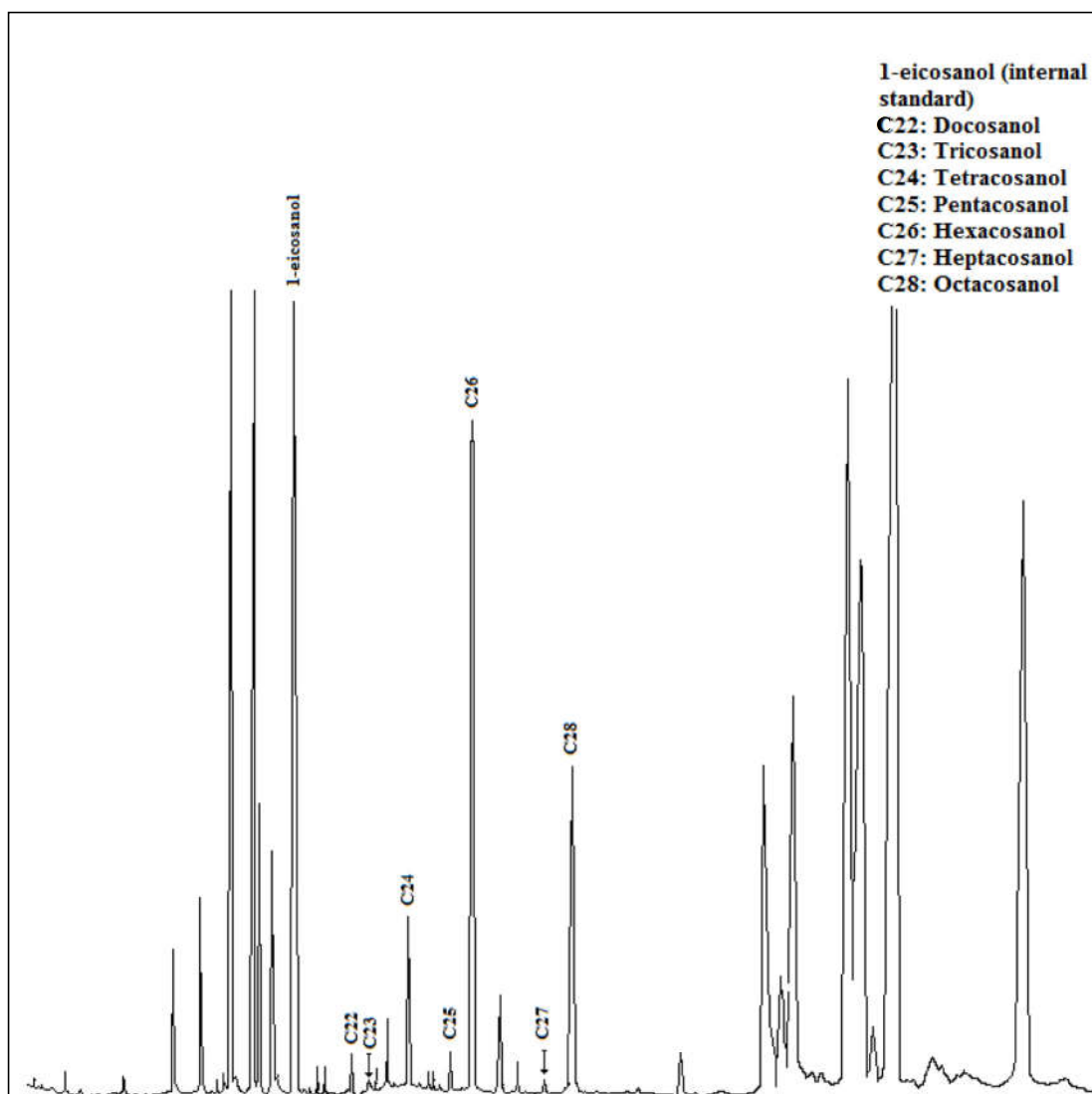


Fig. 3. Chromatogram of the aliphatic alcohol components of one of the Chemlal analyzed samples.

in November. During maturity process, the level of C25 decreased in the case of the following cultivars, Chemlal, Mekki and Aghenfas. We noted a richness of Algerian varieties in C25 content when comparing to the varieties of southern Italy, in fact, [Giuffrè \(2014\)](#), in his study showed a maximum content of pentacosanol with a mean of 12.7 mg/kg.

With regard to C23, the analyzed samples showed values ranging between 1.1 mg/kg and 9.4 mg/kg. The autochthonous cultivars presented higher contents at the beginning of maturity and then the content of C23 decreased until a little value about 2 and 1 mg/kg, except for Chemlal, which the content increased in January. These contents are higher than those found by [Krichène et al. \(2010\)](#) on Tunisian olive oils (1.3 mg/kg to 5.3 mg/kg).

Heptacosanol (C27) also showed a significant difference in relation to maturity and variety ( $P = 0.0001$ ). The contents ranged between 0.5 mg/kg to 9.4 mg/kg. In almost cultivars, heptacosanol tend to decrease during maturity process except, the Buichret variety, in which after a slight decrease in contents levels occur until the end of November, we observed an increase in the three last sampling.

### 3.5 Discriminant analysis

In order to understand which variables have a discriminating power among the four varieties, a multivariable statistical approach was applied. First we used an ANOVA test on all data, related to sterol compounds and aliphatic alcohols. The analysis of variance (ANOVA) highlighted statistically significant differences ( $P < 0.01$ ) of all the variables, except, the stigmaterol, the b-sitosterol and the D7-stigmastanol. However, despite the recorded differences, after applying a post hoc test (honestly significantly different [HSD] for unequal N tukey) on the obtained results, it was found that none of the used variables could perfectly classify the olive oils samples as regards to variety.

For that and in order to get a better overview of the ability of the whole set of variables to differentiate between varieties a PCA was applied. It was found that 76% of total variance was explained by four components (PCs), taking into consideration the eigenvalues and internal consistency by means of varimax rotation ([Tab. 4](#)). Selected PCs are usually discussed in terms of component scores and loadings. The four first components,

Table 4. Loadings, eigenvalues, and percent of cumulative variance for the first four principle components.

	Component			
	1	2	3	4
Alcohol C27	0.896	0.011	-0.093	0.101
Alcohol C25	0.712	0.321	-0.364	0.156
Campestanol	-0.694	-0.027	-0.280	-0.078
Alcohol C24	0.675	0.396	-0.334	0.165
Alcohol C23	0.674	0.367	0.322	0.335
Clerosterol	0.135	0.773	0.115	-0.115
D <sup>7</sup> -avenasterol	0.004	0.708	-0.190	0.444
Campesterol	0.344	0.707	-0.149	-0.274
Alcohol C22	0.217	-0.165	0.883	0.152
Cholesterol	-0.269	0.074	0.871	-0.042
D <sup>7</sup> -stigmastenol	0.067	-0.194	0.164	0.885
Erythrodiol and uvaol	0.559	0.258	-187	0.568
Eigenvalues	4.33	2.17	1.42	1.18
% Cumulative variance	36.09	54.19	66.02	75.93

called PC1 to PC4 explain respectively, PC1 (27.31%), PC2 (17.75%), PC3 (17.56%) and PC4 (13.31%) of the total variance.

The rotated component matrix showed that the PC1 is correlated to Campestanol, alcohols C23, C24, C25 and C27; PC2 is correlated to clerosterol, D<sup>7</sup>-avenasterol and campesterol. PC3 is correlated to alcohol C22 and cholesterol, PC4 is correlated to erythrodiol and uvaol and D<sup>7</sup>-stigmastenol.

The applied PCA on the variables was not sufficient to visualize possible groups between the studied olive oil varieties when the scores of olive samples displayed with respect to the three first components

As a consequence, a LDA was applied on the data as a suitable method to discriminate the olive of samples on the basis of the variety. To apply LDA, it was necessary to reduce the number of variables for the model, therefore we took into consideration only the variables with  $P < 0.01$  which showed significant differences between varieties.

The results showed that three statistically discriminant functions are formed (Wilk's lambda = 0.034,  $x^2 = 300.535$ ,  $df = 24$  for the first, Wilk's lambda = 0.195,  $x^2 = 145.51$ ,  $df = 14$  for the second and Wilk's lambda = 0.488,  $x^2 = 63.93$ ,  $df = 6$  for the third with  $P = 0.000$  in all cases). The first discriminant function accounts for 69.8% of the total variance, the second accounts for 20.7% of the total variance while the third accounts for 9.5% of the total variance. All three accounts for 100% of the total variance. The variables selected by the SPSS algorithm, and the corresponding model standardized coefficients, showing the predictors with large discriminant capabilities are given in Table 5. The most discriminating variables have been: cholesterol, campestanol, D<sup>7</sup>-stigmastenol, D<sup>7</sup>-avenasterol, clerosterol, alcohol C22, alcohol C25, alcohol C27.

Figure 4 showed a projection of the score corresponding to olive oil samples in the two-dimensional space defined by the first and second discriminant functions. As it is demonstrated, the VOOs from the four varieties are adequately separated. The

Table 5. Standardized canonical discriminant function coefficients.

	Function		
	1	2	3
Cholesterol	-0.254	0.817	0.016
Campestanol	0.207	0.301	-0.530
D <sup>7</sup> -stigmastenol	-0.101	0.308	0.834
D <sup>7</sup> -avenasterol	0.412	0.505	0.157
Clerosterol	0.011	0.324	-0.486
Alcohol C22	-0.594	-0.316	-0.108
Alcohol C25	1.185	0.184	0.011
Alcohol C27	-0.495	-0.398	0.167

olive oil of Chemlal, Aghenfas and Buichret are clearly separated while that of Mekki variety is adequately separated. The overall correct classification rate is 96.5% using the original and 88.6% using the cross validation method. Correct classification (100%) was obtained for Chemlal, Aghenfas and Buichret olive oil varieties. However, Mekki is not perfectly separated from Aghenfas and Buichret which explains the 88.2% of correct classifications for Mekki cultivar.

These results are in agreement with data found in the literature; the content of sterols and alcohols in olive oils have been used for the classification of olive oils on the basis of cultivars (Lukić et al., 2013; Grati-Kammoun and Zarrouk, 2012).

The obtained results showed that the cloud point of Chemlal variety, have a negative score on the first function and positive score for the second function, means that the oils from Chemlal variety were characterised by high value of cholesterol, clerosterol, D<sup>7</sup>-stigmastenol, alcohol C22, and alcohol C27. In the contrary, the cloud point of Aghenfas variety, have a positive score on the first function and positive score for the second function, means that the oils of Aghenfas were characterised by high cholesterol, campestanol, D<sup>7</sup>-stigmastenol, D<sup>7</sup>-avenasterol, clerosterol and alcohol C25.

Buichret have a negative score on the first and second functions, so the oils of Buichret variety were characterized by high C22 and C27 values.

## 4 Conclusion

In general, the values of quality parameters (free acidity, peroxide value and spectrophotometric absorption K232 and K270) and those of sterolic and alcoholic compounds of four monovarietal Algerian olive oils (Aghenfas, Buichret, Chemlal and Mekki) remained within estimated limits of the International Olive Oil Council's regulation for edible virgin olive oil along the maturation process, which should be taken into consideration in commercial dealings and regulatory studies.

Furthermore, it has been proven that the cultivar and the ripening stage had a significant effect on the trend of several sterolic and alcoholic contents during ripening process and the results showed a decreasing level of total sterols,  $\beta$ -sitosterol, triterpenic dialcohols, total aliphatic alcohols, tetracosanol (C24), and an increasing level of D<sup>5</sup>-avenasterol according to the maturity process.

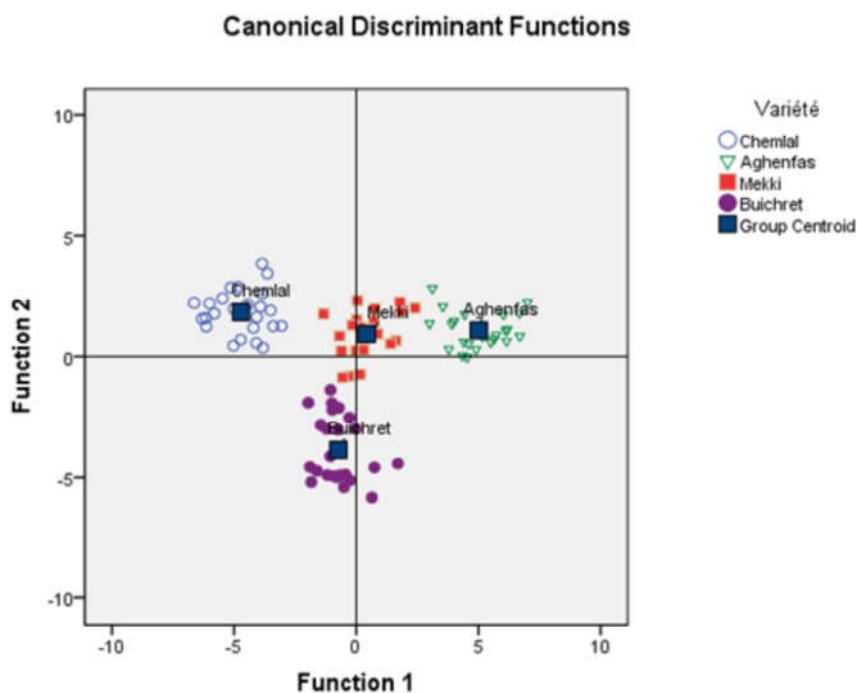


Fig. 4. A graphical representation of a discriminant function analysis on sterolic and alcoholic compounds of the four varieties: Aghenfas, Buichret, Chemlal and Mekki.

Principal component analysis (PCA) on the compositional data was not effective in visualizing possible groups of olive oil varieties. While, LDA showed that the cultivars can be adequately distinguished on the basis of sterolic and alcoholic compositions. The results of this study provide important data, which can be employed in olive oil authenticity studies in Algeria. Finally, additional analysis should be performed for a better characterization of Algerian olive heritage.

## References

- Abuajah CI, Ogbonna AC, Osuji CM. 2015. Functional components and medicinal properties of food: a review. *J Food Sci Technol* 52(5): 2522-2529.
- Aparicio R, Conte LS, Fiebig H. 2013. Olive oil authentication. In: Aparicio R, Harwood J, eds. *Handbook of olive oil*, 2nd ed. Boston, MA: Springer, US, pp. 590-641.
- Ben Temime S, Manai H, Methenni K, et al. 2008. Sterolic composition of Chétoui virgin olive oil: influence of geographical origin. *Food Chem* 110: 368-374.
- Bengana M, Bakhouch A, Lozano-Sánchez J, et al. 2013. Influence of olive ripeness on chemical properties and phenolic composition of Chemlal extra-virginoliveoil. *Food Res Int* 54: 1868-1875.
- Bianchi G. 2003. Lipids and phenols in table olives. *Eur J Lipid Sci Tech* 105: 229-242.
- Christopoulou E, Lazarak M, Alexiou F, Synouri S, Frangis-Cos E. 1996. Influence of certain factors on the composition of olive-pomace oils. Part II sterol, triterpenic dialcohols and aliphatic alcohols. *Rev Ital delle Sostanze Grasse* LXXIII: 201-211.
- Cilla A, Attanzio A, Barberá R, Tesoriere L, Livrea MA. 2015. Anti-proliferative effect of main dietary phytosterols and  $\beta$ -cryptoxanthin alone or combined in human colon cancer Caco-2 cells through cytosolic  $Ca^{+2}$  and oxidative stress-induced apoptosis. *J Funct Foods* 12: 282-293.
- Desouky IM, Haggag LF, Abd El-Migeed MMM, El-Hady ES. 2009. Changes in some physical and chemical properties of fruit and oil in some olive oil cultivars during harvesting stage. *World J Agric Sci* 5(6): 760-765.
- Douzane M, Nouani A, Dako E, Bellal M. 2012. Influence of the variety, the crop year and the growing on the fatty acid and tocopherols composition of some Algerian virgin olive oils. *Afr J Agric Res* 7(34): 4738-4750.
- El Antari A, Hilal A, Boulouha B, El Moudni A. 2000. Estudio de la influencia de la variedad, los factores ambientales y la técnica de cultivo en las características de los frutos y la composición química del aceite de oliva virgen extra de Marruecos. *Olivae* 80: 29-36.
- European Union Commission. 2011. Commission regulation (EU) No. 61/2011 of 24 January 2011 amending regulation (EEC) No. 2568/91 on the characteristics of olive oil and olive-residue oil and on the relevant methods of analysis.
- Fernández-Cuesta A, León L, Velasco De la Rosa R. 2013. Changes in squalene and sterols associated with olive maturation. *Food Res Int* 54(2): 1885-1889.
- Field A. 2009. *Discovering Statistics Using SPSS*, 3rd ed. London: Sage Publications Ltd, p. 384.
- Giacalone R, Giuliano S, Gulotta E, Monfreda M, Presti G. 2015. Origin assessment of EV olive oils by esterified sterols analysis. *Food Chem* 188: 279-285.
- Giuffrè AM. 2014. Evolution of fatty alcohols in olive oils produced in Calabria (Southern Italy) during fruit ripening. *J Oleo Sci* 63(5): 485-496.
- Grati-Kammoun N, Zarrouk N. 2012. Exploratory chemometric analysis for the characterisation of Tunisian olive cultivars according to their lipid and sterolic profiles. *Int J Food Sci* 47(7): 1496-1504.
- Gutiérrez F, Jimenez B, Ruiz, A, Albi MA. 1999. Effect of olive ripeness on the oxidative stability of virgin olive oil extracted from the varieties Picual and Hojiblanca and on the different components involved. *J Agric Food Chem* 47(1): 121-127.

- Gutiérrez F, Varona I, Albi MA. 2000. Relation of acidity and sensory quality with sterol content of olive oil from stored fruit. *J Agric Food Chem* 48: 1106-1110.
- Haddadi M, Yakoub-Bougdal S. 2010. Olive rootstock production from *Olea europea* var. Chemlal cultured in vitro. *Cah Agric* 19: 288-291.
- International Olive Council (IOC). 2016. Trade standard applying to olive oils and olive-pomace oils. COI/T.15/NC No 3/Rev.11, p. 16.
- Krichène D, Allalout A, Salvador MD, Fregapane G, Zarrouk M. 2010. Fatty acids, volatiles, sterols and triterpenic alcohols of six monovarietal Tunisian virgin olive oil. *Eur J Lipid Sci Tech* 112: 400.
- Lazzez A, Perri E, Caravita MA, Khelif M, Cossentini M. 2008. Influence of olive maturity stage and geographical origin on some minor components in virgin olive oil of the Chemlali variety. *J Agric Food Chem* 56: 982-988.
- Lukić M, Lukić I, Krapac M, Sladonja B, Pilizota V. 2013. Sterols and triterpene diols in olive oil as indicators of variety and degree of ripening. *Food Chem* 136: 251-258.
- Mahaddalkar T, Suri C, Naik PK, Lopus M. 2015. Biochemical characterization and molecular dynamic simulation of  $\beta$ -sitosterol as a tubulin-binding anticancer agent. *Eur J Pharmacol* 760: 154-162.
- Manai-Djebali H, Krichène D, Ouni Y, Gallardo L, Sánchez J, Osorio E. 2012. Chemical profiles of five minor olive oil varieties grown in central Tunisia. *J Food Compos Anal* 27: 109-119.
- Mariani C, Fedeli E, Grob K, Artho A. 1991. Indagine sulle variazioni dei componenti minori liberati ed esterificati di oli ottenuti da olive in funzione della maturazione e dello stoccaggio. *Riv Ital delle Sostanze Grasse* 68(4): 179-188.
- Martinez Suarez JM. 1973. Recientes estudios de la almazara experimental del Instituto de la Grasa. *Riv Ital delle Sostanze Grasse* 50: 325-330.
- Mendil M, Sebai A. 2006. L'olivier en Algérie. Alger: Institut technique de l'arboriculture fruitière et de la vigne, pp. 26-97.
- Ministry for Agriculture and the Rural Development (MADR). 2014. Report of the ministry for agriculture and the rural development. Development program of olive cultivation, 2010/2014.
- Monfreda M, Gobbi L, Grippa A. 2012. Blends of olive oil and sunflower oil: Characterisation and olive oil quantification using fatty acid composition and chemometric tools. *Food Chem* 134(4): 2283-2290.
- Rivera del Álamo RM, Fregapane G, Aranda F, Gómez-Alonso S, Salvador MD. 2004. Sterol and alcohol composition of Cornicabra virgin olive oil: the campesterol content exceeds the upper limit of 4% established by EU regulations. *Food Chem* 84: 533-537.
- Rossell JB. 2001. *Frying: Improving quality*. Boca Raton, FL: CRC Press.
- Sánchez-Casas J, Osorio Bueno E, Montaña García AF, Martínez Cano M. 2004. Sterol and erythrodiol content of virgin olive oils from cultivars of Extremadura (Spain). *Food Chem* 87: 225-230.
- Uceda M, Hermoso M. 2001. La calidad del aceite de oliva. In: Barranco D, Fernández-Escobar R, Rallo L, eds. *El cultivo del olivo*. Madrid, Spain: Mundi Prensa, pp. 589-614.
- Vekiari SA, Oreopoulou V, Kourkoutas Y, Kamoun N, Msallem M, Psimouli V, Arapoglou D. 2010. Characterization and seasonal variation of the quality of virgin olive oil of the Throumbolia and Koroneiki varieties from Southern Greece. *Grasas Aceites* 61: 221-231.
- Yorulmaz A, Erinc H, Tekin A. 2013. Changes in olive and olive oil characteristics during maturation. *J Am Oil Chem Soc* 90: 647-658.

Cite this article as: Boulkroune H, Lazzez A, Guissous M, Bellik Y, Smaoui S, Kamoun NG, Madani T. 2017. Characterization of sterolic and alcoholic fractions of some Algerian olive oils according to the variety and ripening stage. *OCL* 24(5): A502.

## ملخص

في هذا العمل، فإننا نقترح أن نصنف أربعة أنواع من زيت الزيتون ذات الصنف الواحد الجزائرية، وهي شمالال، أغنفاس، بويشرات، مكّي و ذلك في إطار تحسين جودة زيت الزيتون في الجزائر في منطقة القبائل الصغرى. إن الخصائص الثمرية للزيتون والتركيّب الكيميائي لزيت الزيتون يعتمدان بشكل رئيسي على العامل الوراثي الجوهري و كذا على الممارسات التقنية بما في ذلك وقت جني الثمار وري الزيتون.

في بداية العمل إهتمنا بدراسة العديد من المعطيات المتعلقة بالجودة في جميع مراحل عملية نضج الثمار. وهكذا، قمنا بجني الثمار من الأصناف الأربعة، خلال ثمانية تواريخ مختلفة خلال السنة 2014/2013. بالإضافة إلى ذلك، حاولنا فهم تأثير عامل الري على الخصائص التحليلية الكيميائية لزيت الزيتون.

أظهرت النتائج الإحصائية على وجه الخصوص أن فترة الجني الأمثل للزيوت من جميع الأصناف المدروسة هي في منتصف نوفمبر، وتتميز الزيوت في هذه المرحلة بمرود عال جدا من الدهون، تركيبة حمضية على نحو سلس، نسبة عالية من المواد المضادة للأكسدة (الستيرولات، والكحول الدهنية) والمركبات العطرية ومرتفعة نسبيا من الأصباغ (الكلوروفيل والكاروتينات). وبالتالي، يوصى بحصاد الزيتون في وقت لاحق على علو مرتفع وفي وقت سابق على ارتفاع منخفض. كما تظهر النتائج المتعلقة بالمركبات الطيارة تباين كبير في تشكيل هذه الأخيرة أثناء عملية النضج في الزيوت النباتية الجزائرية المختبرة.

الري التكميلي لنوع شمالال حسن من مستويات بعض المعطيات الكيميائية مثل حمض الأوليك، الدهون الثلاثية (أو أو أو) والكلوروفيل غير أنه لم يظهر أي تأثير على المرودية في الدهون. الكلمات الدالة: زيت الزيتون، القبائل الصغرى، الجودة، النضج، الري.

## Résumé

Dans le présent travail, nous proposons de caractériser quatre huiles d'olive monovariétales algériennes, à savoir *Chemlal*, *Aghenfas*, *Buichret* et *Mekki* dans le cadre de l'amélioration de la qualité de l'huile d'olive algérienne en petite Kabylie. Les propriétés pomologiques des olives et la composition chimique de l'huile d'olive, principalement tributaire du patrimoine génétique intrinsèque de l'olivier, dépend également des pratiques culturelles notamment le temps de récolte des fruits ainsi que l'irrigation des oliviers.

Ce travail s'intéresse dans un premier temps à l'étude de plusieurs paramètres relatifs à la qualité tout au long du processus de la maturation des fruits. Ainsi, nous avons récolté des fruits des quatre variétés, à huit dates différentes durant l'année 2013/2014. Par ailleurs, nous essaierons de comprendre l'incidence du facteur d'irrigation sur les propriétés analytiques chimiques de l'huile d'olive *Chemlal*.

Les résultats statistiquement élaborés ont particulièrement mis en évidence que la période optimale de récolte des huiles de l'ensemble des variétés étudiées se situe en mi novembre. A cette phase, les huiles sont caractérisées par un rendement très élevé en matière grasse, une composition acide harmonieuse, une teneur élevée en antioxydants (stérols, alcools aliphatiques) et en composés d'arômes et assez élevé en pigments (chlorophylles et carotènes). Ainsi, une récolte plus tardive en haute altitude et plus précoce en basse altitude des olives est à recommander.

Les résultats correspondant aux composés volatils montrent surtout une grande variabilité dans la formation de ces derniers au cours du processus de maturation dans les huiles d'olive algériennes testées.

L'irrigation complémentaire de la variété *Chemlal* a fait améliorer les teneurs en certains paramètres chimiques tel que l'acides oléiques, le triacylglycérol OOO, la fraction insaponifiable et la chlorophylle, alors qu'elle n'a présenté aucun effet sur le rendement en matière grasse.

**Mots clés :** Huile d'olive, petite Kabylie, qualité, maturation, irrigation.